

ISSN 2077-1177

Стандартные образцы

Том Vol. **15**

№ **4**

2019



Reference
Materials

Том 15, № 4, 2019

«СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ»

Ежеквартальный научно-технический журнал

Свидетельство о регистрации СМИ –
ПИ № ФСЦ77–2103 от 31 мая 2005 г.
ISSN 2077–1177

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

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

РЕДАКЦИЯ:
620075, г. Екатеринбург,
ул. Красноармейская, 4
Тел., 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 20.12.2019.
Формат 80×108 1/16. Печать офсетная.
Бумага ВХИ. Усл. печ. л. 7,2.
Тираж 100 экз. Заказ № 11031.

ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ

- МЕЖДУНАРОДНЫЙ ГОД ПЕРИОДИЧЕСКОЙ ТАБЛИЦЫ ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ
Уникальный памятник – мозаичное панно «Периодическая таблица элементов Д. И. Менделеева», открытый по инициативе метрологов 5
Гинак Е. Б.
- РАЗРАБОТКА, ПРОИЗВОДСТВО СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ
Разработка стандартных образцов пористости на основе оксида алюминия для метода ртутной порометрии 13
Собина Е. П.
- Разработка и испытания ИСП-стандартного образца состава раствора массовой доли свинца** 25
Стахеев А. А., Столбоушкина Т. П.
- Разработка стандартного образца черноземной почвы, аттестованного на показатели плодородия** 33
Ступакова Г. А., Игнатьева Е. Э., Щиплецова Т. И., Митрофанов Д. К.
- СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ
Разработка образцов-имитаторов массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника 41
Агафонов О. С., Прудников С. М.
- Оценка согласованного значения результатов межлабораторных измерений с минимальным увеличением их неопределенности** 49
Аронов П. М.
- ВОПРОСЫ ВЕДЕНИЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО РЕЕСТРА УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ
Сведения о новых типах стандартных образцов 53
Агишева С. Т.
- Сведения о стандартных образцах утвержденных типов, срок действия свидетельств которых продлен** 69
Агишева С. Т.

При цитировании ссылка на журнал «Стандартные образцы» обязательна.

Перепечатка материалов полностью или частично, предпринимаемая в образовательных или исследовательских целях, возможна только со ссылкой на выходные данные журнала с обязательным указанием правообладателя и имен авторов статей.

Vol. 15, № 4, 2019

«REFERENCE MATERIALS»

Quarterly scientific and technical journal

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

FOUNDER & PUBLISHER:

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

PRINTING HOUSE:

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

EDITORIAL OFFICE:

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

Published since 2005.

Publication frequency: quarterly.

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

Signed for printing: 23.09.2019.

Date of publication: 20.12.2019.

Sheet size 80×108 1/16. Offset printing.

Royal paper. Conventional printed sheets 7,2.

Number of copies 100. Order No 11031.

ORIGINAL PAPERS

INTERNATIONAL YEAR OF THE PERIODIC TABLE OF CHEMICAL ELEMENTS

- Unique monument – mosaic panel «D. I. Mendeleev periodic table of elements», opened on the initiative of metrologists** 5
Ginak E. B.

DEVELOPMENT AND PRODUCTION OF REFERENCE MATERIALS

- Development of alumina-based porosity reference materials for the mercury porosimetry method** 13
Shobina E. P.

- Development and testing of a certified reference material of the lead mass fraction in solutions for measurements using inductively coupled plasma methods** 25
Stakheev A. A., Stolboushkina T. P.

- Development of a black-earth soil reference material, tested for fertility indicators** 33
Stupakova G. A., Ignatyeva E. E., Shchipletsova T. I., Mitrofanov D. K.

MODERN METHODS OF ANALYZING SUBSTANCES AND MATERIALS

- Studying of NMR-characteristics of silicium-organic liquids** 41
Agafonov O. S., Prudnikov S. M.

- Estimation of consensus value of interlaboratory measurement results accompanied by a minimum increase in associated uncertainty** 49
Aronov P. M.

ASPECTS OF MAINTAINING THE STATE REGISTER OF TYPE APPROVED REFERENCE MATERIALS

- Data on new Reference Materials Approved in 2019** 53
Agisheva S. T.

- Data on Type Approved Reference Materials the Validity Period of which has been Extended** 69
Agisheva S. T.

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

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

© «Reference Materials», 2019

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

■ МЕЖДУНАРОДНЫЙ ГОД ПЕРИОДИЧЕСКОЙ ТАБЛИЦЫ
ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ / INTERNATIONAL YEAR OF THE PERIODIC TABLE
OF CHEMICAL ELEMENTS

DOI: 10.20915/2077-1177-2019-15-4-5-12

УДК 541.9(09)

УНИКАЛЬНЫЙ ПАМЯТНИК – МОЗАИЧНОЕ ПАННО «ПЕРИОДИЧЕСКАЯ
ТАБЛИЦА ЭЛЕМЕНТОВ Д. И. МЕНДЕЛЕЕВА», ОТКРЫТЫЙ ПО ИНИЦИАТИВЕ
МЕТРОЛОГОВ

© Е. Б. Гинак

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

Поступила в редакцию – 13 ноября 2019 г.

Принята к публикации – 20 ноября 2019 г.

Настоящая статья приурочена к завершению празднования Международного года периодической таблицы химических элементов, провозглашённого ООН и ЮНЕСКО в связи со 150-летием со дня открытия Д. И. Менделеевым Периодического закона химических элементов. В статье освещена метрологическая деятельность великого русского учёного-энциклопедиста и рассказано о том, как в созданном им научном метрологическом центре – Главной палате мер и весов, ныне ВНИИМ им. Д. И. Менделеева (ВНИИМ), на протяжении более ста лет сохраняется память о жизни и деятельности первого управляющего Главной палатой мер и весов.

На основе исследований, проведенных в архивах Санкт-Петербурга и фондах Метрологического музея, впервые подробно изложена история формирования на территории ВНИИМ мемориального Менделеевского комплекса. Показан вклад метрологов института в создание к 100-летию со дня рождения ученого, таких известных достопримечательностей Санкт-Петербурга, как памятник Д. И. Менделееву (работы скульптора И. Я. Гинцбурга, 1932 г.) и мозаичное панно «Периодическая система элементов Д. И. Менделеева» (1935). Изложены все перипетии, связанные с установкой памятника-таблицы: выбор варианта расположения элементов, художественного оформления, исполнителя и техники изготовления, согласование с различными организациями, решение вопросов финансирования.

Ссылка при цитировании:

Гинак Е. Б. Уникальный памятник – мозаичное панно «Периодическая таблица элементов Д. И. Менделеева», открытый по инициативе метрологов // Стандартные образцы. 2019. Т. 15. № 4. С. 5–12. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-4-5-12

For citation:

Ginak E. B. Unique monument – mosaic panel «D. I. Mendeleev periodic table of elements», opened on the initiative of metrologists. Reference materials. 2019; 15(4): 5–12. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-4-5-12 (In Russ.).

Ключевые слова: Международный год Периодической таблицы химических элементов, Д. И. Менделеев, ВНИИМ им. Д. И. Менделеева, мемориальный Менделеевский комплекс, Метрологический музей, памятник, мозаичное панно

DOI: 10.20915/2077-1177-2019-15-4-5-12

UNIQUE MONUMENT – MOSAIC PANEL «D. I. MENDELEEV PERIODIC TABLE OF ELEMENTS», OPENED ON THE INITIATIVE OF METROLOGISTS

E. B. Ginak

All-Russian Scientific Research Institute for Metrology named after D. I. Mendeleev (VNIIM),
Saint Petersburg, Russia
e-mail: ginak@vniim.ru

Received – 10 November, 2019.

Accepted for publication – 20 November, 2019.

This article is timed to coincide with the end of the celebration of the International Year of the Periodic Table of Chemical Elements, declared by the UN and UNESCO in connection with the 150th anniversary of the discovery by D. I. Mendeleev of the Periodic Law of Chemical Elements. The article highlights metrological activity of the great Russian scientist and encyclopedist and tells about how in the scientific metrological centre, he created – the Main Chamber of Weights and Measures, now D. I. Mendeleev VNIIM (VNIIM), the memory of the life and activities of the first administrator of the Main Chamber of Weights and Measures Weights has been preserved for more than a hundred years. Based on research, carried out in the archives of St. Petersburg and the funds of Metrological Museum, the article for the first time details the history of the formation of the Mendeleev memorial complex on the territory of VNIIM. The contribution of the institute metrologists to the creation of such famous sights of St. Petersburg as the monument to D. I. Mendeleev (the work of the sculptor I. Ya. Ginzburg, 1932) and the mosaic panel « D. I. Mendeleev Periodic system of elements »(1935) on the occasion of the 100th anniversary of the scientist is shown. All peripetias, related to the installation of the monument table are described: selection of options for the arrangement of elements, decoration, manufacturer and manufacturing techniques, coordination with various organizations, solving financing issues.

Keywords: International Year of the Periodic Table of Chemical Elements, D. I. Mendeleev, D. I. Mendeleev VNIIM, Mendeleev memorial complex, Metrological museum, monument, mosaic panel



«Поручили мне дело упорядочения мер и весов в России, чем я занят с тех пор с увлечением, так как тут чистая наука тесно переплеталась с практической»

Д. И. Менделеев

Д. И. Менделеев – первый управляющий Главной палатой мер и весов (1893–1907 гг.), автор и основной исполнитель метрологической реформы в России. Фото 1904 г.

2019 г. знаменателен двумя памяtnыми датами, связанными с именем великого русского учёного-энциклопедиста Д. И. Менделеева: 8 февраля исполнилось 185 лет со дня рождения учёного, а 17 февраля – 150 лет открытому им Периодическому закону химических элементов. В честь этих событий 2019 г. был провозглашен Генеральной ассамблеей ООН и Юнеско Международным годом Периодической таблицы химических элементов. Торжественная церемония закрытия Международного года состоится 5 декабря 2019 г. в Японии.

В России важная часть юбилейных мероприятий прошла в Санкт-Петербурге – городе, который сыграл особую роль в жизни и деятельности Д. И. Менделеева. Здесь он получил образование в Главном педагогическом институте (1855), открыл свой знаменитый Периодический закон химических элементов (1869), около 40 лет преподавал в крупнейших высших учебных заведениях города – Институте инженеров путей сообщения, Технологическом институте, Петербургском университете и др. (1861–1890), основал научный метрологический центр страны – Главную палату мер и весов – был ее управляющим (1892–1907). В настоящее время это Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева (ВНИИМ), известный всему миру «D. I. Mendeleev Institute for

metrology». Имя ученого было присвоено институту в 1945 г. Память об основоположнике научной метрологии свято сохраняется во ВНИИМ вот уже второе столетие [1].

ВНИИМ им. Д. И. Менделеева активно участвовал в организации и проведении основных Менделеевских мероприятий, в том числе в международной конференции «Менделеев 150» и в XXI Менделеевском съезде по общей и прикладной химии. В ходе визитов во ВНИИМ российские и зарубежные гости были ознакомлены с деятельностью института и уникальным Менделеевским историко-архитектурным комплексом, расположенном на его территории: старинные здания, где жил и работал Д. И. Менделеев, скульптурные и живописные портреты ученого, Метрологический музей. Особый интерес вызывал памятник – мозаичное панно «Периодическая таблица элементов Д. И. Менделеева», открытый по инициативе метрологов в 1935 г. на стене здания, примыкающего к ВНИИМ. (В те годы здание принадлежало Артиллерийской школе, ныне – Суворовскому военному училищу). История создания панно и ряда других памятников Д. И. Менделееву на территории ВНИИМ связана с празднованием 100-летия со дня рождения ученого в 1934 г.

Еще в 1925 г. с целью сохранения памяти о Д. И. Менделееве и его деятельности ученики и со-



Сотрудники Главной палаты мер и весов – «менделеевцы» в первой экспозиции музея. Фото 1934 г.

ратники ученого основали в Главной палате мер и весов Менделеевский кружок. В его состав входили: президент Главной палаты мер и весов (ГПМВ) – Д. П. Коновалов (председатель), М. Н. Младенцев, А. Н. Доброхотов, И. И. Кузнецов, В. А. Мюллер, А. В. Скворцов, а также сын ученого И. Д. Менделеев. Они сформировали Менделеевский фонд музея ГПМВ, который был открыт для посетителей 16 декабря 1928 г. в день ежегодного торжественного собрания сотрудников. В первой экспозиции, размещенной в служебном кабинете ученого, был отражен не только вклад Д. И. Менделеева в развитие метрологии, но и основные этапы его жизни и деятельности [2].

Подготовка к празднованию столетия со дня рождения Д. И. Менделеева в ГПМВ началась в 1930 г. Была создана всесоюзная «комиссия» (комитет) по организации «чествования» в составе: директор ВИМС (б. ГПМВ, ныне ВНИИМ им. Д. И. Менделеева) академик М. А. Шателен, начальники Республиканских палат мер и весов: Ф. П. Шарабурин (РСФСР), В. П. Мазуренко (УССР), А. Е. Карамов (ЗСФСР), Н. С. Смарикина (БССР), также заведующий Менделеевским музеем (б. ученый секретарь ГПМВ) М. Н. Младенцев.

6 мая 1930 г. комиссия заслушала доклад М. А. Шателена о важнейших мероприятиях, планируемых метрологами к этой дате.

Основным предложением было «поставить бронзовый памятник ученому в садике ГПМВ, перед домом, в котором жил Д. И. Менделеев». Предварительно были проведены переговоры со скульптором И. Я. Гинцбургом, который «согласился пожертвовать свою прекрасную работу – статую сидящего в кресле Д. И. Менделеева совершенно безвозмездно», а также предложил бесплатно руководить работой по установке и отливке памятника. По мнению близко знавших и работающих вместе с Д. И. Менделеевым, а также сына и вдовы, «статуя обладает большим сходством с Менделеевым». Среди предложений также были: издание трудов, выпуск фильма и книги о метрологической деятельности Д. И. Менделеева, заказ (издание) портрета и др. [3]. Комиссия постановила принять все предложения М. А. Шателена [4]. Предложения были одобрены решением Девятой Всесоюзной конференции деятелей поверочного дела и направлены 9 декабря 1930 г. Председателю комитета по стандартизации при СТО. Результат – постановление Президиума Всесоюзного Комитета по стандартизации при СТО от 20 декабря 1930 г. о разрешении установки памятника Д. И. Менделееву и об отпуске средств на изготовление [5].

Академик И. Я. Гинцбург, знавший Д. И. Менделеева при жизни, выполнил свои обещания: безвозмездно изготовил, предоставил модель памятника, руководил отливкой и установкой. Выделенные средства были потрачены на приобретение материалов – гранита и бронзы.

Таким образом, памятник Д. И. Менделееву был выполнен в сравнительно короткий срок. Его открытие приурочили к 25-й годовщине со дня смерти ученого – 2 февраля 1932 г. Памятник расположен в сквере ГПМВ, на месте беседки, где любил отдыхать ученый, когда жил в «Красном доме». Д. И. Менделеев изображен сидящим в кресле с раскрытой книгой в руках, вокруг фолианты, свитки, книги, на одной из них надпись: «Временник Главной палаты мер и весов» – это первый метрологический журнал, который стал издаваться в России по инициативе и под руководством Д. И. Менделеева. На церемонии открытия памятника академик М. А. Шателен сказал: *«Я надеюсь, что этот памятник – предтеча. Вероятно, весь Союз к 100-летию Менделеева поставит ему достойный памятник. Но и этот небольшой, можно сказать домашний памятник, он для нас будет местом пилигримства, если можно так выразиться. Менделеев – это отец и основатель нашей метрологии. Если мы теперь пользуемся широкими достижениями метрологии, если мы можем сказать, что наш институт ВИМС является одним из главенствующих учреждений этого рода в мировом масштабе, то этим мы, несомненно, обязаны Дмитрию Ивановичу...»* [6]. (Высота фигуры – 1,8 м, постамента из красного неполированного гранита – 1 м. Бронза, гранит. Памятник находится под охраной государства и Постановлением Правительства Российской Федерации от 10 июля 2001 г. № 527 включен в Перечень объектов исторического и культурного наследия федерального значения). Находится на музейном учете СПб ГБУК «Государственный городской музей скульптуры» (с 1993 г.) и включен в Музейный фонд Российской Федерации (охранное обязательство от 18 сентября 2019 г., распоряжение КГИОП № 07–19–439/18).

22 сентября 1933 г. для подготовки к 100-летию со дня рождения Д. И. Менделеева в ВИМС был создан оргкомитет для «торжественного чествования памяти Д. И. Менделеева», в который вошли ученые института: академик А. А. Байков (председатель), А. Н. Доброхотов, С. З. Снарский (директор), проф. Л. В. Залуцкий, М. Ф. Маликов, В. Е. Мурашкинский, А. Т. Горбов, И. Д. Менделеев (сын), М. Н. Младенцев (ученый секретарь).

На оргкомитет возлагались такие обязанности: разработка и утверждение перечня мероприятий, посвященных юбилею ученого и увековечиванию его памяти, контроль за их выполнением; составление сметы расходов; поддержание связи с другими научными учреждениями, которые выразят желание принять участие в памятных событиях [7]. Среди поступивших предложений были: переименование Международного проспекта в проспект имени Менделеева, проведение конференций, циклов лекций, переиздание трудов Д. И. Менделеева, восстановление усадьбы Д. И. Менделеева в с. Боблово, а также установка таблицы «Периодическая система элементов Д. И. Менделеева» на стене здания Артиллерийской школы (ныне Суворовское военное училище), примыкающего к ВНИИМ, и др.

Вопросы «таблицы» рассматривались на всех заседаниях оргкомитета в 1933–1934 гг.: финансирование, выбор исполнителя, художественное оформление и техника изготовления, получение соответствующих разрешений.

Переговоры велись с заводом М. В. Ломоносова, Керамическим институтом и Академией художеств. Первоначально планировали заказать изготовление таблицы из керамических плиток в художественной лаборатории завода им. М. В. Ломоносова, однако в ходе переговоров, проводимых А. К. Колосовым, выяснилось, что они смогут сделать таблицу только к весне 1934 г. (т. е. к юбилею, к 8 февраля – не успеют). Однако самым сложным стал вопрос о том, какую таблицу взять за основу.

27 декабря 1933 г. члены оргкомитета обсудили предложение А. И. Горбова и М. Н. Младенцева, которым было поручено представить проект таблицы. Они высказались за изображение таблицы в том виде, в каком она была напечатана в 8-м издании «Основ химии» Д. И. Менделеева [8]. Другие члены оргкомитета, среди которых был Иван Дмитриевич Менделеев, полагали, что «таблица будет служить одновременно и памятником, и учебным руководством, ввиду чего представлялось бы неудобным изображать в 1934 г. таблицу в том виде, какой она имела в 1906 г., т. к. за этот период времени произошли большие изменения» [9].



Открытие памятника Д. И. Менделееву в сквере Главной палаты мер и весов. Фото 2 февраля 1932 г.

Периодическая система элементов по группам и рядам.

Ряд.	ГРУППЫ ЭЛЕМЕНТОВ:							
	0	I	II	III	IV	V	VI	VII
1	—	Водо- родъ H 1,008	—	—	—	—	—	—
2	Гелий. He 4,0	Литий. Li 7,03	Берил- лий. Be 9,1	Боръ. B 11,0	Угле- родъ. C 12,0	Азотъ. N 14,01	Кисло- родъ. O 16,00	Фторъ. F 19,0
3	Неонъ. Ne 19,9	Натрий. Na 23,05	Маг- ний. Mg 24,36	Алю- миний. Al 27,1	Крем- ний. Si 28,2	Фос- форъ. P 31,0	Сера. S 32,06	Хлоръ. Cl 35,45
4	Аргонъ. Ar 38	Каль- ций. Ca 39,15	Каль- ций. Ca 40,1	Сканди- й. Sc 44,1	Титанъ. Ti 48,1	Вана- дий. V 51,2	Хромъ. Cr 52,1	Марганецъ. Mn 55,0
5	—	Медь. Cu 63,6	Цинкъ. Zn 65,4	Гала- ний. Ga 70,0	Германий. Ge 72,5	Мышьяк. As 75	Селенъ. Se 79,2	Бромъ. Br 79,95
6	Крипто- нъ. Kr 81,8	Рубидий. Rb 85,5	Строн- ций. Sr 87,6	Иттрий. Y 89,0	Цирко- ний. Zr 90,6	Ниб- бий. Nb 94,0	Молиб- денъ. Mo 96,0	Руте- ний. Ru 101,7
7	—	Сере- бро. Ag 107,93	Кад- мий. Cd 112,4	Индий. In 115,0	Оло- во. Sn 119,0	Сурь- ма. Sb 120,2	Тел- луръ. Te 127	Йодъ. I 127
8	Ксе- нонъ. Xe 128	Цези- й. Cs 132,9	Барий. Ba 137,4	Лан- танъ. La 138,9	Церий. Ce 140,2	—	—	—
9	—	—	—	—	—	—	—	—
10	—	—	—	Иттер- бий. Yb 173	—	Тан- танъ. Ta 183	Вольф- рамъ. W 184	Ос- мий. Os 191
11	—	Зо- лото. Au 197,2	Ртуть. Hg 200,0	Талий. Tl 204,1	Свин- цъ. Pb 206,9	Вис- мутъ. Bi 208,5	—	Ири- дий. Ir 193
12	—	—	Радий. Ra 225	—	Торий. Th 232,5	—	Уранъ. U 238,5	Плати- на. Pt 194,8

Высшіе солеобразные окислы:
R R⁰ RO R²O³ RO³ R²O⁵ RO³ R²O⁷ RO⁴

Высшія газообразныя водородныя соединенія:
RH⁴ RH³ RH² RH

Д. И. Менделѣевъ.
1869—1906.

Периодическая система элементов Д. И. Менделеева, опубликованная в 8-м издании «Основ химии»¹.

В процессе обсуждения к окончательному мнению не пришли и предложили поручить директору ВИМС С. З. Снарскому созвать специальное совещание для рассмотрения проекта таблицы с приглашением академиков Н. С. Курнакова, А. Б. Фаворского, В. Е. Тищенко, В. Я. Курбатова, С. П. Вуколова, И. Я. Гинцбурга, представителей Управления благоустройства Ленсовета и общественных организаций ВИМС [10]. Таким образом, к началу января 1934 г. два основных вопроса, а именно: какую таблицу изображать, и кто ее изготовит, оставались не решенными.

15 января 1934 г. состоялось расширенное заседание оргкомитета, посвященное обсуждению проекта таблицы в связи с возникшими разногласиями. После всестороннего обсуждения был выбран вариант периодической системы элементов, предложенный И. Д. Менделеевым. За основу решено взять таблицу, напечатанную в 8-м издании «Основ химии», дополнив

¹ Менделеев Д. И. Основы химии. 8-е издание. С.-Петербург. Издательство Фроловой М. П., 1906.

ПЕРИОДИЧЕСКАЯ СИСТЕМА ЭЛЕМЕНТОВ
Д. И. МЕНДЕЛЕЕВА

	0	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII
1	H								
2	He	Li	Be	B	C	N	O	F	
3	Ne	Na	Mg	Al	Si	P	S	Cl	
4	Ar	K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe Co Ni
5		Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	
6	Kr	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo		Ru Rh Pd
7		Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	J	
8	Xe	Cs	Ba	La	Ce	Pr	Nd	Sm	
9									
10									
11									
12	Rn								

R R⁰ RO R²O³ RO³ R²O⁵ RO³ R²O⁷ RO⁴

RH⁴ RH³ RH² RH

Мозаичное панно «Периодическая система элементов Д. И. Менделеева», открытое 10 ноября 1935 г.

ее элементами, открытыми с 1906 г. по 1934 г. В резолюции Протокола № 11 сказано:

— признать, что все дополнения в таблице, внесенные после смерти Д. И. Менделеева должны быть обозначены знаками другого цвета;

— признать желательным помещение в таблице атомных весов, если к тому не встретится серьезных препятствий как с технической, так и с художественной стороны;

— просить архитектора ВИМС изготовить по указаниям А. К. Колосова и И. Д. Менделеева чертеж одного или нескольких знаков таблицы в натуральную величину, в двух вариантах: с обозначением одних элементов и с обозначением элементов и их атомных весов [11].

В январе 1934 г. от имени директора ВИМС С. З. Снарского были направлены письма с просьбой разрешить установку таблицы на стене здания Артиллерийского училища начальнику училища и в Управление благоустройства Ленсовета и полу-

чены соответствующие разрешения [12]. Однако вопрос с выбором исполнителя оставался открытым. Рассматривался даже вариант изготовления временной таблицы масляными красками, но от него отказались из-за климатических условий.

И только 5 июня 1934 г. был заключен договор между ВИМС, в лице директора С. З. Снарского, и Всероссийской академией художеств, в лице заведующего работами мозаичного отделения ВАХ Владимира Александровича Фролова, об изготовлении таблицы. В договоре сказано, что «Институт поручает, а Академия принимает на себя исполнение нешлифованной мозаикой (буквы и цифры) на цементном, с примесью мраморной крошки и насечкой под камень фоне и с таким же обрамлением «памятной доски профессору Д. И. Менделееву» для помещения ее на торцевой стене соседнего со зданием Института дома». Памятная доска изготавливается Академией из ее материалов, необходимый для работ портландский цемент в количестве 12 бочек предоставляется Институтом, сдается работа в виде отдельных законченных, но без насечки, железобетонных лещадей в два этапа, доставка готовых частей производится Академией за ее счет. Вся работа по установке доски производится Академией, а Институт сооружает необходимые для этого леса и подмости, предоставляет 2 чернорабочих и цементный раствор для закрепления лещадей на стене. За работу Институт уплачивает Академии 21 000 рублей. Срок исполнения – 15 октября 1934 г. [13]. Все части «памятной доски», так они называли таблицу первоначально, были выполнены и сданы 16 октября 1934 г., о чем подписан Акт сдачи-приемки [14]. Архитектурное оформление всей стены разработал архитектор Д. Л. Кричевский. Открытие мозаичного панно «Периодическая система элементов Д. И. Менделеева» состоялось 10 ноября 1935 г. (Высота памятника-таблицы – 9 м, общая площадь 69 кв. м).

В 1983 г. при подготовке к празднованию 150-летия со дня рождения Д. И. Менделеева, ВНИИМ поднимал вопрос о необходимости реставрации мозаичного панно. Поступали предложения о внесении изменений в таблицу: дополнении ее элементами, открытыми после 1934 г. Для решения этого вопроса ВНИИМ обратился в авторитетную комиссию с просьбой, проверить соответствие символов и структуры таблицы. В результате пришли к выводу, что работы должны быть сделаны в полном соответствии с протоколом № 11 от 15 января 1934 г. Единственное, что планировали снять – более поздние надписи, справа

и слева от таблицы, как несоответствующие первоначальному замыслу: «Наука начинается с тех пор, как начинают измерять» и «Посев научный взойдет для жатвы народной». Кстати, установить, когда были нанесены эти надписи, пока не удалось.

В 2013–2017 гг. проводилась комплексная реконструкция и реставрация зданий военного училища. ВНИИМ направил письмо в КГИОП с просьбой предусмотреть сохранение и реставрацию уникального мозаичного памятника на стене. Реставраторам были предоставлены сведения из архива Метрологического музея по истории создания и особенностях устройства панно. Они провели необходимые реставрационные работы: очистку, отмывку, укрепление и т. д. На сегодняшний день вносить какие-либо изменения или добавления в памятник-таблицу не планируется.



Благодарности:

Автор выражает благодарность главному хранителю фондов Метрологического музея Тарасовой Елене Владимировне за большую научную и поисковую работу, проведенную в архивах Санкт-Петербурга, и помощь в подготовке статьи.

ЛИТЕРАТУРА

1. Александров В. С., Гинак Е. Б. Участие ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» в праздничных мероприятиях, посвященных 175-летию со дня рождения Д. И. Менделеева // Измерительная техника. 2009. № 6. С. 70–72.
2. Гинак Е. Б. Метрологический музей: история создания, коллекции, выставки, проекты // Мир измерений. 2017. № 2. С. 58–63.
3. Архив Метрологического музея. Описание 2. Дело 64. Листы 11, 11 об.
4. Архив Метрологического музея. Описание 2. Дело 64. Лист 12.
5. Архив Метрологического музея. Описание 2. Дело 64. Лист 1.
6. 100 лет со дня смерти великого русского ученого Д. И. Менделеева // ФГУП Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д. И. Менделеева [сайт]. URL: www.vniim.ru/news_107.html
7. Архив Метрологического музея. Описание 2. Дело 54. Лист 200.
8. Архив Метрологического музея. Описание 2. Дело 54. Лист 57об.
9. Архив Метрологического музея. Описание 2. Дело 54. Лист 54.
10. Архив Метрологического музея. Описание 2. Дело 54. Лист 56.
11. Архив Метрологического музея. Описание 2. Дело 54. Лист 54–54 об.
12. Архив Метрологического музея. Описание 2. Дело 54. Лист 183–183 об.
13. Архив Российской Академии художеств. Фонд 7. Описание 2. Дело 245. Лист 14–14об.
14. Архив Российской Академии художеств. Фонд 7. Описание 2. Дело 245. Лист 22.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Гинак Елена Борисовна – канд. истор. наук, заведующая Метрологическим музеем, доцент кафедры «Теоретическая и прикладная метрология» ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Московский пр., д. 19
e-mail: ginak@vniim.ru

REFERENCE

1. Alexandrov V. S., Ginak E. B. The participation of VNIIM in celebrations dedicated to the 175th anniversary of the birth of D. I. Mendeleev. *Measurement Techniques*. 2009;6:70–72. (In Russ.)
2. Ginak Ye. B. Metrological Museum: the history of creation, collections, exhibitions, projects. *World of Measurements*. 2017;2:58–63. (In Russ.)
3. Archive of the Metrological Museum. Inventory 2. Case 64. Sheets 11, 11ob.
4. Archive of the Metrological Museum. Inventory 2. Case 64. Sheets 12.
5. Archive of the Metrological Museum. Inventory 2. Case 64. Sheet 1.
6. 100 years since the death of the great Russian scientist D. I. Mendeleev. Available at: www.vniim.ru/news_107.html
7. Archive of the Metrological Museum. Inventory 2. Case 54. Sheet 200.
8. Archive of the Metrological Museum. Inventory 2. Case 54. Sheet 57ob.
9. Archive of the Metrological Museum. Inventory 2. Case 54. Sheet 54.
10. Archive of the Metrological Museum. Inventory 2. Case 54. Sheet 56.
11. Archive of the Metrological Museum. Inventory 2. Case 54. Sheet 54–54ob.
12. Archive of the Metrological Museum. Inventory 2. Case 54. Sheet 183–183ob.
13. Archive of the Russian Academy of Arts. Fund 7. Inventory 2. Case 245. Sheet 14–14ob.
14. Archive of the Russian Academy of Arts. Fund 7. Inventory 2. Case 245. Sheet 22.

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Elena B. Ginak – Ph. D. (History), Head of the Metrological Museum, Associate Professor of the Department of Theoretical and Applied Metrology All-Russian Scientific Research Institute for Metrology named after D. I. Mendeleev (VNIIM). 19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russian Federation
e-mail: ginak@vniim.ru

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

DOI: 10.20915/2077-1177-2019-15-4-13-24

УДК 006.9:53.089.68:661.862.22

РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ПОРИСТОСТИ НА ОСНОВЕ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ ДЛЯ МЕТОДА РТУТНОЙ ПОРОМЕТРИИ

© Е. П. Собина

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»),
г. Екатеринбург, Российская Федерация
Researcher ID: B-8577-2019,
e-mail: 251@uniim.ru

Поступила в редакцию – 01 июня 2019 г., после доработки – 31 мая 2019 г.

Принята к публикации – 3 июня 2019 г

Представлены результаты исследований по разработке стандартных образцов пористости на основе оксида алюминия для контроля точности результатов измерений, полученных методом ртутной порометрии. Стандартные образцы для метода ртутной порометрии в Российской Федерации разрабатываются впервые и в основном предназначены для поверки / калибровки и испытаний в целях утверждения типа порозиметров ртутных. Исследование метрологических характеристик проводилось с применением эталонной установки, которую планируется включить в состав ГЭТ 210-2014 Государственного первичного эталона единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов, калиброванной перед проведением исследований с применением внешних эталонных датчиков давления 2-го разряда на 0,6 МПа и 400 МПа, а также весов лабораторных I (специального) класса точности с наибольшим пределом взвешивания 220 г. В процессе проведенных исследований были разработаны методики воспроизведения и оценивания неопределенности характеристик пористости оксида алюминия методом ртутной порометрии. При оценивании метрологических характеристик стандартных образцов были проведены оценки стандартной неопределенности, связанные с характеризацией и неоднородностью исследуемых материалов – кандидатов в стандартные образцы. Стандартной неопределенностью от нестабильности пренебрегли ввиду высокой стабильности матрицы оксида алюминия. По результатам проведенных исследований разработано четыре типа стандартных образцов пористости на основе оксида алюминия, которые имеют размер пор порядка ~10 нм; ~2000 нм; ~9000 нм; ~60000 нм. Первые два стандартных образца с размерами пор порядка ~10 нм; ~2000 нм предполагается применять для контроля точности порозиметр ртутных, работающих на высоком давлении и последние два стандартных образца с размерами пор порядка ~9000 нм; ~60000 нм для контроля точности порозиметр ртутных, работающих на низком давлении. Разработанные стандартные образцы отличаются от зарубежных аналогов, которые выпускаются метрологическими институтами BAM (Германия) и NIST (США) тем, что стандартная неопределенность от характеризации оценивалась не методом межлабораторного

Ссылка при цитировании:

Собина Е. П. Разработка стандартных образцов пористости на основе оксида алюминия для метода ртутной порометрии // Стандартные образцы. 2019. Т. 15. № 4. С. 13–24. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-4-13-24.

For citation:

Shobina E. P. Development of alumina-based porosity reference materials for the mercury porosimetry method. Reference materials. 2019; 15(4): 13–24. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-4-13-24 (In Russ.).

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

эксперимента, а с применением полного анализа уравнений связи и учета всех входящих в уравнения источников неопределенности на основе Руководства по выражению неопределенности. Проведенные исследования позволили на данном этапе обеспечить прослеживаемость аттестованных значений стандартных образцов до ГЭТ 3–2008 Государственного первичного эталона единицы массы (килограмма), ГЭТ 101-2011 Государственного первичного эталона единицы давления для области абсолютного давления в диапазоне $1 \times 10^{-1} \div 7 \times 10^5$ Па, ГЭТ 43–2013 Государственного первичного эталона единицы давления в диапазоне 10–1600 МПа и эффективной площади пориновых пар грузопориновых манометров в диапазоне 0,05–1 см². Кроме того, удалось охарактеризовать стандартный образец с большим размером пор $\sim 60\,000$ нм, который в настоящее время не имеет аналогов в мире.

Ключевые слова: ртутная порометрия, порозиметр, стандартный образец, метрологическая прослеживаемость, размер пор, удельный объем пор, государственный первичный эталон

DOI: 10.20915/2077-1177-2019-15-4-13-24

DEVELOPMENT OF ALUMINA-BASED POROSITY REFERENCE MATERIALS FOR THE MERCURY POROSIMETRY METHOD

© Egor P. Sobina

Ural Scientific Research Institute for Metrology (UNIIM),
Ekaterinburg, Russian Federation
Researcher ID: B-8577-2019,

e-mail: 251@uniim.ru

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

This paper presents the results of a study on the development of alumina-based porosity reference materials (RMs), which are intended for controlling the accuracy of the measurement results obtained using the mercury porosimetry method. These mercury porosimetry RMs are being developed in the Russian Federation for the first time and are primarily intended for verification / calibration and testing for type approval of mercury porosimeters. The study of metrological characteristics was conducted using a reference system, which is to be included in the GET 210-2014 State Primary Measurement Standard for units of specific gas adsorption, specific surface area, specific volume and pore size of solid substances and materials. This reference system was calibrated prior to conducting the study with the use of external reference pressure sensors of the 2nd order at 0.6 MPa and 400 MPa, as well as a laboratory balance (special accuracy class I) having a maximum weighing limit of 220 g. In the course of conducted research work, procedures for reproducing and estimating the uncertainty of porosity characteristics using the mercury porosimetry method were developed. When estimating the RM metrological characteristics, the standard uncertainty, associated with the characterisation and heterogeneity of the studied materials (RM candidates), was evaluated. The standard uncertainty due to instability was disregarded due to the high stability of the alumina matrix. According to the results of the conducted studies, four types of alumina-based porosity RM were developed. Their pore sizes are of about ~ 10 nm; $\sim 2,000$ nm; $\sim 9,000$ nm; $\sim 60,000$ nm. The RMs with pore sizes of ~ 10 nm; $\sim 2,000$ nm were intended for use in controlling the accuracy of mercury porosimeters operating at high pressures, while the RMs with pore sizes of $\sim 9,000$ nm; $\sim 60,000$ nm were for controlling the accuracy of mercury porosimeters operating at low pressures. The developed RMs are different from their foreign counterparts, which are produced by BAM (Germany) and NIST (USA) metrological institutes. The standard uncertainty due to characterisation of the RMs in question was estimated, not by the method of interlaboratory experiment, but by a full analysis of the constraint equations taking into account all sources of uncertainty included in the equations on the basis of the Guide to the Expression of Uncertainty in

Measurement. The conducted studies allowed the RM certified values to be traceable at this stage to the GET 3–2008 State Primary Measurement Standard for the mass unit (kilogram), the GET 101-2011 State Primary Measurement Standard for the pressure unit in the field of absolute pressure in the range $1 \times 10^{-1} - 7 \times 10^5$ Pa, the GET 43–2013 State Primary Measurement Standard for the pressure unit in the range 10–1600 MPa and the effective area of the piston-cylinder unit of dead weight testers in the range $0.05 - 1$ cm². In addition, a reference material having a large pore size of $\sim 60,000$ nm, which currently has no analogues elsewhere in the world, was characterised.

Keywords: mercury porosimetry, porosimeter, reference material, metrological traceability, pore size, specific pore volume, state primary measurement standard

Введение и обзор литературы

Создание новых пористых материалов, качество которых необходимо контролировать, обуславливает появление широкого парка средств измерений характеристик пористости. В частности, размер пор существенно влияет на работоспособность керамических фильтрующих элементов, предназначенных для разделения, концентрирования и очистки различных жидких смесей от дисперсных компонентов, а также для разделения газовых смесей и их очистки от различных дисперсий. Одним из наиболее высокоточных методов измерений размера пор в диапазоне от 100 нм до 0,9 мм является метод ртутной порометрии [1–3]. Метод отличается большой универсальностью, так как позволяет получать сведения о пористой структуре в широком интервале размеров пор, а его расчетные уравнения отличаются простотой [1–3]. Возможно также использовать этот метод для измерений удельной поверхности дисперсных тел при условиях, когда порошок обладает сравнительно низкой поверхностной энергией и ртуть не смачивает поверхность его частиц, когда в них отсутствуют тупиковые поры и давление в порозиметре обеспечивает проникновение ртути в наименьшие микропоры образца [3]. Объектами применения ртутной порометрии являются горные породы и руды, пигменты, углерод и графит, катализаторы и минералы, стекло, пленки, адсорбенты, удобрения, каменный уголь, фильтры, наполнители, ткани и волокна, прокладки батарей, волокнистые пластины, огнеупорные материалы, бумага, ядерное топливо, металлические шлаки и композитные материалы. Ртутные порозиметры определяют общий объем пор и распределение пор по размерам, удельную поверхность, средний диаметр пор, насыпную и истинную плотность. Метод ртутной порометрии основан на том, что ртуть, не смачивающая твердое тело, проникает в его поры лишь при воздействии внешнего давления. Однако в России в настоящее время отсутствуют средства измерений утвержденного типа, основанные на методе ртутной порометрии, а также соответствующие стандартные образцы утвержденного типа. При этом российским предприятиям приходится

для контроля точности результатов измерений ртутных порозиметров использовать зарубежные стандартные образцы фирм-производителей категории RM [4], для которых не проведена оценка неопределенности аттестованного значения и не установлена прослеживаемость измерений или категории CRM – сертифицированных стандартных образцов, которые также являются зарубежными и дорогостоящими. За рубежом выпуск стандартных образцов осуществляют метрологические институты BAM (Германия) [5] и NIST (США) [6]. Метрологический институт BAM (Германия) выпускает 9 стандартных образцов различных пористых материалов: макропористые мембраны, макропористые керамические материалы на основе оксида алюминия, а также пористые стекла в диапазонах: размер пор от 15 нм до 6000 нм с относительной расширенной неопределенностью от 1,3 до 11,7 %, удельный объем пор от 110,9 до 919,7 мм³/г с относительной расширенной неопределенностью от 1,8 до 3,9 % [5], NIST (США) выпускает один стандартный образец экструдированного соединения на основе оксидов кремния и алюминия, имеющий следующие метрологические характеристики: аттестованное значения размер пор 8,847 нм с относительной расширенной неопределенностью 4,1 %, удельный объем пор 0,547 мм³/г с относительной расширенной неопределенностью 3,3 % [6].

В связи с этим данная работа посвящена разработке стандартных образцов пористости на основе оксида алюминия для метода ртутной порометрии.

Материалы и методы

В качестве исходных материалов для создания стандартных образцов выбраны следующие материалы:

- 3 различных типа керамических фильтрующих элементов, выпускаемых по ТУ 3614-001-18985634-2006, которые представляют собой макропористые мембраны на основе оксида алюминия;

- гранулированный оксид алюминия, выпускаемый по ТУ 2163-015-94262278-2009.

Размер пор данных материалов варьируется в широком диапазоне от 10 нм до 60 000 нм. Исследования

метрологических характеристик материалов-кандидатов в стандартные образцы проводятся на эталонной установке, реализующей метод ртутной порометрии, которую планируется включить в состав ГЭТ 210-2014 Государственного первичного эталона единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов [7] в конце 2019 г., она включает следующее оборудование: ртутный порозиметр (Pascal 140 EVO и Pascal 440 EVO), обеспечивающий диапазон измерений размера пор от 3,6 до $9 \cdot 10^5$ нм (по результатам калибровки установлено, что обеспечиваются диапазоны измерений абсолютного давления от 0,1 до 400 кПа и от 0,1 до 400 МПа, расширенная неопределенность измерений давления $\pm 0,1\%$ и $\pm 0,2\%$ соответственно; диапазоны измерений объема ртути от 5 до 500 мм³ и от 20 до 2000 мм³ в зависимости от модели применяемого дилатометра, расширенная неопределенность, приведенная к верхнему значению диапазона измерений $\pm 1,0\%$); комплект для очистки ртути; комплект для калибровки объема вдавленной ртути; комплект дилатометров для возможности измерений компактных и сыпучих материалов; персональный компьютер с специализированным программным обеспечением; весы лабораторные GX-600 I (специального) класса точности; пикнометр газовый Русноматик АТС с возможностью поддержания заданной температуры в диапазоне от 18 до 35 °С и диапазоном измерений плотности твердых веществ и материалов от 2 до 23 г/см³; калибратор давления с датчиками абсолютного давления с пределами измерений 400 кПа и 400 МПа, пределы допускаемой приведенной погрешности абсолютного давления $\pm 0,025\%$ и $\pm 0,1\%$ соответственно; комплекс универсальный ртутеметрический УКР-1МЦ для измерения паров ртути в окружающем воздухе.

Метод ртутной порометрии основан на том, что ртуть, не смачивающая твердое тело, проникает в его поры лишь при воздействии внешнего давления. Поведение жидкости в пористых материалах зависит от ее взаимодействия с твердым телом, то есть от действия поверхностных сил. Это взаимодействие характеризуется краевым углом (контактным углом смачивания) θ . Если $\theta < 90^\circ$, жидкость по отношению к данному твердому телу называется смачивающей, если $\theta > 90^\circ$ – несмачивающей. Мениск смачивающей жидкости в капиллярах имеет вогнутую форму, жидкость под мениском находится под отрицательным давлением, величина которого выражается высотой ее подъема в капилляре. Мениск несмачивающей жидкости, наоборот, имеет выпуклую форму, жидкость под

ним находится под положительным давлением, мерой которого является опускание жидкости в капилляре.

Для того чтобы ртуть вошла в цилиндрический капилляр или щелевидную пору и ее уровень сравнялся с уровнем плоской поверхности жидкости, необходимо приложить определенное давление. Зависимость давления, необходимого для введения несмачивающей жидкости в капилляр, от его радиуса или от полуширины щели, от природы жидкости (через величину поверхностного натяжения жидкости σ) и природы твердого тела (через величину краевого угла θ) выражается формулой [3]

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

где r_p – радиус цилиндрической поры, м; ΔP – разность давлений в газовой и жидкой фазах, разделенных искривленным мениском, Па.

Результаты исследования

Методика измерений характеристик пористости на применяемом в порозиметре ртутном состоит из нескольких стадий: термотренировка исследуемого образца; анализ бланка на станциях низкого и высокого давления; анализ пробы на станциях низкого и высокого давления. На станции низкого давления вводится ртуть в предварительно вакуумированный сосуд с образцом, последовательно повышается давление. Уровень ртути в сосуде по мере ее проникновения в поры убывает, он измеряется на основе измерений емкости конденсатора, а давление – с помощью датчика давления, в результате описанного эксперимента можно построить график зависимости объема вдавленной ртути от давления.

По предварительным исследованиям были выбраны следующие условия термотренировки образцов: керамические мембраны на основе оксида алюминия перед измерениями высушивали при температуре 105 °С в течение 3 часов, а гранулированный оксид алюминия при температуре 150 °С – в течение 3 часов. После сушки навески анализируемых веществ охлаждали в эксикаторе до комнатной температуры и 5 раз проводили измерения плотности с помощью пикнометра газового Русноматик АТС при температуре измерительной камеры 20,0 °С.

Для анализа бланка проводили следующие операции: измеряли высоту конуса дилатометра штангенциркулем; задавали для дилатометра CD 3/P параметры в программном обеспечении: расстояние между электродами 5 мм, радиус дилатометра 1,5 мм; собирали пустой дилатометр и взвешивали его на весах лабораторных; дилатометр разбирали и притёртые части

тщательно смазывали силиконовой смазкой; собирали дилатометр, осторожно вращая притертые части дилатометра для равномерного распределения силиконовой смазки, снова его взвешивали; на дилатометр помещали электрод и эту конструкцию устанавливали на порт низкого давления Pascal 140, запускали процесс измерения бланка при 6 (оптимальной) скорости увеличения давления до 400 кПа и затем понижения давления до 100 кПа в автоматическом режиме; после проведения измерений и заполнения дилатометра ртутью его снова взвешивали; далее дилатометр помещали на порт высокого давления Pascal 440 и запускали процесс измерения бланка при 6 (оптимальной) скорости увеличения давления до 400 МПа и затем понижения давления до 0,100 МПа в автоматическом режиме.

Для проведения измерений образца проводили операции, аналогичные для бланка, только с помещением в дилатометр исследуемого образца и регистрацией массы образца с помощью весов I (специального) класса точности. Массу навески отбирали таким образом, чтобы обеспечивалось измерение объема ртути свыше половины диапазона измерений объема. Измерения выполняли для образцов с размерами пор ~ 9000 нм; ~ 60000 нм только на станции низкого давления до 400 кПа, а для образцов с размерами пор ~ 10 нм; ~ 2000 нм на станции высокого давления. Типичные результаты определения кривых интрузии и экструзии ртути, а также кривые распределения пор по размерам для исследуемых образцов представлены на рис. 1.

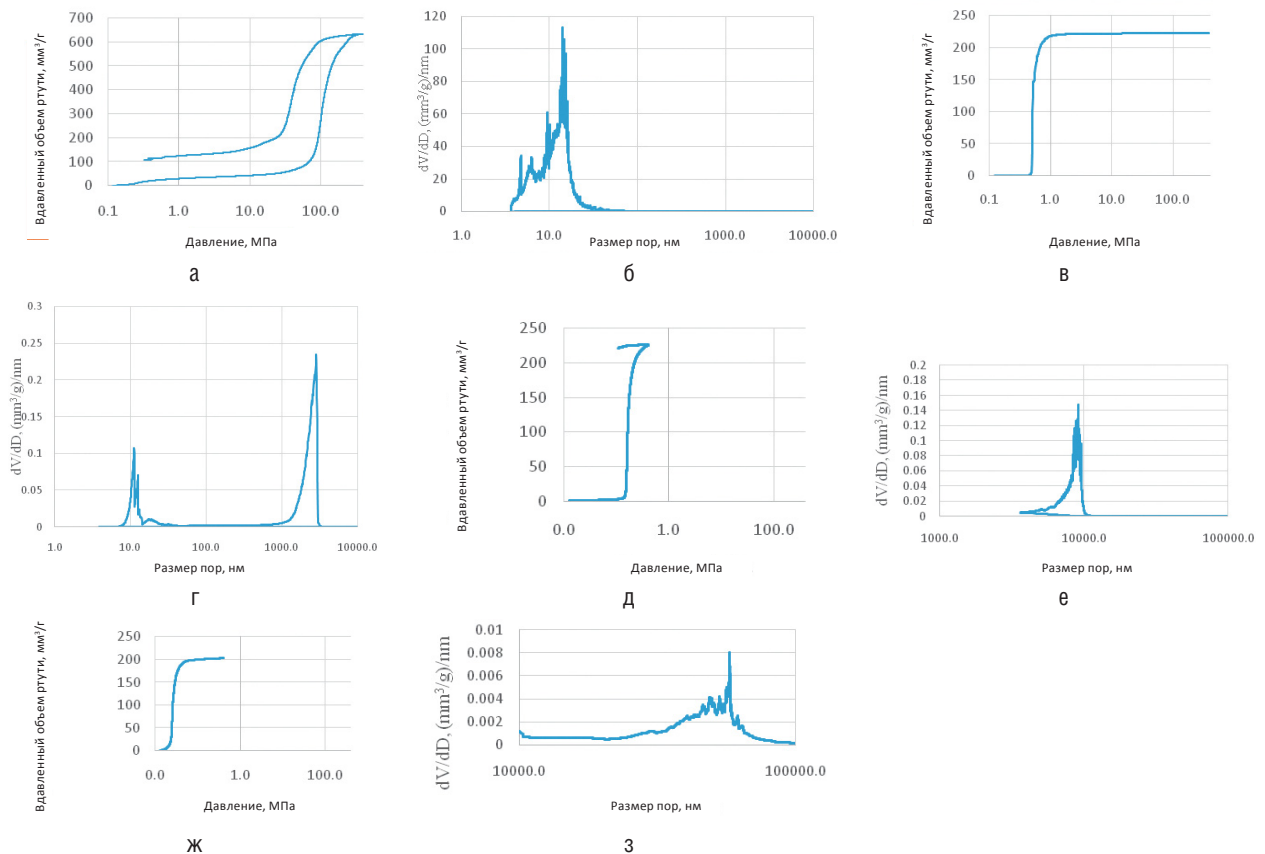


Рис. 1. Зависимость объема вдавленной ртути и соответствующие им кривые распределения пор по размерам:

- а, б – гранулированный оксид алюминия с размерами пор ~ 10 нм;
- в, г – керамическая макропористая мембрана с размерами пор ~ 2000 нм;
- д, е – керамическая макропористая мембрана с размерами пор ~ 9000 нм;
- ж, з – керамическая макропористая мембрана с размерами пор ~ 60000 нм.

Fig. 1. Intruded mercury volume dependencies and corresponding pore size distribution curves:

- a, b granular alumina with pores sizes of ~ 10 nm
- c, d macroporous ceramic membrane with pore sizes of $\sim 2,000$ nm
- e, f macroporous ceramic membrane with pore sizes of $\sim 9,000$ nm
- g, h macroporous ceramic membrane with pore sizes of $\sim 60,000$ nm

Вычисление результатов измерений методом ртутной порометрии и оценка неопределенности измерений, связанная с характеристикой

Алгоритм расчета характеристик пористости с помощью ртутного порозиметра Pascal заключаются в том, что при получении кривой вдавливания (интрузии) и экструзии ртути вводятся дополнительные поправки к показаниям давления и объема. Для оценки гидростатического давления, МПа в начальный момент эксперимента используется уравнение

$$H_2 = \left(H_1 + \frac{V_{fil}}{\pi r_d^2} \right) \cdot 0.00013332, \quad (2)$$

где H_1 – высота (расстояние между основанием соединения внешнего конуса дилатометра и основанием трубки), мм;

V_{fil} – объем ртути в трубке после заполнения дилатометра под вакуумом, мм³;

r_d – радиус дилатометра, мм.

В процессе эксперимента давление начинает увеличиваться, ртуть постепенно вдавливается в материал, благодаря чему ее уровень в капилляре уменьшается на соответствующий измеренный объем вдавленной ртути, гидростатическое давление уменьшается

$$H_i^{cor} = \left(\frac{V_{fil} - V_i}{\pi r_d^2} + H_1 \right) \cdot 0.00013332, \quad (3)$$

где H_1 – высота (расстояние между основанием соединения внешнего конуса дилатометра и основанием трубки), мм;

V – объем ртути, вдавленной в образец в i -й точке кривой вдавливания ртути, мм³;

r_d – радиус дилатометра, мм.

Соответственно, скорректированное давление (P_i^{cor}) имеет вид

$$P_i^{cor} = P_i + \left(\frac{V_{fil} - V_i}{\pi r_d^2} + H_1 \right) \cdot 0.00013332, \quad (4)$$

где P_i – показание давления в i -й точке кривой вдавливания ртути, МПа.

Соответствующая стандартная неопределенность оценивается по уравнению

$$u(P_i^{cor}) = \sqrt{u^2(P_i) + \left(\frac{0,00013332}{\pi r_d^2} \right)^2 (u^2(V_{fil}) + u^2(V_i)) + \left(-\frac{2 \cdot 0,00013332(V_{fil} - V)}{\pi r_d^3} \right)^2 u^2(r_d) + (0,00013332)^2 u^2(H_1)} \quad (5)$$

где $u(P_i)$ – стандартная неопределенность измерения давления в i -й точке кривой вдавливания ртути с помощью встроенных датчиков давления, МПа;

$u(V_{fil})$, $u(V)$ – стандартные неопределенности измерений объема ртутным порозиметром, мм³;

$u(r_d)$ – стандартная неопределенность измерений радиуса дилатометра, которая равна стандартной неопределенности измерений линейных размеров с помощью микроскопа, мм;

$u(H_1)$ – стандартная неопределенность измерений радиуса дилатометра, которая равна стандартной неопределенности измерений линейных размеров с помощью штангенциркуля, мм.

Перед проведением измерений проводится холостой эксперимент (бланк) – измерения пустого дилатометра без пробы. Объемы ртути, которые получены при измерении бланка, потом вычитаются из каждого результата измерения пробы для компенсации эффектов, связанных с нагреванием ртути в процессе эксперимента. В связи с этим корректирующие значения давления с учетом поправки на гидростатическое давление проводится как в бланке, так и при каждом анализе образца. Для вычисления коррекции по объему и его неопределенности рассчитывают коэффициент коррекции по уравнению

$$k = \frac{V_{Hg}^{sample}}{V_{Hg}^{blank}} = \left(\frac{m_3^b - m_2^b}{m_4^s - m_3^s} \right) \cdot \frac{\rho_{Hg}(T_s)}{\rho_{Hg}(T_b)}, \quad (6)$$

где V_{Hg}^{sample} , V_{Hg}^{blank} – объемы ртути при измерении образца и проведении холостого опыта соответственно, см³;

m_1^b – масса дилатометра при измерении бланка, г;

m_2^b – масса дилатометра и силиконовой смазки при измерении бланка, г;

m_3^b – масса дилатометра, силиконовой смазки и ртути при измерении бланка, г;

m_1^s – масса дилатометра при измерении пробы, г;

m_2^s – масса дилатометра и пробы при измерении пробы, г;

m_3^s – масса дилатометра, пробы и силиконовой смазки при измерении пробы, г;

m_4^s – масса дилатометра, пробы, силиконовой смазки и ртути при измерении пробы, г;

$\rho_{Hg}(T_s)$, $\rho_{Hg}(T_b)$ – плотности ртути при измерении температуры пробы и температуры бланка соответственно, г/см³, которые вычисляются на основе справочных данных программным обеспечением SOLID.

Далее в результаты измерений холостого опыта вносят поправку, связанную с неравенством объема ртути при анализе холостого опыта и пробы. Для этого

$$V_i^{blankcor} = V_i^{blank} \cdot k = V_i^{blank} \left(\frac{m_3^b - m_2^b}{m_4^s - m_3^s} \right) \cdot \frac{\rho_{Hg}(T_s)}{\rho_{Hg}(T_b)} \quad (7)$$

где V_i^{blank} – результат измерения объема ртути в i -точке кривой вдавливания ртути при измерении холостого опыта, мм³.

все объемы холостого опыта первоначально умножаются на коэффициент коррекции

Стандартная неопределенность измерений скорректированного объема ртути холостого опыта рассчитывается по формуле

$$u(V_i^{blankcor}) = \sqrt{\left(\left(\frac{m_3^b - m_2^b}{m_4^s - m_3^s} \right) \cdot \frac{\rho_{Hg}(T_s)}{\rho_{Hg}(T_b)} \right)^2 u^2(V_i^{blank}) + \left(\frac{V_i^{blank} \rho_{Hg}(T_s)}{\rho_{Hg}(T_b)(m_4^s - m_3^s)} \right)^2 u^2(m_3^b) + \left(-\frac{V_i^{blank} \rho_{Hg}(T_s)}{\rho_{Hg}(T_b)(m_4^s - m_3^s)} \right)^2 u^2(m_2^b) + \left(\frac{V_i^{blank} \rho_{Hg}(T_s)(m_3^b - m_2^b)}{\rho_{Hg}(T_b)(m_4^s - m_3^s)^2} \right)^2 u^2(m_4^s) + \left(\frac{-V_i^{blank} \rho_{Hg}(T_s)(m_3^b - m_2^b)}{\rho_{Hg}(T_b)(m_4^s - m_3^s)^2} \right)^2 u^2(m_3^s) + \left(\frac{V_i^{blank}(m_3^b - m_2^b)}{\rho_{Hg}(T_b)(m_4^s - m_3^s)^2} \right)^2 u^2(\rho_{Hg}(T_s)) + \left(\frac{-V_i^{blank} \rho_{Hg}(T_s)(m_3^b - m_2^b)}{\rho_{Hg}^2(T_b)(m_4^s - m_3^s)^2} \right)^2 u^2(\rho_{Hg}(T_b))} \quad (8)$$

где $u(\rho_{Hg}(T_b)) = u(\rho_{Hg}(T_s)) = u(\rho_{Hg}) = 0,0012 \text{ г/см}^3$ – стандартная неопределенность измерений плотности ртути, г/см³ (оценка выполнена по сравнению с данными, представленными [9]);

$u(m_3^b) = u(m_2^b) = u(m_4^s) = u(m_3^s) = u(m)$ – стандартная неопределенность измерений массы, г;

$u(V_i^{blank})$ – стандартная неопределенность измерения объема ртути ртутным порозиметром, мм³.

Для вычитания результатов холостого опыта из результатов эксперимента с пробой проводится предварительная интерполяция данных бланка к соответствующим давлениям при измерении анализируемого образца, т. к. давления в холостом опыте и в эксперименте при анализе образца различаются. Для проведения интерполяции данных бланка в программном обеспечении SOLID используется следующее уравнение

$$\begin{aligned} \hat{V}_{\bar{n}}^{blankcor} &= P_c \left(\frac{V_{i+1}^{blankcor} - V_i^{blankcor}}{P_{i+1}^{blankcor} - P_i^{blankcor}} \right) + V_i^{blankcor} - P_i^{blankcor} \left(\frac{V_{i+1}^{blankcor} - V_i^{blankcor}}{P_{i+1}^{blankcor} - P_i^{blankcor}} \right) = \\ &= \left(\frac{V_{i+1}^{blankcor} - V_i^{blankcor}}{P_{i+1}^{blankcor} - P_i^{blankcor}} \right) (P_c - P_i^{blankcor}) + V_i^{blankcor} \end{aligned} \quad (9)$$

где P_c – давление при анализе образца, скорректированное на гидростатическое давление, МПа, Давление P_c находится в интервале $P_{i+1}^{blankcor} < P_c < P_i^{blankcor}$, МПа; $V_{i+1}^{blankcor}$, $V_i^{blankcor}$, $u(V_{i+1}^{blankcor})$, $u(V_i^{blankcor})$ – скорректированные объемы холостого опыта и стандартные неопределенности, соответствующие i и $i+1$ точкам на кривой вдавливания ртути, соответственно, мм³;

$P_{i+1}^{blankcor}$, $P_i^{blankcor}$, $u(P_{i+1}^{blankcor})$, $u(P_i^{blankcor})$ – скорректированные давления холостого опыта и стандартные неопределенности, соответствующие i и $i+1$ точкам на кривой вдавливания ртути, МПа,

$\hat{V}_{\bar{n}}^{blankcor}$ – интерполированный объем холостого опыта, который вычитается из объема, полученного при анализе образца при соответствующем давлении P_c , мм³.

Стандартная неопределенность интерполированного объема ртути холостого опыта рассчитывали по формуле

$$u(\widehat{V}_c^{blankcor}) = \sqrt{\left(\left(\frac{P_i^{blankcor}}{P_i^{blankcor} - P_{i+1}^{blankcor}} - \frac{P_c}{P_i^{blankcor} - P_{i+1}^{blankcor}} \right)^2 u^2(V_{i+1}^{blankcor}) + \left(\frac{P_c}{P_i^{blankcor} - P_{i+1}^{blankcor}} - \frac{P_i^{blankcor}}{P_i^{blankcor} - P_{i+1}^{blankcor}} + 1 \right)^2 u^2(V_i^{blankcor}) + \left(\frac{P_i^{blankcor}(V_i^{blankcor} - V_{i+1}^{blankcor})}{(P_i^{blankcor} - P_{i+1}^{blankcor})^2} - \frac{(V_i^{blankcor} - V_{i+1}^{blankcor})}{P_i^{blankcor} - P_{i+1}^{blankcor}} \right)^2 u^2(P_i^{blankcor}) + \left(\frac{P_c(V_i^{blankcor} - V_{i+1}^{blankcor})}{(P_i^{blankcor} - P_{i+1}^{blankcor})^2} \right)^2 u^2(P_c) + \left(\frac{P_c(V_i^{blankcor} - V_{i+1}^{blankcor})}{(P_i^{blankcor} - P_{i+1}^{blankcor})^2} - \frac{P_i^{blankcor}(V_i^{blankcor} - V_{i+1}^{blankcor})}{P_i^{blankcor} - P_{i+1}^{blankcor}} \right)^2 u^2(P_{i+1}^{blankcor}) \right)} \quad (10)$$

Скорректированный удельный объем пор и соответствующая стандартная неопределенность при анализе образца рассчитывается по уравнениям:

$$\widehat{V}_i^s = \frac{V_{\bar{n}}^s - \widehat{V}^{blankcor}}{m_2^s - m_1^s} \quad (11)$$

$$u(\widehat{V}_i^s) = \sqrt{\left(\frac{1}{m_2^s - m_1^s} \right)^2 (u^2(V_{\bar{n}}^s) + u^2(\widehat{V}^{blankcor})) + \left(\frac{\widehat{V}^{blankcor} - V_i^s}{(m_1^s - m_2^s)^2} \right)^2 (u^2(m_2^s) + u^2(m_1^s))} \quad (12)$$

где V_i^s – результат измерения объема вдавленной ртути в i -й точке при анализе образца, мм³.

Величина размера (ширина или диаметр) пор рассчитывают по уравнению Уошборна

$$D = -\frac{4 \cdot \sigma \cdot \cos \theta}{P} \quad (13)$$

где P – скорректированное значение давление при анализе образца, Па

σ – поверхностное натяжение ртути, Н/м;

θ – контактный угол смачивания, рад.

В соответствии с [9] предусмотрено использование для ртути постоянной величины поверхностного натяжения ртути (0,484 Н/м) и контактного угла смачивания (140°) вне зависимости от химической природы образца.

Стандартную неопределенность типа В размера пор рассчитывают по уравнению

$$u_B(D) = \sqrt{\left(\frac{4 \cdot \sigma \cdot \cos \theta}{P^2} \right)^2 u^2(P) + \left(-\frac{4 \cdot \cos \theta}{P} \right)^2 u^2(\sigma) + \left(\frac{4 \cdot \sin \theta}{P} \right)^2 u^2(\theta)} \quad (14)$$

где $u(P)$ – стандартная неопределенность скорректированного значения давления при анализе пробы, Па;

$u(\sigma)$ – стандартная неопределенность поверхностного натяжения ртути, Н/м (в расчетах принимали равной нулю);

$u(\theta)$ – стандартная неопределенность контактного угла смачивания поверхности образца, рад (в расчетах принимали равной нулю).

Суммарную стандартную неопределенность рассчитывали по уравнению

$$u_c(D) = \sqrt{u_A^2(D) + u_B^2(D)} \quad (15)$$

где $u_A(D) = \sqrt{\frac{\sum (D_i - \bar{D})^2}{n(n-1)}}$ – стандартная неопределенность типа А.

Расширенную неопределенность при $k = 2$ и $P = 0,95$ рассчитывали по уравнению

$$U = k u_c(D). \quad (16)$$

Валидацию методики воспроизведения характеристик пористости и алгоритма расчета неопределенности проводили с применением зарубежных сертифицированных стандартных образцов ERM-FD 122 и BAM-P125 производства BAM (Германия) (таблицы 1, 2). Результаты показали удовлетворительное согласие между результатами измерений, полученными на эталонной установке, и сертифицированными значениями стандартных образцов с учетом оцененной по разработанному алгоритму расширенной неопределенности, связанной с характеризацией методом ртутной порометрии.

Однородность материалов исследуемых стандартных образцов была исследована в соответствии с [10]. Гранулированный оксид алюминия был расфасован в отдельные стеклянные банки и из каждой проводили отбор нескольких навесок и измерение в них характеристик пористости с помощью порозиметра ртутного Pascal. Материал стандартных образцов в виде макропористых керамических мембран представлял собой в каждом по 10 дисков, толщиной (8–12) мм, диаметром (50–60) мм. Каждый диск был распилен на большое количество мелких отдельных навесок, пригодных для проведения од-

ного измерения, массой около (0,5–1,5) г. От каждого диска отбирали не менее двух навесок, которые измеряли с помощью порозиметра ртутного Pascal. Стабильность гранулированного оксида алюминия по характеристикам пористости исследована газодсорбционным методом, а стабильность макропористых мембран исследована для различных макропористых мембран [5], что подтверждает высокую стабильность метрологических характеристик для данной стабильной матрицы – оксида алюминия. В связи с этим стандартную неопределенность от нестабильности принимали не значимой в течение как минимум 24 месяцев. Предварительные сводные результаты оценок метрологических характеристик стандартных образцов приведены в табл. 3. Анализ данных табл. 3 показывает вклады, обусловленные стандартной неопределенностью типа А, стандартной неопределенностью типа В, которые обусловлены характеризацией, а также стандартной неопределенностью, обусловленной неоднородностью материала стандартных образцов. В соответствии с оценками данных вкладов, представленных в таблице 4 достаточно трудно выделить какой-то основной вклад, т. к. в зависимости

Таблица 1. Сводные данные по измерению характеристик пористости сертифицированного стандартного образца ERM-FD 122

Table 1. Data summary on measuring porosity characteristics of the CRM ERM-FD 122

Наименование характеристик	V(P=100 МПа), мм ³ /г	V(P=195 МПа), мм ³ /г	V(P=200 МПа), мм ³ /г	V(P=395 МПа), мм ³ /г	Средняя ширина пор, нм	Преобладающая ширина пор, нм
Среднее значение	922,8	925,3	925,3	925,7	140,4	141,8
u(A)	5,2	5,8	5,8	5,7	2,6	1,7
u(B)	12,0	12,1	12,6	12,1	2,9	2,9
u _c	13,1	13,4	13,9	13,4	3,9	3,4
U(k=2, P=0,95)	26,1	26,8	27,7	26,7	7,9	6,7
Uo(k=2, P=0,95), %	2,8	2,9	3,0	2,9	5,7	4,8
Аттестованное значение CO	919,7	922,5	922,6	924,4	139,0	140,2
Расширенная неопределенность аттестованного значения	16,8	17,5	17,5	17,2	3,7	3,9
En	0,1	0,1	0,1	0,0	0,2	0,2
Заключение	Уд,	Уд,	Уд,	Уд,	Уд,	Уд,

Примечание: в таблице использованы следующие сокращения: u(A) – стандартная неопределенность типа А; u(B) – стандартная неопределенность типа В; u_c – суммарная стандартная неопределенность; Uo(k=2, P=0,95) – относительная расширенная неопределенность при k=2; En – критерий качества результатов измерений; V(P) – удельный объем пор при давлении P.

Таблица 2. Сводные данные по измерению характеристик пористости сертифицированного стандартного образца BAM-P125

Table 2. Data summary on measuring porosity characteristics of the CRM BAM-P125

Наименование характеристик	Y2, МПа	Y3, МПа	P ₅₀ , МПа	Y1, мм³/г	Средняя ширина пор, нм
Среднее	0,2516	0,1289	0,2420	213,7	6032,4
u(A)	0,0050	0,0026	0,0048	2	60
u(B)	0,0005	0,0006	0,0002	7,0	12,1
u _c	0,0051	0,0026	0,0048	7,3	61,5
U(k=2, P=0,95)	0,0101	0,0053	0,0097	14,6	123,0
Uo(k=2, P=0,95), %	4,0	4,1	4,0	6,8	2,0
Аттестованное значение CO	0,2646	0,1366	0,2554	207,9	5796
Расширенная неопределённость аттестованного значения CO	0,0135	0,0179	0,00940	11,0	215
En	-0,8	-0,4	-1,0	0,3	1,0
Заключение	Уд,	Уд,	Уд,	Уд,	Уд,

Примечание: в таблице использованы следующие сокращения: u(A) – стандартная неопределенность типа A; u(B) – стандартная неопределенность типа B; u_c – суммарная стандартная неопределенность; Uo(k=2, P=0,95) – относительная расширенная неопределенность при k=2; En – критерий качества результатов измерений; Y1 – удельный объем пор при 0,88 МПа (величина удельного объема насыщения); Y2 – давление, соответствующее 57,5 % от удельного объема насыщения; Y3 – разность давлений, соответствующих 87,5 % и 25 % от удельного объема насыщения; P50 – давление соответствующие 50 % от удельного объема насыщения.

от измеряемой величины и матрицы анализируемого материала стандартного образца соотношение между вкладками значительно меняется. Таким образом, разработано четыре типа стандартных образцов с размерами пор в диапазоне от 10 нм до 60 000 нм, относительная расширенная неопределенность аттестованных значений от 2,2 % до 7,0 %, не уступают зарубежным аналогам [5, 6]. Дополнительное повышение точности воспроизведения удельного объема и размера пор на эталонной установке возможно путем высокоточной калибровки встроенных датчиков давления и емкостных датчиков измерения объема ртути, поиск более однородных пористых материалов, пригодных для создания стандартных образцов, а также проведения большого количества повторных измерений.

Обсуждение и заключение

При выполнении данной работы была разработана методика воспроизведения размера и удельного объема пор макропористых керамических мембран и гранулированного оксида алюминия, а также соответствующая методика расчета неопределенности, обусловленная характеристикой. Прослеживаемость аттестованных значений разрабатываемых стандартных образцов обеспечена путем применения

для калибровки порозиметра ртутного эталонов единицы давления 2-го разряда и эталона единицы массы 1-го разряда. При оценивании метрологических характеристик стандартных образцов были проведены оценки стандартной неопределенности, связанные с характеристикой и неоднородностью исследуемых материалов – кандидатов в стандартные образцы. Стандартной неопределенностью от нестабильности пренебрегали ввиду высокой стабильности матрицы оксида алюминия. По результатам проведенных исследований разработано четыре типа стандартных образцов пористости на основе оксида алюминия, которые имеют размер пор порядка ~ 10 нм; ~ 2000 нм; ~ 9000 нм; ~ 60 000 нм. Первые два стандартных образца с размерами пор порядка ~ 10 нм; ~ 2000 нм предполагается применять для контроля точности порозиметров ртутных, работающих на высоком давлении, и последние два стандартных образца с размерами пор порядка ~ 9000 нм; ~ 60 000 нм для контроля точности порозиметров ртутных, работающих на низком давлении. Стандартные образцы для метода ртутной порометрии в России разрабатываются впервые и в основном предназначены для поверки / калибровки и испытаний в целях утверждения типа порозиметров ртутных. Разработанные стандартные

Таблица 3. Сводные данные по метрологическим характеристикам разрабатываемых стандартных образцов

Table 3. Data summary on the metrological characteristics of the RMs under development

Матрица СО	Наименование величины	Аттестованное значение	Метрологические характеристики СО				
			u_{Ao}	u_{Bo}	u_{ho}	$u_{co}(A)$	$Uo(A)$
Гранулированный оксид алюминия (размер пор 10 нм)	Удельный объем пор, мм ³ /г	624,2	0,27	1,14	0,6	1,3	2,6
	Преобладающий диаметр пор, нм	14,19	1,21	0,30	2,4	2,7	5,4
	Медиана пор, нм	13,81	0,87	0,31	1,7	2,0	3,9
Макропористая керамическая мембрана № 1 (размер пор 9000 нм)	Удельный объем пор, мм ³ /г	218,7	0,69	1,83	1,31	2,4	4,7
	Преобладающий диаметр пор, нм	8668	0,85	0,13	1,62	1,8	3,7
	Медиана пор, нм	8315	0,76	0,13	1,45	1,6	3,3
Макропористая керамическая мембрана № 2 (размер пор 60 000 нм)	Удельный объем пор, мм ³ /г	197,7	0,31	1,00	1,78	2,1	4,1
	Преобладающий диаметр пор, нм	57985	0,71	0,81	0,29	1,1	2,2
	Медиана пор, нм	56368	0,63	0,83	1,07	1,5	3,0
Макропористая керамическая мембрана № 3 (размер пор 2000 нм)	Удельный объем пор, мм ³ /г	224,7	0,43	2,31	1,4	2,7	5,5
	Преобладающий диаметр пор, нм	1847	0,90	1,80	1,6	2,6	5,2
	Медиана пор, нм	2627	2,03	1,40	2,5	3,5	7,0

Примечания: В таблице использованы следующие сокращения: u_{Ao} – относительная стандартная неопределенность типа A; u_{Bo} – относительная стандартная неопределенность типа B; u_{ho} – относительная стандартная неопределенность, обусловленная неоднородностью; $u_{co}(A)$ – относительная суммарная стандартная неопределенность; $Uo(A)$ ($k=2$, $P=0,95$) – относительная расширенная неопределенность аттестованного значения СО при $k=2$ и $P=0,95$.

образцы отличаются от зарубежных аналогов, которые выпускаются метрологическими институтами BAM (Германия) и NIST (США), тем, что стандартная неопределенность от характеристики оценивалась не методом межлабораторного эксперимента, а с применением полного анализа уравнений связи и учета всех входящих в уравнения источников неопределенности на основе Руководства по выражению неопределенности. Проведенные исследования позволили на данном этапе обеспечить прослеживаемость аттестованных значений стандартных образцов до ГЭТ 3–2008 Государственного первичного эталона единицы массы (килограмма), ГЭТ 101–2011 Государственного первичного эталона единицы давления для области абсолютного давления в диапазоне $1 \times 10^{-1} \div 7 \times 10^5$ Па, ГЭТ 43–2013 Государственного первичного эталона единицы давления в диапазоне

10–1600 МПа и эффективной площади поршневых пар грузопоршневых манометров в диапазоне 0,05–1 см². Кроме того, удалось охарактеризовать стандартный образец с большим размером пор ~60 000 нм, который в настоящее время не имеет аналогов в мире. Разработка стандартных образцов утвержденных типов позволит обеспечить метрологическое обеспечение средств измерений пористости твердых веществ и материалов на основе метода ртутной порометрии в различных отраслях промышленного производства. При этом будет обеспечиваться метрологическая независимость РФ и осуществляться импортозамещение дорогостоящих зарубежных СО.

Конфликт интересов

Автор является членом редакционной коллегии журнала.

ЛИТЕРАТУРА

1. Карнауков А. П. Адсорбция. Текстура дисперсных и пористых материалов, Новосибирск: Наука Сиб., отделение, 1999. 237 с.
2. Фенелонов В. Б. Введение в основы адсорбции и текстурологии. Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2004.
3. Грек С., Синг К. Адсорбция, удельная поверхность, пористость. М.: Мир, 1984. 306 с.
4. ГОСТ ISO Guide 35–2015 Стандартные образцы. Общие и статистические принципы сертификации (аттестации).
5. Reference Materials. Certificates and reports // BAM official website [сайт]. URL: <https://rrr.bam.de/RRR/Navigation/EN/Reference-Materials/RM–Certificates-reports/Porous-RM/porous-rm.html> (дата обращения: 03.10.2018).
6. A certificate of analysis on the SRM 1918. Mercury Porosimeter Intrusion Standard. // NIST [сайт]. <https://www-s.nist.gov/srmors/certificates/1918.pdf> (дата обращения: 03.10.2018).
7. Об утверждении Государственного первичного эталона единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов: Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 января 2015 г., № 128 // Информационно-правовой портал Гарант.
8. ГСССД 3–77 Ртуть. Плотность ртути и коэффициент термического расширения при атмосферном давлении и температурах от 0 до 350 оС, Таблицы справочных данных // М.: Издательство стандартов, 1977. 6 с.
9. ISO 15901–1:2016 Evaluation of pore size distribution and porosity of solid materials by mercury porosimetry and gas adsorption – Part 1: Mercury porosimetry.
10. Собина Е. П. Разработка аттестованного стандартного образца нанопористого оксида алюминия // Измерительная техника, 2016. № 8. С. 68–72.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Собина Егор Павлович – канд. хим. наук, заместитель директора по инновациям, заведующий лабораторией метрологического обеспечения и nanoиндустрии ФГУП «Уральского научно-исследовательского института метрологии», член-корреспондент Метрологической академии.
Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: 251@uniim.ru
Researcher ID: B-8577-2019

REFERENCES

1. Karnaukhov A. P. Adsorption. Texture of dispersed and porous materials. Publ. Nauka of SB RAS, Novosibirsk, 1999, 237 p. (In Russ.).
2. Fenelonov V. B. Introduction to the Basics of Adsorption and Texturology. Publ. House of SB RAS, Novosibirsk, 2004. (In Russ.).
3. Grek S., Sing K. Absorption, specific surface, porosity. Mir, Moscow, 1984, 306 p. (In Russ.).
4. GOST ISO Guide 35–2015 Reference materials. General and statistical principles for certification.
5. BAM official website. Reference Materials. Certificates and reports. Available at: <https://rrr.bam.de/RRR/Navigation/EN/Reference-Materials/RM–Certificates-reports/PorousRM/porous-rm.html> (accessed 03.10.2018).
6. NIST. A certificate of analysis on the SRM 1918. Mercury Porosimeter Intrusion Standard. <https://www-s.nist.gov/srmors/certificates/1918.pdf> (accessed 03.10.2018).
7. Order of the Federal Agency for Technical Regulation and Metrology of January 29, 2015 No.128 «On approval of the national primary standard for the units of specific adsorption of gases, specific surface area, specific volume and pore size of solid substances and materials» (In Russ.).
8. GSSSD 3–77 Mercury. Mercury density and the coefficient of thermal expansion at atmospheric pressure and temperatures from 0 to 350o C. Reference data tables. Moscow, publishing standards, 1977, 7 p. (In Russ.).
9. ISO 15901–1:2016 Evaluation of pore size distribution and porosity of solid materials by mercury porosimetry and gas adsorption – Part 1: Mercury porosimetry.
10. Sobina E. P. Development of a Certified Standard Reference Sample of Nanoporous Aluminum Oxide. Measurement Techniques. 2016;(8):68–72 (In Russ.).

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Egor P. Sobina – Ph.D. (Chem.), Deputy Director for Innovation, Head of laboratory of metrological assurance and nanoindustry, Ural Research Institute for Metrology (UNIIM), corresponding member of the Russian Academy of Metrology.
4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg,
620075, Russian Federation
e-mail: 251@uniim.ru
Researcher ID: B-8577-2019

РАЗРАБОТКА И ИСПЫТАНИЯ ИСП-СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА СОСТАВА РАСТВОРА МАССОВОЙ ДОЛИ СВИНЦА

© А. А. Стахеев, Т. П. Столбоушкина

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

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

Принята к публикации – 20 июня 2019 г.

Введение. Для метрологического обеспечения высокоточных методов масс-спектрометрии и оптико-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой во Всероссийском научно-исследовательском институте физико-технических и радиотехнических измерений (ФГУП «ВНИИФТРИ») были начаты работы по разработке стандартных образцов массовой доли металлов в растворе, предназначенных специально для методов с индуктивно связанной плазмой (ИСП-СО).

Материалы и методы. ИСП-СО представляет собой раствор с аттестованным значением массовой доли свинца, упакованный во флаконы из полиэтилена высокого давления вместимостью 4, 8, 15, 30, 60 или 125 см³. Установление аттестованного значения массовой доли свинца в растворе выполнено по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления и подтверждено на Государственном первичном эталоне единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектральных методов ГЭТ 217-2018.

Результаты и обсуждения. Диапазон допускаемых аттестованных значений массовой доли свинца в ИСП-СО составляет (800–1200) мг/кг, массовой концентрации свинца. Расширенная неопределенность аттестованного значения составляет 0,5 %. Разработанный ИСП-СО раствора массовой доли свинца позволит обеспечить метрологическую прослеживаемость измерений в неорганическом анализе методами ИСП-МС и ИСП-ОЭС от государственного первичного эталона ГЭТ 217-2018.

Ключевые слова: масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой, оптико-эмиссионная спектроскопия с индуктивно связанной плазмой, вода, водный раствор, стандартный образец, свинец, анализ воды, неорганический компонент

Ссылка при цитировании:

Стахеев А. А., Столбоушкина Т. П. Разработка и испытания ИСП-стандартного образца состава раствора массовой доли свинца // Стандартные образцы. 2019. Т. 15. № 4. С. 25–31. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-4-25-31.

For citation:

Stakheev A. A., Stolboushkina T. P. Developing and testing a certified reference material of the lead mass fraction in solutions for measurements using inductively coupled plasma methods. Reference materials. 2019; 15(4): 25–31. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-4-25-31 (In Russ.).

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

DEVELOPING AND TESTING A CERTIFIED REFERENCE MATERIAL OF THE LEAD MASS FRACTION IN SOLUTIONS FOR MEASUREMENTS USING INDUCTIVELY COUPLED PLASMA METHODS

Aleksei A. Stakheev, Tatiana P. Stolboushkina

All-Russian Scientific Research Institute for Optical and Physical Measurements,
Moscow region, Mendeleevo, Russian Federation
e-mail: stolboushkina@vniiftri.ru

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

Accepted for publication – 20 June, 2019.

For the metrological assurance of the high-precision inductively coupled plasma (ICP) mass spectrometry and optical emission spectroscopy methods, the All-Russian Scientific Research Institute for Optical and Physical Measurements (VNIIFTRI) has launched works on the development of reference materials (RMs) of the mass fraction of metals in solutions specifically intended for measurements using inductively coupled plasma methods (ICP-CRM). The ICP-CRM under development was represented by a solution with the certified value of the lead mass fraction. The ICP-CRM was packed in high-density polyethylene bottles with the capacity of 4, 8, 15, 30, 60 and 125 cm³. The certified value of the lead mass fraction in the solution was established by the preparation method and confirmed by the GET 217-2018 State Primary Standard for units of the mass fraction and mass (molar) concentration of inorganic components in aqueous solutions based on gravimetric and spectral methods.

The permissible certified values of the lead mass fraction in the developed ICP-CRM are shown to range from 800 mg / kg to 1200 mg / kg. The uncertainty in the certified value is expressed as expanded uncertainty, $U = 0,5\%$ at 95% confidence, and is calculated in accordance with ISO/IEC 17025 according to GUM (Guidelines to Uncertainty in Measurement). The developed ICP-CRM solution of the lead mass fraction can be used for ensuring the metrological traceability of measurements in inorganic analyses using ICP-MS and ICP-OES to the GET 217-2018.

Keywords: inductively coupled plasma mass spectrometry, inductively coupled plasma optical emission spectroscopy, water, aqueous solution, standard, reference material, lead, water analysis, inorganic component

Введение

Контроль содержания неорганических компонентов в различных веществах и материалах – чрезвычайно важная проблема, в решении которой заинтересованы практически все отрасли науки и промышленности. В современных условиях технического прогресса и развивающейся высокими темпами промышленности, а также неуклонного увеличения плотности населения с каждым годом становится все более актуальным вопрос контроля качества различных веществ и материалов. Обширные области аналитической химии связаны с измерением содержания самых различных компонентов: от незаменимых макро- и микроэлементов до высокотоксичных и ядовитых элементов в большом разнообразии матриц. Этот вопрос актуален и в охране окружающей среды, и в здравоохранении, и на промышленных предприятиях, и особенно в тех областях,

где речь идет о здоровье людей. Так, например, в некоторых регионах было показано, что контроль качества воды и своевременное принятие мер по её улучшению могут предотвратить неблагоприятные последствия для здоровья населения, что, в свою очередь, позволит сократить расходы на здравоохранение. Возрастающие требования к контролю качества продукции привели к повышению требований к методам измерений. При выборе метода анализа химии ориентируются на многие параметры. Самый главный критерий выбора – метод должен обеспечивать необходимый диапазон измеряемых концентраций и требуемую точность результатов измерений. При условии, что основной критерий выполнен, химики-аналитики учитывают и другие факторы, такие как скорость и удобство метода. Ввиду своих неоспоримых достоинств, таких как многоэлементность, низкие пределы обнаружения, большой ли-

нейный диапазон концентраций и высокая степень автоматизации, для выполнения неорганического анализа широкое распространение получили методы масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС) и оптико-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-ОЭС).

Ключевым условием успешного внедрения в лабораториях высокоточных методов ИСП-МС и ИСП-ОЭС является их обеспечение стандартными образцами (СО).

Целью настоящей работы является разработка и испытания стандартных образцов массовой доли свинца в растворе, предназначенных для методов с индуктивно связанной плазмой (ИСП-СО), которые позволят обеспечить метрологическую прослеживаемость измерений массовой доли и массовой концентрации свинца методами ИСП-МС и ИСП-ОЭС.

Литературный обзор

В последние годы понятие «метрологическая прослеживаемость» в химических измерениях получило чрезвычайно важное значение [1]. В соответствии с [2] в Российской Федерации должны применяться эталоны единиц величин, прослеживаемые к государственным первичным эталонам соответствующих единиц величин, все результаты измерений, выполняемых в сфере государственного регулирования, также должны быть прослеживаемыми к государственным первичным эталонам. С целью обеспечения единства измерений в области физико-химических измерений состава жидких и твердых веществ и материалов был разработан комплекс государственных первичных эталонов, в состав которого входит Государственный первичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектральных методов ГЭТ 217-2018, утвержденный приказом Росстандарта от 17 июля 2018 г. № 1482 [3].

Наиболее рациональным способом достижения сопоставимых и достоверных результатов измерений методами ИСП-МС и ИСП-ОЭС в испытательных и аналитических лабораториях является установление метрологической прослеживаемости измерений с помощью стандартных образцов состава. Как и любые другие методы, ИСП-МС и ИСП-ОЭС также имеют свои ограничения и недостатки [4–9]. Одним из самых основных ограничений являются интерференции. Поэтому к СО, которые предполагается применять для градуировки ИСП-МС и ИСП-ОЭС, предъявляются специфические требования, в том числе к их примесному составу. Так, например, крайне нежелательно использовать СО,

при производстве которых используется стеклянная лабораторная посуда и тем более те СО, которые выпускаются в стеклянной таре, поскольку из стекла происходит выщелачивание примесных элементов, которые могут значительно повлиять на результаты измерений. В паспорте СО следует также указывать его примесный состав – это, в свою очередь, позволит оценить возможные интерференции при измерениях целевого компонента.

Методы ИСП-МС и ИСП-ОЭС являются широко признанными методами для достижения точных результатов измерений элементного анализа [10–14]. Низкие пределы обнаружения позволяют контролировать содержания различных элементов на уровне (10^{-7} – 10^{-10})%. Среди всех химических элементов особую опасность для живых организмов представляют соединения свинца, кадмия и ртути, относящиеся к ядам кумулятивного действия [15]. Эти металлы могут накапливаться в организме человека из продуктов питания и вызывать серьезные заболевания, даже если их содержание находится на микроуровне. В связи с этим во ВНИИФТРИ разработку ИСП-СО массовой доли элементов начали с тяжелых и токсичных элементов, одним из которых является свинец.

Материалы и методы

Материал ИСП-СО состава раствора массовой доли свинца представляет собой водный раствор свинца, подкисленный азотной кислотой. Изготовление ИСП-СО массовой доли свинца в водном растворе во ФГУП «ВНИИФТРИ» было решено реализовать следующим образом. При проведении предварительных экспериментов в качестве исходного материала для приготовления ИСП-СО свинца был сделан выбор в пользу его соли – нитрата свинца. Была также подобрана подходящая тара – бутылки различного объема (30, 60 и 125 см³) из полиэтилена высокой плотности, и соответствующий растворитель – слабоконцентрированный водный раствор азотной кислоты, который обеспечит полное растворение исходного материала и стабильность ИСП-СО. Поскольку основная часть загрязнений, которая может быть внесена в материал СО – это загрязнения, содержащиеся в воде и реактивах, особое внимание было уделено процессу их очистки. Был разработан метод очистки нитрата свинца, для получения чистой воды была подобрана многоступенчатая система очистки, а для очистки азотной кислоты был выбран метод двухступенчатой перегонки без кипения. Кроме того, большое внимание было уделено подбору и предварительной очистке специальной полимерной

посуды – как лабораторной, так и предназначенной для дальнейшего использования в качестве тары СО.

Для оценки чистоты исходного материала был выбран метод «100 % – сумма примесей». Так, из 100 % были вычтены все найденные примесные элементы, а элементы, концентрации которых были ниже предела обнаружения, были учтены путем вычитания из 100 % половины предела их обнаружения. Таким образом, массовая доля основного компонента (W) была рассчитана по формуле 1:

$$W = 100\% - \sum_i \omega_i - \sum_j \frac{LOD_j}{2}, \quad (1)$$

где ω – массовая доля обнаруженных примесных элементов, %;

LOD – предел обнаружения необнаруженных примесных элементов, %.

Примесный состав растворителя (азотной кислоты и воды) оценивался после этапа очистки на эталонном комплексе аналитической аппаратуры ГЭТ 217-2018. Схема приготовления СО из нитрата свинца представлена на рис. 1.

Массовая доля аттестуемого компонента (свинца) в растворе оценивалась по формуле (2):

$$C_{am} = \frac{W \cdot c_c \cdot m_c + c_p \cdot (m_{p-pa} - m_c)}{m_{p-pa}}, \quad (2)$$

где W – массовая доля основного компонента в исходном веществе;

c_c, c_p – массовая доля аттестуемого компонента в исходном веществе и растворителе соответственно;

m_c, m_{p-pa} – масса навесок исходного вещества и материала СО.

Результаты и обсуждения

Разрабатываемый ИСП-СО состава раствора массовой доли свинца представляет собой флаконы с растворами вместимостью 4, 8, 15, 30, 60 и 125 см³ (рис. 2).

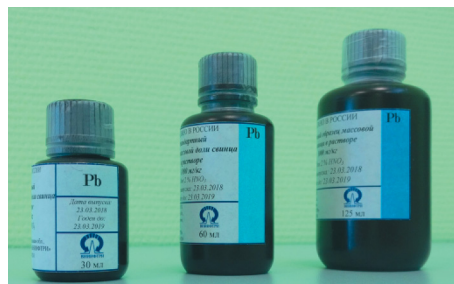


Рис. 2. Разрабатываемые ИСП-СО состава раствора массовой доли свинца

Fig. 2. ICP-CRM of the lead mass fraction

Для обеспечения надежности аттестации значения массовой доли свинца в разработанном ИСП-СО было решено применять два независимых метода аттеста-



Рис. 1. Блок-схема приготовления стандартного образца массовой доли свинца из материалов отечественного производства

Fig. 1. Block diagram describing the preparation of a CRM of the lead mass fraction

ции: метод расчетно-экспериментального гравиметрического приготовления и метод измерений массовой доли свинца на ГЭТ 217-2018. Результаты измерений, полученные по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления (РЭПП), согласуются с результатами измерений, проведенных по аттестованной методике измерений на ГЭТ 217-2018 в рамках их неопределенностей, а также с результатами компаративных измерений изготовленных ИСП-СО со стандартными образцами других производителей. В качестве аттестованного значения принято значение по РЭПП.

Неопределенность измерений аттестованного значения массовой доли компонента в растворе рассчитывается в соответствии с [16–17]. Составляющие неопределенности измерений для гравиметрического приготовления раствора массовой доли свинца представлены на рис. 3 в виде диаграммы «причина-следствие».

Суммарная стандартная неопределенность аттестованного значения массовой доли компонента в ИСП-СО определяется по формуле (3):

$$u_c = \sqrt{u_{char}^2 + u_{hom}^2 + u_{stab}^2}, \quad (3)$$

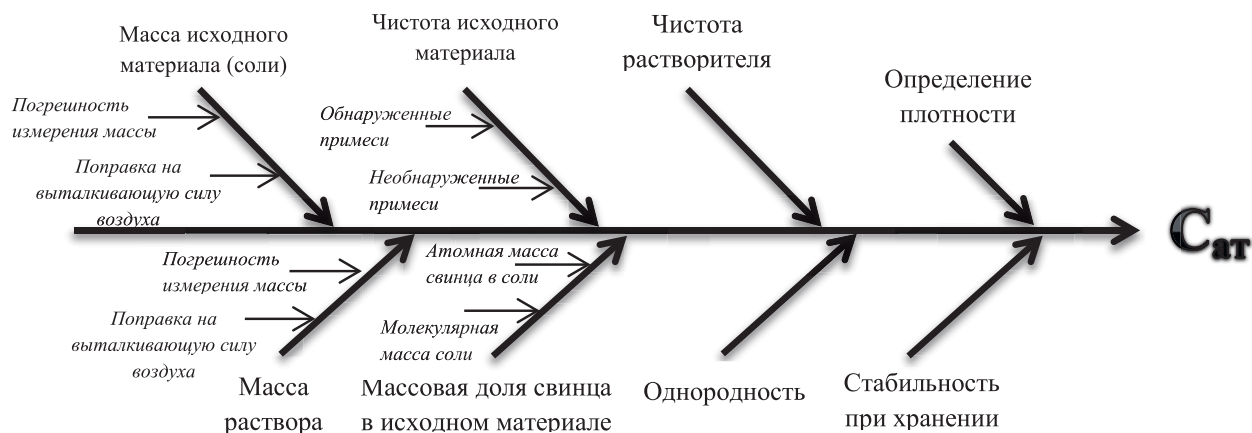


Рис. 3. Диаграмма «причина-следствие» для составляющих неопределенности измерений гравиметрического приготовления

Fig. 3. A cause-and-effect diagram for the components of measurement uncertainty associated with gravimetric preparation

Таблица 1. Метрологические характеристики ИСП-стандартного образца состава раствора массовой доли свинца

Table 1. Metrological characteristics of the ICP-standard sample composition of the solution of the mass fraction of lead

Аттестуемая характеристика	Обозначение единицы величины	Интервал допускаемых аттестованных значений СО	Границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО (P=0,95), %	Допускаемое значение относительной расширенной неопределенности аттестованного значения СО (k=2; P=0,95), %
Массовая доля свинца	мг/кг	от 800 до 1200	± 0,5	0,5

тод – гравиметрический метод приготовления растворов, а указанная плотность раствора позволит (в случае необходимости) перейти к более привычному и экспрессному волюмометрическому способу.

Вклад соавторов

Столбоушкина Т. П.: проведение экспериментов, получение экспериментальных данных, разработка

методики приготовления и измерений, сбор литературных данных.

Стахеев А. А.: концепция исследования, определения замысла статьи, анализ и доработка текста.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

ЛИТЕРАТУРА

1. De Bièvre P., Dybkaer R., Fajgelj A., Hibbert D. B. Metrological traceability of measurement results in chemistry: Concepts and implementation (IUPAC Technical Report) // Pure Appl. Chem. 2011. Vol. 83. № 10. pp. 1873–1935.
2. Об обеспечении единства измерений: федер. закон Рос. Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 11 июня 2008 года: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 18 июня 2008 г. // Рос. газета. 2008. 2 июля.
3. Добровольский В. И., Стахеев А. А., Столбоушкина Т. П. Государственный первичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектральных методов ГЭТ 217-2018 // Измерительная техника, 2018, № 11. С. 3–5.
4. Turner B. L., Bielnicka A. W., Dalling J. W., Wolf J. A. Interference by Iron in the Determination of Boron by ICP-OES in Mehlich-III Extracts and Total Element Digests of Tropical Forest Soils // Communications in soil science and plant analysis. 2016. Vol. 47. № 21, pp. 2378–2386.
5. Mozafar A., Oertli J. J., Tuor D., Roesch T. Calibration of ICP to reduce the interference of Na with the determination of K // Communications in Soil Science and Plant Analysis. 1990. Vol. 21. № 13. pp. 1607–1617.
6. Zbiral J. Determination of potentially dangerous elements in soil extracts by atomic emission spectrophotometry-ICP: Correction of interferences // Communications in Soil Science and Plant Analysis. 1996. Vol. 27. № 5. pp. 1527–1536.
7. Morgalla M. H., Mettenleiter H., Katzenberger T. ICP measurement accuracy: the effect of temperature drift // Design of a laboratory test for assessment of ICP transducers, Journal of Medical Engineering & Technology. 1999. Vol. 23. № 1. pp. 10–14.
8. Zhong J., Dujovny M., Park H. K., Perez E., Perlin A. R., Diaz F. G. // Advances in ICP monitoring techniques // Neurological Research. 2003. Vol. 25. № 4. pp. 339–350.
9. Пупышев А. А., Суриков В. Т. Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой. Образование ионов. Екатеринбург: УрО РАН, 2006. 276 с.

REFERENCES

1. De Bièvre P., Dybkaer R., Fajgelj A., Hibbert D. B. Metrological traceability of measurement results in chemistry: Concepts and implementation (IUPAC Technical Report). Pure Appl. Chem. 2011;83(10):1873–1935. Doi:10.1351/PAC-REP-07-09-39.
2. Federal law «On ensuring the uniformity of measurements», No FZ-102 of 26.06.2008. http://fundmetrology.ru/depositary/01_npa/102-fz_2015.pdf. (In Russ.)
3. Dobrovolskiy V. I., Stakheev A. A., Stolboushchina T. P. National primary standard for the units of mass fraction and mass (molar) concentration of inorganic components in aqueous solutions based on gravimetric and spectral methods GET 217-2018 // Measurement Techniques, 2018;(11);3–5. (In Russ.)
4. Turner B. L., Bielnicka A. W., Dalling J. W., Wolf J. A. Interference by Iron in the determination of boron by ICP-OES in mehlich-III extracts and total element digests of tropical forest soils. Communications in soil science and plant analysis. 2013;47(21):2378–2386.
5. Mozafar A., Oertli J. J., Tuor D., Roesch T. Calibration of ICP to reduce the interference of Na with the determination of K. Communications in soil science and plant analysis. 1990;21(13):1607–1617.
6. Zbiral J. Determination of potentially dangerous elements in soil extracts by atomic emission spectrophotometry-ICP: Correction of interferences. Communications in soil science and plant analysis. 1996;27(5):1527–1536.
7. Morgalla M. H., Mettenleiter H., Katzenberger T. ICP measurement accuracy: the effect of temperature drift. Design of a laboratory test for assessment of ICP transducers. Journal of Medical Engineering & Technology. 1999;23(1):10–14. Doi:10.1080/030919099294375
8. Zhong J., Dujovny M., Park H. K., Perez E., Perlin A. R., Diaz F. G. Advances in ICP monitoring techniques. Neurological research 2003;25(4):339–350.
9. Pupyshv A. A., Surikov V. T. Inductively Coupled Plasma–Mass Spectrometry. Formation of ions. Ekaterinburg, UrO RAN, 2006. 276 p. (In Russ.)

10. Chung Y. S., Young Ju Chung, Kyung Haeng Cho, Joung Hae Lee. Determination of trace and toxic elements in Korean rice CRM by INAA, ICP and AAS // *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. 1997. Vol. 215. № 1. pp. 129–134.

11. Fernández-Turiel J. L., Llorens J.F., Roig A., Carnicero M., Valero F. Monitoring of drinking water treatment plants using ICP-MS // *Toxicological & Environmental Chemistry*. 2000. 74:1–2, pp. 87–103.

12. Št'astná M., Němcová I., Zýka J. ICP-MS for the Determination of Trace Elements in Clinical Samples // *Analytical Letters*. 1999. Vol. 32. № 13. pp. 2531–2543.

13. Masson P., Dalix T., Bussière S. Determination of Major and Trace Elements in Plant Samples by Inductively Coupled Plasma–Mass Spectrometry // *Communications in Soil Science and Plant Analysis*. 2010. Vol. 41. № 3. pp. 231–243.

14. Shravan Kumar Konda, Boggavarapu Kiran, Carey J. Hardaway, Joseph Sneddon. Determination of copper, iron, lead, magnesium, manganese, and potassium in rice from India and United States by inductively coupled plasma-optical emission spectrometry // *Instrumentation Science & Technology*. 2014. Vol. 42. № 6. pp. 646–651.

15. Степин Б. Д., Цветков А. А. Неорганическая химия Учебник для хим. и химико-технол. спец. вузов. М.: Высшая школа, 1994. 608 с.

16. R. Ellison and A. Williams (Eds). Eurachem/CITAC guide: Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, Third edition, 2012.

17. ГОСТ Р 54500.3–2011. Неопределенность измерений. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерений. Стандартинформ, 2013.

10. Chung Y. S., Young Ju Chung, Kyung Haeng Cho, Joung Hae Lee. Determination of trace and toxic elements in Korean rice CRM by INAA, ICP and AAS. *Journal of radioanalytical and nuclear chemistry* 1997;215(1):129–134. Doi:10.1007/BF02109888

11. Fernández-Turiel J. L., Llorens J.F., Roig A., Carnicero M., Valero F. Monitoring of drinking water treatment plants using ICP-MS. *Toxicological & Environmental Chemistry*. 2000;74(1–2):87–103. Doi:10.1080/02772240009358871

12. Št'astná M., Němcová I., Zýka J. ICP-MS for the determination of trace elements in clinical samples. *Analytical letters*. 1999;32(13):2531–2543.

13. Masson P., Dalix T., Bussière S. Determination of major and trace elements in plant samples by inductively coupled plasma–mass spectrometry. *Communications in soil science and plant analysis*. 2010;41(3):231–243. Doi:10.1080/00103620903460757

14. Shravan Kumar Konda, Boggavarapu Kiran, Carey J. Hardaway, Joseph Sneddon. Determination of copper, iron, lead, magnesium, manganese, and potassium in rice from India and United States by inductively coupled plasma-optical emission spectrometry. *Instrumentation Science & Technology*. 2014;42 (6) 646–651. Doi:10.1080/10739149.2014.919510

15. Stepin B. D., Tsvetkov A. A. Inorganic chemistry. Moscow, Higher school, 1994. 608 p. (In Russ.).

16. Ellison R., Williams A. (Eds). Quantifying uncertainty in analytical measurement. Third edition. 2012. In: Eurachem/CITAC guide. <https://www.eurachem.org/index.php/publications/guides/quam>

17. GOST R 54500.3–2011. Uncertainty of measurement. Part 3. Guide to the expression of uncertainty in measurement. Standardinform, Moscow, 2013. (In Russ.).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Стахеев Алексей Анатольевич – заместитель начальника лаборатории перспективных исследований Всероссийского научно-исследовательского института физико-технических и радиотехнических измерений. Российская Федерация, Московская область, Солнечногорский район, р.п. Менделеево, промзона ВНИИФТРИ
e-mail: stakheev@vniiftri.ru

Столбоушкина Татьяна Павловна – инженер лаборатории перспективных исследований Всероссийского научно-исследовательского института физико-технических и радиотехнических измерений. Российская Федерация, Московская область, Солнечногорский район, р.п. Менделеево, промзона ВНИИФТРИ
e-mail: stolboushkina@vniiftri.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Alexey A. Stakheev – Deputy Head of the Laboratory for Advanced Studies of the All-Russian Scientific Research Institute for Optical and Physical Measurements. Moscow region, Mendeleevo, Russian Federation
e-mail: stakheev@vniiftri.ru

Tatyana P. Stolboushkina – Engineer of the Laboratory for Advanced Research National Research Institute for Physicotechnical and Radio Engineering Measurements. Moscow region, Mendeleevo, Russian Federation
e-mail: stolboushkina@vniiftri.ru

РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА ЧЕРНОЗЕМНОЙ ПОЧВЫ,
АТТЕСТОВАННОГО НА ПОКАЗАТЕЛИ ПЛОДОРОДИЯ

© Г. А. Ступакова, Е. Э. Игнатьева, Т. И. Щиплецова, Д. К. Митрофанов

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт агрохимии им. Д. Н. Прянишникова»
(ФГБНУ «ВНИИ агрохимии»), г. Москва, Российская Федерация
e-mail: vniia@list.ruПоступила в редакцию – 10 сентября 2019 г., после доработки – 16 октября 2019 г.
Принята к публикации – 16 октября 2019 г.

В статье авторами представлена информация о необходимости разработки стандартного образца почвы чернозема южного среднесуглинистого, аттестованного на показатели плодородия. Описаны сведения об этапах разработки стандартного образца: отбор и подготовка почвенного материала в полевых условиях; процедура усреднения почвенного материала.

При определении метрологических характеристик стандартного образца оценены характеристики неоднородности и стабильности материала стандартного образца.

Авторами работы получены результаты аттестации стандартного образца по агрохимическим показателям, корректность установления которых подтверждена результатами в двадцати трех аккредитованных лабораториях.

Разработанный стандартный образец зарегистрирован в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов под номером ГСО 11369–2019 – стандартный образец состава (агрохимических показателей) почвы чернозем южный среднесуглинистый (САЧюжП-02). Стандартный образец предназначен для метрологического обеспечения агроэкологического мониторинга лабораторий агропромышленного комплекса.

Ключевые слова: стандартный образец, чернозем южный среднесуглинистый, плодородие почвы, отбор проб, агрохимические показатели, межлабораторная аттестация

DEVELOPMENT OF A BLACK SOIL REFERENCE MATERIAL, CERTIFIED FOR
FERTILITY INDICATORS

© Galina A. Stupakova, Elena E. Ignatyeva, Tatiana I. Shchipletsova, Dmitry K. Mitrofanov

All-Russian Research Institute of Agrochemistry (VNIIA),
Moscow, Russian Federation
e-mail: vniia@list.ru**Ссылка при цитировании:**

Разработка стандартного образца черноземной почвы, аттестованного на показатели плодородия / Г. А. Ступакова [и др.] // Стандартные образцы. 2019. Т. 15. № 4. С. 33–40. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-4-33-40.

For citation:

Stupakova G. A., Ignatyeva E. E., Shchipitsova T. I., Mitrofanov D. K. Development of a black-earth soil reference material, tested for fertility indicators. Reference materials. 2019; 15(4): 33–40. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-4-33-40 (In Russ.).

Received – 10 September, 2019. Revised – 16 October, 2019.

Accepted for publication – 16 October, 2019.

The authors provide information on the need to develop a reference material (RM) of the southern middle loamy black soil certified for fertility indicators. The information about the stages of RM development is described: selection and preparation of soil material in the field; procedure of averaging soil material.

In the determination of the RM metrological characteristics, the heterogeneity and stability characteristics of the RM are evaluated.

The authors demonstrated the results of the RM certification for agrochemical indicators. The correctness of these results is confirmed by the results obtained in twenty-three accredited laboratories.

The developed RM is registered in the State Register of the Approved Types of Certified Reference Materials under the number GSO 11369–2019 – the RM for composition (of agrochemical indicators) of the southern middle loamy black soil (SACHyuzhP-02).

The RM is intended for metrological support of agroecological monitoring of agroindustrial complex laboratories.

Keywords: reference materials, southern medium loamy black soil, soil fertility, sampling, agrochemical indicators, inter-laboratory certification

Введение

Для получения достоверной информации о плодородии обследуемых земель и осуществлении контроля качества проведения анализов при агроэкологическом мониторинге возникает необходимость в разработке стандартных образцов (СО), соответствующих по матрице типу анализируемого объекта (в данном случае типу почвы). Создание стандартных образцов почв осложняется высокой гетерогенностью и пространственной изменчивостью исходного материала для создания СО, возможностью нестабильности аттестованных значений во времени и изменения химического состава СО.

Согласно классификации почв России, черноземы южные распространены в южных, наиболее засушливых районах черноземной зоны (районы Поволжья, Приуралья, Северного Кавказа, Нижнего Дона и Западной Сибири). Эти почвы обладают высоким естественным плодородием, широко используются в сельском хозяйстве [1]. Сельскохозяйственная освоенность южных черноземов высокая: в европейской части России она превышает 50 %, с продвижением на восток распаханность снижается и увеличивается количество пастбищ. Основными показателями плодородия южных черноземов является содержание гумуса, pH среды и подвижных форм макро- и микроэлементов. Мощность гумусового горизонта южных черноземов небольшая (30–65 см); содержание гумуса может достигать 2,3–7,0 %; емкость поглощения высокая (32–45 мг-экв на 100 г почвы); реакция среды близка к нейтральной (pH 7,0–8,0) [2].

Развитие рынка производства СО (как и любой продукции) прежде всего, определяется спросом на неё, который зависит в первую очередь от наличия необ-

ходимости их применения. Основными потребителями рынка СО почв являются аккредитованные испытательные лаборатории, проводящие измерения показателей плодородия почв для целей агроэкологического мониторинга.

ФГБНУ «ВНИИ агрохимии» в 2016–2017 гг. провел анализ потребности в СО в 250 испытательных лабораториях АПК (Центры и станции агрохимической службы, НИИ сельскохозяйственного профиля, экологические лаборатории). Результаты анкетирования, полученные от 228 адресатов, показали нехватку СО при проведении экологического и агрохимического мониторингов [3].

При большом ассортименте разрабатываемых ФГБНУ «ВНИИ агрохимии» СО почв, аттестованных на показатели плодородия, ряд почвенных разновидностей (южные черноземы, серые лесные почвы и др.) оказался не обеспечен матричными стандартными образцами. В этой связи представляет интерес изготовление стандартного образца чернозема южного среднесуглинистого как средства метрологического обеспечения при обязательном агрохимическом обследовании и изучении физико-химических особенностей южных черноземов.

Материалы и методы

Отбор и подготовка исходного материала стандартного образца

Отбор почвенного материала производился в Бузулукском районе Оренбургской области, в полевых условиях. Для этой цели выбрали почву, которая характеризуется заданными в ТЗ величинами агрохимических показателей, при этом учитывали данные

последнего цикла агрохимического обследования. Предварительно выбрали несколько участков, удовлетворяющих заданным требованиям. Участки наметили на полях, где удобрения (органические, минеральные, торф) не вносились в течение 3 последних лет.

На выбранных участках из пахотного горизонта отобрали по одному смешанному образцу почвы (массой около 2 килограмм). Были выполнены анализы по всем агрохимическим показателям, после чего решили вопрос о выборе участка для отбора почвенного материала СО.

Материал СО почвы чернозем южный среднесуглинистый был отобран с участков площадью 8 м² на глубину пахотного горизонта (0–20 см). Масса исходного материала составила 500 кг. Подготовку СО (измельчение, сушка, усреднение) проводили в соответствии с МУ [4]. Почвенный материал был высушен на воздухе при температуре не выше +30 °С, измельчен на размольной машине с просеиванием через сито с диаметром 2 мм. Оставшиеся на сите органические остатки (камни и др. включения) отбрасывались.

Усреднение почвенного материала проводилось по методике «ручного усреднения».

При «ручном усреднении» был использован брезент размером 3×3 м. Почвенный материал распределяли равномерным слоем на брезенте. За прикрепленные к углам брезента веревки поочередно тянули на себя противоположные углы, собирая таким образом почвенную массу в центре брезента. Усреднение почвенного материала происходило при его перекачивании в валу. Затем почву распределяли на поверхности брезента и снова собирали в центре. Полного усреднения достигали после 20 циклов смешивания.

После усреднения материал СО расфасовали во избежание вторичного разусреднения.

Для упаковки материала СО были использованы двойные полиэтиленовые пакеты размером 10×10 см. Материал СО насыпали во внутренний пакет, плотно закрывали в виде скатки, чтобы почва при встряхивании и вибрации не разусреднялась, и скрепляли резинкой. Этикетку помещали между двойными пакетами.

Многолетняя практика применения СО показала, что такая упаковка предохраняет от разусреднения материала СО в процессе использования.

Результаты исследований

Исследование неоднородности материала СО

Оценивали однородность материала создаваемого СО состава (агрохимических показателей) почвы чернозем южный среднесуглинистый (САЧюжП-02) по схеме однофакторного дисперсионного анализа [5].

Этапы оценивания однородности СО состава (агрохимических показателей) почвы чернозем южный среднесуглинистый (САЧюжП-02).

1. Исследование однородности материала СО проводили до начала испытаний в целях утверждения типа.

2. Оценку характеристик однородности материала СО рассчитывали для каждого аттестуемого показателя.

3. От усредненного материала СО случайным образом отобрали 13 проб. В каждой пробе были выполнены по 6 параллельных определений в условиях повторяемости. Все определения проводились в одинаковых условиях.

4. Массу наименьшей представительной пробы для оценки однородности определили индивидуально для каждого аттестуемого показателя.

5. При исследовании однородности материала СО применяли те же методы измерений, что и при аттестационных измерениях, с той же массой аналитической пробы.

6. Анализ почвенных проб, отобранных для определения неоднородности после усреднения материала СО, проводили в один день в случайном порядке (13 проб 6 параллельных измерений).

7. Результаты измерений были представлены в виде таблицы на примере оценки однородности содержания подвижного фосфора (табл. 1).

Результаты измерений при оценивании однородности СО состава (агрохимических показателей) почвы чернозем южный среднесуглинистый (САЧюжП-02) были выполнены Испытательной лабораторией ФГБУ станция агрохимической службы «Бузулукская» (аттестат аккредитации № RA.RU.515392) с использованием средств измерений: спектрофотометр «ПромЭкоЛаб / PromEcoLab» ПЭ-5400В, фотометр пламенный ПФА-378, спектрофотометр модель В-1200 № VER 1608004, анализатор жидкости «Экотест-2000», спектрометр КВАНТ-2АТ. Измерения аттестуемых характеристик материала СО проводились фотометрическим, ионометрическим, турбидиметрическим, комплексонометрическим, атомно-абсорбционным методами.

Для исследования неоднородности подготовленного материала СО были проведены измерения десяти агрохимических показателей по методикам измерений, указанным в табл. 2.

Характеристику однородности оценивали по формуле:

$$S_H' = \left[(\overline{SS_H} - \overline{SS_e}) / J \right]^{0.5} \quad (1)$$

либо при $\overline{SS_H} < \overline{SS_e}$ как $S_H = (1/3) \cdot (\overline{SS_e})^{0.5}$

Таблица 1. Результаты измерений для оценки однородности содержания подвижного фосфора, млн⁻¹
 Table 1. The measurement results for assessment of the homogeneity of the mobile phosphorus content, ppm⁻¹

Номер пробы n	Номер результата j						$\bar{X}_j$
	1	2	3	4	5	6	
1	13,0	13,0	13,2	12,9	12,7	12,9	13,0
2	13,0	13,2	13,6	13,3	13,6	13,2	13,3
3	12,2	12,6	12,5	12,7	12,7	12,5	12,5
4	13,1	12,8	13,2	13,0	13,0	13,3	13,1
5	11,5	12,2	11,7	12,5	12,5	12,4	12,1
6	12,6	12,8	13,0	12,5	12,7	13,0	12,8
7	12,2	12,8	12,5	12,9	12,4	12,9	12,6
8	13,3	13,3	13,0	12,9	13,0	13,1	13,1
9	13,3	13,2	13,0	13,0	13,2	13,0	13,1
10	11,5	11,8	12,5	12,5	12,3	12,5	12,2
11	13,6	13,6	13,3	13,0	13,2	12,7	13,2
12	12,9	12,8	12,4	12,5	12,4	12,6	12,6
13	13,1	13,0	13,2	13,0	13,0	12,8	13,0
Метрологическая характеристика	Ср. арифметич. результатов измерений $\bar{X}_n$	Сумма квадратов SSe	Сумма квадратов SSn	Квадрат отклонений внутри проб SSe	Квадрат отклонений между пробами SSn	Характеристика погрешности от неоднородности материала CO_{Sn}	
	12,82	4,4033	10,5115	0,0677	0,8760	0,3670	

Таблица 2. Перечень аттестуемых характеристик и методов измерений, использованных для аттестационных исследований

Table 2. List of certified characteristics and measurement methods used for certification studies

Агрохимический показатель почвы	Методика измерений	Метод измерения
Подвижные соединения фосфора	ГОСТ 26205–91 «Почвы. Определение подвижных соединений фосфора и калия по методу Мачигина в модификации ЦИНАО»	Фотометрический
Подвижные соединения калия	ГОСТ 26205–91 «Почвы. Определение подвижных соединений фосфора и калия по методу Мачигина в модификации ЦИНАО»	Пламенно-фотометрический
Органическое вещество	ГОСТ 26213–91 «Почвы. Методы определения органического вещества»	Фотометрический
Азот нитратов	ГОСТ 26951–86 «Почвы. Определение нитратов ионометрическим методом»	Ионометрический
Азот обменного аммония	ГОСТ 26489–85 «Почвы. Определение обменного аммония по методу ЦИНАО»	Фотометрический
Подвижные соединения серы	ГОСТ 26490–85 «Почвы. Определение подвижной серы по методу ЦИНАО»	Турбидиметрический

Продолжение табл. 2
Table 2 continuation

Агрохимический показатель почвы	Методика измерений	Метод измерения
Емкость катионного обмена	ГОСТ 17.4.4.01–84 «Охрана природы. Почвы. Методы определения емкости катионного обмена»	Комплексонометрический
Подвижные соединения бора	ГОСТ Р 50688–94 «Почвы. Определение подвижных соединений бора по методу Бергера и Труога в модификации ЦИНАО»	Фотометрический
Подвижные соединения цинка	ГОСТ Р 50686–94 «Почвы. Определение подвижных соединений цинка по методу Крупского и Александровой в модификации ЦИНАО»	Атомно-абсорбционный
Подвижные соединения марганца	ГОСТ Р 50685–94 «Почвы. Определение подвижных соединений марганца по методу Крупского и Александровой в модификации ЦИНАО»	Атомно-абсорбционный

при условии, что масса аналитической навески совпадает с наименьшей представительной пробой.

Проведение аттестации стандартного образца

При установлении аттестованных значений стандартного образца состава (агрохимических показателей) почвы чернозем южный среднесуглинистой (САЧюжП-02) и характеристик погрешности аттестованного значения использовали метод межлабораторной аттестации стандартных образцов по алгоритму, изложенному в НД [6].

Прослеживаемость результатов измерений, полученных в рамках межлабораторного эксперимента,

к единицам СИ была реализована посредством применения поверенных средств измерений компетентными, в том числе аккредитованными на соответствие ГОСТ ИСО/МЭК 17025, 23 испытательными лабораториями и строгого соблюдения процедур измерений.

Характеристику абсолютной погрешности аттестованного значения CO оценивали с учетом составляющих погрешности: погрешность установления аттестованного значения CO и характеристика погрешности от неоднородности аттестованного значения CO .

Оценка величин погрешности при аттестации CO приведена в табл. 3.

Допускаемое значение погрешности аттестованного значения CO (Δ_d), приведенное в техническом

Таблица 3. Оценка величин погрешности при аттестации CO
Table 3. Estimation of error values during RM certification

Агрохимический показатель почвы	Аттестованное значение $\hat{A}$	Характеристика погрешности межлабораторной аттестации $\Delta_{\hat{A}}$	Характеристика погрешности от неоднородности материала CO, S_H	Характеристика погрешности аттестованного значения CO с учетом погрешности от неоднородности $\Delta_{ат}$	Допускаемое значение погрешности аттестованного значения CO, Δ_d
Подвижные соединения фосфора, $млн^{-1}$	12,9	0,3	0,37	0,8	1,3
Подвижные соединения калия, $млн^{-1}$	139	3,7	1,286	5	5
Емкость катионного обмена, $ммоль/100г$	31,6	0,80	1,026	2,20	3,2
Органическое вещество, %	2,41	0,04	0,014	0,05	0,16
Подвижные соединения серы, $млн^{-1}$	3,76	0,11	0,020	0,12	0,13

Продолжение табл. 3
Table 3 continuation

Агрохимический показатель почвы	Аттестованное значение $\bar{A}$	Характеристика погрешности межлабораторной аттестации $\Delta_{\bar{A}}$	Характеристика погрешности от неоднородности материала CO, S_H	Характеристика погрешности аттестованного значения CO с учетом погрешности от неоднородности $\Delta_{ат}$	Допускаемое значение погрешности аттестованного значения $CO, \Delta_{д}$
Азот нитратов, млн ⁻¹	5,08	0,08	0,012	0,08	0,51
Азот обменного аммония, млн ⁻¹	5,59	0,26	0,02	0,26	0,29
Подвижные соединения бора, млн ⁻¹	1,21	0,05	0,006	0,05	0,11
Подвижные соединения цинка, млн ⁻¹	0,52	0,01	0,011	0,02	0,09
Подвижные соединения марганца, млн ⁻¹	9,70	0,78	0,012	0,78	0,97

задании, рассчитывалось как $1/3\Delta$ (Δ – погрешность методики измерений). Характеристику погрешности, обусловленной неоднородностью, учитывали при оценивании погрешности аттестованного значения CO ($\Delta_{ат}$) по формуле:

$$\Delta_{ат} = \sqrt{\Delta_{\bar{A}}^2 + 4 * S_H^2} \quad (2)$$

Оценка стабильности материала CO

Одним из важных критериев при разработке CO является установление срока годности на основании результатов измерений аттестуемых характеристик в рамках исследования нестабильности материала CO [7].

Предполагаемый срок годности CO состава почвы чернозема южного среднесуглинистого (САЧюжП-02) – 5 лет – устанавливается по результатам оценки содержания следующих компонентов: обменный аммоний, подвижные соединения бора по ГОСТам на методы определения. Результаты измерений при оценивании стабильности материала CO были выполнены на спектрофотометре «ПромЭкоЛаб / PromEcoLab».

Оценка стабильности осуществлялась по результатам периодического контроля аттестованных значений в течение 2,5 лет (1/2 часть предполагаемого срока годности экземпляра). В период исследования расфасованный в полиэтиленовые пакеты материал CO хранился в специальном помещении при температуре $(20 \pm 5)^\circ C$ и относительной влажности не более 70 %.

Выводы

Разработанный стандартный образец зарегистрирован в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов под номером ГСО 11369–2019 стандартный образец состава (агрохимических показателей) почвы чернозем южный среднесуглинистый (САЧюжП-02). Свидетельство об утверждении типа CO № 6142, действительно до 15.08.2024.

CO предназначен для контроля точности результатов измерений при определении состава (агрохимических показателей) почвы чернозем южный среднесуглинистый по ГОСТ 26205–91, ГОСТ 26213–91, ГОСТ 26951–86, ГОСТ 26489–85, ГОСТ 26490–85, ГОСТ 17.4.4.01–84, ГОСТ Р 50688–94, ГОСТ Р 50686–94, ГОСТ Р 50685–94. CO может быть использован для поверки, калибровки, градуировки СИ при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки, калибровки, градуировки СИ.

Вклад соавторов

Ступакова Г. А.: разработка концепции исследования, сбор литературных данных, анализ экспериментальных данных, организация экспериментальных работ по аттестации CO в межлабораторном эксперименте, критический анализ и доработка текста.

Игнатьева Е. Э.: составление технического задания, получение и обработка экспериментальных данных, организация экспериментальных работ

по аттестации СО в межлабораторном эксперименте, оформление документов по испытаниям СО в целях утверждения типа.

Щиплецова Т. И.: организация экспериментальных работ по аттестации СО в межлабораторном эксперименте, обработка экспериментальных данных, проведение измерений, выполнение вычислений, оформление.

Митрофанов Д. К.: отбор и подготовка почвенного материала, усреднение исходного материала, фасовка, упаковка, организация экспериментальных работ по аттестации СО в межлабораторном эксперименте, обработка экспериментальных данных.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

ЛИТЕРАТУРА

1. Национальный атлас почв Российской Федерации / Факультет почвоведения МГУ им. М. В. Ломоносова; под ред. член-корреспондента РАН С. А. Шобы. М.: Астрель. 2011. С. 158–159.
2. Ключин П. В., Подколзин О. А., Марын А. Н. Агроэкологическое состояние черноземов южных // Агрохимический вестник. 2008. № 5. С. 14–15.
3. Current problems in the metrological supply of tests of technogenically contaminated soils / G. A. Stupakova ed all // International scientific and practical conference Actual problems of soil science, ecology and agriculture. Kursk branch of the interregional public organization «Society of soil science to them. V. V. Dokuchaeva»: Collection of reports. Kursk, 2018. pp. 433–437.
4. Методические указания по изготовлению, исследованию и аттестации стандартных образцов состава почв / Под ред. академика РАН В. Г. Сычева. М.: ВНИИА, 2018. 56 с.
5. ГОСТ 8.531-2002 ГСИ. Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности. Издание официальное. М.: ИПК Издательство стандартов, 2003. 12 с.
6. ГОСТ 8.532-2002 ГСИ. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержание и порядок проведения работ. Издание официальное. М.: ИПК Издательство стандартов, 2003. 10 с.
7. Р 50.2.031-2003 ГСИ. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Методика оценивания характеристики стабильности. М.: Госстандарт России, 2003. 10 с.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Ступакова Галина Алексеевна – канд. биол. наук, заведующий лабораторией метрологического обеспечения агроэкологического мониторинга ФГБНУ «ВНИИ агрохимии». Российская Федерация, 127434, г. Москва, ул. Прянишникова, 31а e-mail: vniiia@list.ru

REFERENCES

1. National Atlas of Soils of the Russian Federation. ed. Corresponding Member of RAS S. A. Shoby. Moscow, Astrel. Publ., 2011, pp. 158–159. (In Russ.).
2. Kliushin P. V., Podkolzin O. A., Marin A. N. Agroecological state of southern chernozems. Agrochemical Herald. 2008. (5):14–15. (In Russ.).
3. Stupakova G. A., Ignatyeva E. E., Pankratova K. G., Shchiplestsova T. I., Mitrofanov D. K. Current problems in the metrological supply of tests of technogenically contaminated soils. Collection of reports International scientific and practical conference Actual problems of soil science, ecology and agriculture. Kursk branch of the interregional public organization «Society of soil science to them. V. V. Dokuchaeva». Kursk 2018, pp. 433–437. (In Russ.).
4. Guidelines for the manufacture, research and certification of standard samples of soil composition. ed. academician of the RAS V. G. Sychev. Moscow, VNIIA Publ., 2018, 56 p. (In Russ.).
5. GOST 8.531-2002 State system for ensuring the uniformity of measurements. Reference materials of composition of solid and disperse materials. Ways of homogeneity assessment. Moscow, IPK publishing standards, 2003, 12 p. (In Russ.).
6. GOST 8.532-2002 State system for ensuring the uniformity of measurements. Certified reference materials of composition of substances and materials. Interlaboratory metrological certification. Content and order of works. Moscow, IPK publishing standards, 2003, 10 p. (In Russ.).
7. R 50.2.031-2003 State system for ensuring the uniformity of measurements. Reference materials of the composition of substances and materials. Methodology for assessing stability characteristics. Moscow, Gosstandart of Russia, 2003, 10 p. (In Russ.).

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Galina A. Stupakova – Ph.D. (Biology), head of the laboratory of metrological support of agroecological monitoring, All-Russian Research Institute of Agrochemistry. 31a Pryanishnikova St., Moscow, 127434, Russian Federation e-mail: vniiia@list.ru

Игнатьева Елена Эдуардовна – старший научный сотрудник лабораторией метрологического обеспечения агроэкологического мониторинга ФГБНУ «ВНИИ агрохимии».

Щиплецова Татьяна Ивановна – старший научный сотрудник лабораторией метрологического обеспечения агроэкологического мониторинга ФГБНУ «ВНИИ агрохимии».

Митрофанов Дмитрий Константинович – старший научный сотрудник лабораторией метрологического обеспечения агроэкологического мониторинга ФГБНУ «ВНИИ агрохимии».

Elena E. Ignatyeva – Senior Scientist, All-Russian Research Institute of Agrochemistry.

Tatiana I. Shchipletova – Senior Scientist, All-Russian Research Institute of Agrochemistry.

Dmitriy K. Mitrofanov – Senior Scientist, All-Russian Research Institute of Agrochemistry.

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

DOI: 10.20915/2077-1177-2019-15-4-41-48
УДК 633.52:633.854.54

РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ-ИМИТАТОРОВ МАССОВОЙ ДОЛИ ОЛЕИНОВОЙ КИСЛОТЫ В МАСЛЕ СЕМЯН ПОДСОЛНЕЧНИКА

© О. С. Агафонов, С. М. Прудников

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

Поступила в редакцию – 29 июля 2019 г., после доработки – 02 октября 2019 г.
Принята к публикации – 18 октября 2019 г.

В статье представлены результаты исследований ядерно-магнитных релаксационных характеристик протонов, содержащихся в различных марках кремнийорганических жидкостей, с целью обоснования возможности их применения при разработке стандартных образцов-имитаторов массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника. Приведены данные, характеризующие ЯМ-релаксационные характеристики кремнийорганических жидкостей, различающихся по показателю вязкости. Исходя из диапазона изменения времени спин-спиновой релаксации протонов, содержащихся в масле семян подсолнечника с различной массовой долей олеиновой кислоты (157–200 мс), выбраны кремнийорганические жидкости, которые позволяют наиболее точно имитировать огибающие сигналов спинового эхо протонов масла в семенах. Разрабатываемые стандартные образцы-имитаторы предполагается использовать для градуировки ЯМР-анализаторов с целью определения массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника.

Ключевые слова: семена подсолнечника, масло, массовая доля олеиновой кислоты, ядерно-магнитная релаксация, экспресс-метод, стандартные образцы-имитаторы, вещества-имитаторы

Ссылка при цитировании:

Агафонов О. С., Прудников С. М. Разработка стандартных образцов-имитаторов массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника // Стандартные образцы. 2019. Т. 15. № 4. С. 41–48. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-4-41-48.

For citation:

Agafonov O. S., Prudnikov S. M. Development of Simulator Reference Materials of Oleic Acid Mass Fraction in Sunflower Seed Oil. Reference materials. 2019;15(4): 41–48. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-4-41-48 (In Russ.).

DEVELOPMENT OF SIMULATOR REFERENCE MATERIALS OF OLEIC ACID MASS FRACTION IN SUNFLOWER SEED OIL

© Oleg S. Agafonov, Sergey M. Prudnikov

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

Received – 29 July, 2019. Revised – 02 October, 2019.

Accepted for publication – 18 October, 2019.

The article presents the results of studying of nuclear magnetic relaxation characteristics of protons, which contain in various organosilicon fluid brands, with the aim of justifying the possibility of their use in the development of simulator reference materials (RMs) of oleic acid mass fraction in sunflower seed oil. The data characterizing the NM-relaxation characteristics of organosilicon liquids, varying in a viscosity index, are provided. Based on the range of changes in the time of spin-spin relaxation of protons containing in oil of sunflower seeds with various mass fraction of oleic acid (157–200 msec) there are select silicon organic fluids, that allow the most accurate simulation of wave-form envelopes of oil protons spin echo signals in the seeds. The simulator reference materials under development are intended for use in the calibration of NMR-analyzers for determination of oleic acid mass fraction in of sunflower seed oil.

Keywords: sunflower seeds, oil, mass fraction of oleic acid, nuclear-magnetic relaxation, express-method, simulator reference materials, simulator substances

Введение

Одним из направлений развития современной селекции масличных культур является получение семян с измененным жирнокислотным составом, что позволяет получить новые виды растительных масел с ценными потребительскими свойствами. Одним из примеров масличного сырья с измененным жирнокислотным составом масла является высокоолеиновый подсолнечник. Масло с повышенным содержанием олеиновой кислоты обладает более высокими потребительскими качествами, по этой причине стоимость семян высокоолеинового подсолнечника значительно выше семян с традиционным жирнокислотным составом. Вследствие чего перед организациями, занимающимися селекцией, производством, заготовкой и переработкой такого сырья, возникает необходимость в контроле жирнокислотного состава масла. В настоящее время содержание олеиновой кислоты в семенах подсолнечника государственными стандартами не регламентируется, а устанавливается предприятиями-переработчиками семян индивидуально.

На сегодняшний день основным способом, который является арбитражным, применяемым для определе-

ния массовой доли жирных кислот в масле семян подсолнечника, является хроматографический [1]. Данный способ имеет ряд недостатков: дорогостоящее оборудование, сложная пробоподготовка, высокие требования к квалификации персонала, применение токсичных химических растворителей.

Известен метод определения содержания олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника с использованием рефрактометрического метода, недостатками данного способа является необходимость предварительной пробоподготовки семян (извлечение масла, фильтрация и термостатирование), данный метод не подходит для масел, в которых массовая доля фосфолипидов в семенах должна быть не более 0,4 % и неомыляемых не более 0,3 %, показатель преломления масла не более 1,4717 и не менее 1,4697, кроме того не подходит для семян с массовой долей олеиновой кислоты более 84 % [2].

В научной литературе существуют упоминания о возможности с использованием ИК-спектроскопии определения содержания ненасыщенных жирных кислот в семенах льна, рапса [3, 4]. Но ввиду ряда особенностей данный метод невозможно использовать для

определения содержания олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника.

Перспективным направлением является разработка и внедрение инструментальных методов определения показателей качества масложирового сырья и продуктов их переработки с использованием импульсных методов ЯМР [5–8]. Одним из таких способов является разработанный экспресс-метод одновременного определения показателей качества семян (масличность, влажность и массовая доля олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника), он не требует дополнительной пробоподготовки, применения токсичных химических растворителей, не требует высокой квалификации от персонала, относится к неразрушающим методам анализа (что особенно актуально для селекционных предприятий) [9–11].

Для эффективного применения метода требуется разработка простых в использовании и обладающих долговременной стабильностью средств метрологического контроля, что является сложной и интересной технической задачей. Наличие соответствующих стандартных образцов и стандартизированных методик измерений обеспечивает возможность использования ЯМР-анализатора в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений в соответствии с требованиями [12], гарантирует точность и правильность получаемых результатов измерений.

Анализ литературных источников показывает, что известны следующие методы градуировки и поверки ЯМР-анализаторов для определения показателей качества масличных семян:

- использование натуральных образцов семян масличных растений [13]. Сложность их применения заключается в том, что они не обладают долговременной стабильностью физико-химических характеристик, не однородны по свойствам, что усложняет процесс градуировки;

- использование образцов-имитаторов семян на основе кремнийорганических жидкостей [14], которые характеризуются высокой долговременной стабильностью своих физико-химических характеристик (образцы могут сохранять свои свойства 10 и более лет), однородны по составу.

Таким образом, образцы-имитаторы семян на основе кремнийорганических жидкостей являются одним из способов решения проблемы создания однородных и стабильных стандартных образцов. Во ВНИИМК был разработан комплект государственных стандартных образцов утвержденных типов ГСО 3107–84 – ГСО 3112–84 масличности и влажности семян подсолнечни-

ка (в настоящее время действующие по сроку годности экземпляров), которые более 30 лет успешно эксплуатируются на предприятиях масложировой отрасли. ГСО позволяют имитировать значения масличности и влажности семян масличных культур и продуктов их переработки, устойчивы к воздействию факторов внешней среды [15].

Имитаторы сигналов свободной прецессии ядерного магнитного резонанса и спиновых эхо протонов масла в семенах масличных культур [14], включают две кремнийорганические жидкости, одна из которых имеет время спин-спиновой релаксации протонов в диапазоне (90–130) мс, а другая – с более коротким временем – (35–40) мс.

Особенности состава стандартных образцов масличности и влажности семян масличных культур не позволяют применять их для градуировки ЯМР-анализаторов по показателю массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника, так как применяемые кремнийорганические жидкости не позволяют воспроизводить характер огибающих сигналов спинового эхо протонов масла в семенах подсолнечника с различной массовой долей олеиновой кислоты.

Целью данной работы является исследование ЯМ-релаксационных характеристик кремнийорганических жидкостей для создания на их основе стандартных образцов, имитирующих ЯМ-релаксационные характеристики протонов, содержащихся в масле семян подсолнечника с различной массовой долей олеиновой кислоты.

Материалы и методы

Исследования проводились на центральной экспериментальной базе (ЦЭБ) ВНИИМК г. Краснодар в 2017–2018 гг. Жирнокислотный состав масла семян подсолнечника определяли на хроматографе «Хроматэк-Кристалл 5000» (ЗАО СКБ Хроматэк, г. Йошкар-Ола) в соответствии с нормативными документами. Массовая доля олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника подготовленных для исследований, изменялась в диапазоне от 33 % до 87 %. [1].

Для выполнения поставленной задачи были подготовлены образцы кремнийорганических жидкостей различных марок (видов), их основные характеристики представлены в табл. 1.

В исследуемых образцах кремнийорганических жидкостей кинетическая вязкость изменялась в диапазоне от 105 до 110 000 мм²/с (данные по вязкости кремнийорганических жидкостей взяты из паспортов на конкретную партию исследуемых образцов при температуре

Таблица 1. Основные характеристики исследуемых кремнийорганических жидкостей
Table 1. Main characteristics of organosilicon fluids under study

Образец кремнийорганической жидкости	Внешний вид	Вязкость кинематическая мм ² /с 20 °С
ПМС-100	Жидкость от бесцветного до желтого цвета, массовая доля примесей не более 0,01 %	105
ПМС-500		515
ПМС-1000		1015
ПМС-1500		1483
ПМС-2500		2564
ПМС-5000		5023
ПМС-10000		10560
ПМС-75000		71480
ПМС-100000		110000

20 °С (относительная погрешность измерения динамической вязкости при данной температуре составляет $\pm 10\%$) [16]. Чем больше номер кремнийорганической жидкости, тем больше ее динамическая вязкость. В свою очередь, существует зависимость ЯМ-релаксационных характеристик исследуемого образца от вязкости.

Все образцы перед исследованиями ЯМ-релаксационных характеристик выдерживались при температуре $(23 \pm 0,2)$ °С в течение 2 часов. Из образцов семян предварительно удаляли сорную примесь и поврежденные семена. ЯМ-релаксационные характеристики протонов в масле семян подсолнечника и кремнийорганических жидкостей исследовали на ЯМР-анализаторе АМВ-1006М (производитель) с управлением и обработкой результатов на базе персонального компьютера и использованием импульсного метода Карра-Парселла–Мейбума-Гилла. Относительная погрешность измерения амплитуд сигналов ЯМР не более $\pm 0,1\%$, времен спин-спиновой релаксации протонов T_2 для однокомпонентных веществ в диапазоне от 5 до 500 мс не более $\pm 0,5\%$.

Обработка экспериментальных данных производилась с использованием методов математического и физического моделирования, статистической обработки, интерполяции и корреляционного анализа из пакета программ Mathcad. 8 (Professional), Statistica for Windows и Matlab. 5.1 «Relaxsometr» [17].

Результаты исследования

В ходе проведенных ранее исследований [18, 5] установлено, что с увеличением массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника происходит значительное уменьшение времени спин-спиновой релаксации протонов масла первой компоненты

с 201 до 157 мс в диапазоне массовой доли олеиновой кислоты от 33 % до 87 %. При этом времена спин-спиновой релаксации протонов второй и третьей компонент масла и четвертой компоненты воды практически не изменяются.

На рис. 1 наглядно показано, как изменяется время спин-спиновой релаксации протонов первой компоненты масла семян подсолнечника в зависимости от массовой доли олеиновой кислоты в них.

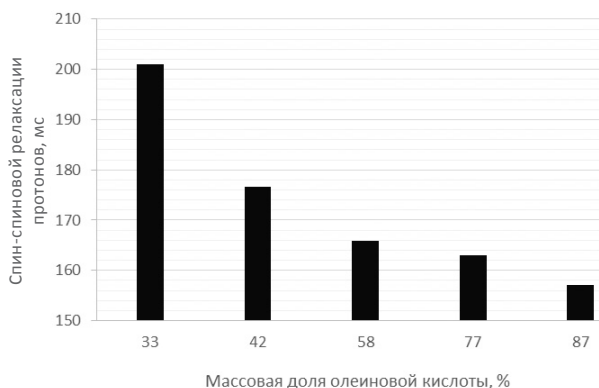


Рис. 1. Изменение времени спин-спиновой релаксации протонов первой компоненты масла семян подсолнечника в зависимости от массовой доли олеиновой кислоты

Fig. 1. Change in the protons spin-spin relaxation time of the sunflower seed oil first component, depending on the oleic acid mass fraction

Следовательно, при создании образцов-имитаторов, имитирующих огибающие сигналов спинового эхо протонов масла, содержащихся в масле семян подсолнечника, с различной массовой долей олеиновой кислоты, необходимо подобрать вещества-имитаторы, времена спин-спиновой релаксации протонов которых будут находиться в диапазоне от 150 до 200 мс.

На первом этапе были исследованы ЯМ-релаксационные характеристики более тридцати различных кремнийорганических жидкостей, отличающихся друг от друга физическими характеристиками, и выбраны десять из них для дальнейших исследований. В отобранных образцах кремнийорганических жидкостей показатель вязкости изменялся в диапазоне от 105 до 110 000 сПз. Из образцов были выделены навески по 5 г и термостатированы в течение 2 часов при температуре $(23 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$. Измерение огибающих сигналов спинового эхо протонов проводили в 5 повторах с интервалами 1 час, и последующим усреднением. На рис. 2 показаны огибающие сигналов спинового эхо протонов, содержащихся в кремнийорганических жидкостях различных марок, снятые при температуре $23 ^\circ\text{C}$.

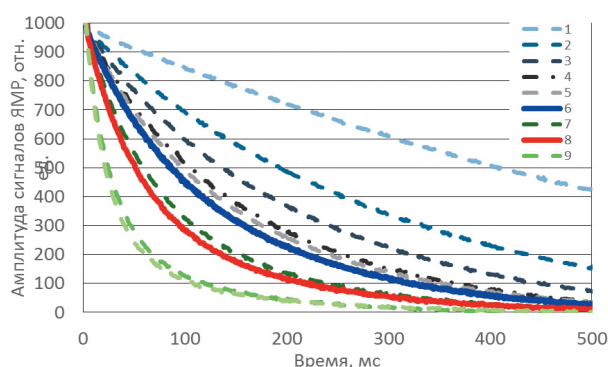


Рис. 2. Огибающие сигналов спинового эхо протонов кремнийорганических жидкостей

Fig. 2. Wave-form envelopes of spin echo signals of organosilicon fluid protons

Из данных, представленных на рис. 2, видно, что чем больше показатель вязкости жидкости, тем ее время спин-спиновой релаксации меньше. После разделения огибающих сигналов спинового эхо протонов на компоненты было установлено, что в их составе, как и в растительных маслах, можно выделить три группы протонов, отличающихся степенью связанности подвижности образующих их молекул. Выделенные группы протонов отличаются значениями времен спин-спиновой релаксации и амплитудой сигналов ЯМР. Результаты разделения исследуемых образцов кремнийорганических жидкостей на компоненты представлены в табл. 2.

Из данных табл. 2 можно сделать вывод, что с увеличением вязкости кремнийорганической жидкости возрастает амплитуда сигналов ЯМР протонов первой и второй компонент, в 16 и 300 раз соответственно в исследуемом диапазоне вязкости кремнийорганических жидкостей. В то же время амплитуда сигналов ЯМР третьей компоненты снижается в 6 раз с 750 до 138 отн. ед. С увеличением вязкости кремнийорганической жидкости уменьшается время спин-спиновой релаксации протонов первой компоненты с 912 до 135 мс, второй компоненты – с 758 до 28 мс. Время спин-спиновой релаксации протонов третьей компоненты незначительно увеличивается.

Наибольший интерес представляет время спин-спиновой релаксации протонов компонент, так как именно оно является показателем, демонстрирующим степени связи отдельных протонов, а, следовательно, и структуры исследуемых веществ.

Таблица 2. ЯМ-релаксационные характеристики протонов, содержащихся в исследуемых образцах кремнийорганических жидкостей различных марок

Table 2. NM-relaxation proton characteristics contained in the studied samples of organic-silicon liquids of various grades

Номер образца кремний органической жидкости	Время спин-спиновой релаксации протонов компонент, мс			Амплитуда сигналов ЯМР протонов, отн. ед.		
	T21	T22	T23	A1	A2	A3
ПМС-100	912	758	3	11	1	750
ПМС-500	322	56	2	17	16	554
ПМС-1000	231	62	2	16	43	512
ПМС-1500	223	72	2	22	108	441
ПМС-2500	215	80	3	15	178	370
ПМС-5000	191	67	2	19	185	369
ПМС-10000	162	56	6	11	304	242
ПМС-75000	155	49	6	16	321	215
ПМС-100000	135	28	8	75	362	138

В ходе анализа результатов проведенных исследований установлено, что оптимальным, исходя из сформулированных выше требований, является выбор кремнийорганических жидкостей номер ПМС-5000 и ПМС-75000 с временами спин-спиновой релаксации протонов первых компонент соответственно 191 и 155 мс. Различные соотношения этих жидкостей позволят наиболее точно имитировать огибающие сигналов спинного эхо протонов масла, содержащихся в семенах подсолнечника, в диапазоне массовой доли олеиновой кислоты от 30 % до 90 %.

Следующим этапом было создание и исследование смесей указанных кремнийорганических жидкостей для имитации масла семян подсолнечника с различным значением времен спин-спиновой релаксации, соответствующих интересующему диапазону массовой долей олеиновой кислоты от 30 % до 90 %. На рис. 3 представлены огибающие сигналов спинного эхо, полученные от протонов масла в семенах подсолнечника с массовой долей олеиновой кислоты 81 % и от протонов смеси кремнийорганических жидкостей ПМС-5000 и ПМС-7500 в соотношении 35:65.

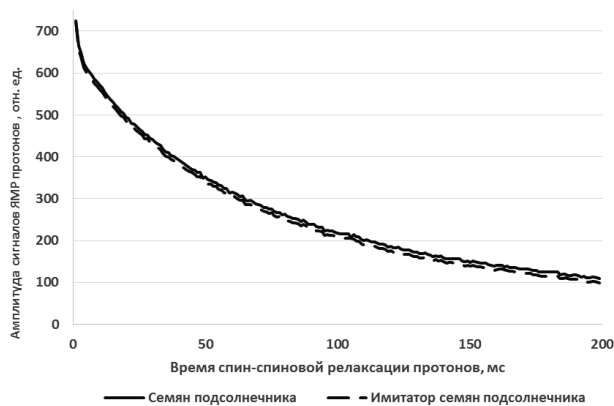


Рис. 3. Огибающие сигналов спинного эхо протонов, содержащихся в масле семян подсолнечника с массовой долей олеиновой кислоты 81 % и его имитаторе при температуре 23 °С

Fig. 3. Wave-form envelopes of the spin echo signals of protons contained in sunflower seed oil with an oleic acid mass fraction of 81 % and its simulator at a temperature of 23 °C

ЛИТЕРАТУРА

- ГОСТ 30418–96. Масла растительные. Метод определения жирнокислотного состава. Минск, Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации, 2013.
- ГОСТ 28238–89 Подсолнечник. Метод определения массовой доли олеиновой кислоты по показателю преломления масла. М.: ИПК Издательство стандартов, 2010.

Огибающие сигналов спинного эхо, представленные на рис. 3, показывают, что выбранные по результатам исследования кремнийорганические жидкости ПМС-5000 и ПМС-7500 позволяют с достаточной точностью имитировать сигналы ЯМР, фиксируемые от протонов масла, содержащегося в семенах подсолнечника.

Обсуждение и заключения

В результате проведенных исследований ЯМ-релаксационных характеристик протонов, содержащихся в кремнийорганических жидкостях, были выбраны две кремнийорганические жидкости. Применение смесей выбранных жидкостей при создании образцов-имитаторов позволяет достаточно точно имитировать ЯМ-релаксационные характеристики протонов, содержащихся в масле семян подсолнечника с различной массовой долей олеиновой кислоты. Время спин-спиновой релаксации протонов первой жидкости составляет 190 мс, а второй – 155 мс, а их смеси в разных соотношениях позволяют имитировать различные значения массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника.

Разработан и запатентован комплект стандартных образцов-имитаторов [19], состоящий из 6 образцов-имитаторов, позволяющий имитировать массовую долю олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника от 30 % до 90 %.

Стандартные образцы-имитаторы характеризуются высокой долговременной стабильностью своих физико-химических показателей, значительно упрощают процесс градуировки, а их использование не требует специальных знаний от операторов. Погрешность аттестованных значений при соблюдении условий эксплуатации не превышает 2 %.

По результатам предварительных исследований погрешность определения олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника с использованием импульсного метода ЯМР и разработанных стандартных образцов-имитаторов не должна превышать 5 %.

REFERENCES

- GOST 30418–96. Vegetable oils. Method for determination of fatty acid content. Minsk, 2013. (In Russ.).
- GOST 28238–89 Sunflower. Method for determination of oleic acid mass fraction according to the oil refraction index. Moscow, IPK publishing standards, 2010. (In Russ.).

3. Горшкова Э. К., Горшков В. И. Экспресс-анализ содержания олеиновой кислоты в масле семени ярового рапса с улучшенным жирнокислотным профилем // Вестник Воронежского государственного аграрного университета. 2018. № 2. С. 59–65. DOI: 10.17238/issn2071–2243.2018.2.59
4. Экспресс-оценка содержания основных жирных кислот в масле семян рапса с помощью ИК-спектроскопии / С. Г. Ефименко [и др.] // Масличные культуры. 2015. № 4(164). С. 35–40.
5. Способ определения содержания олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника: пат. 2366935 РФ; заявл. 24.04.2008; Бюл. № 25.
6. ГОСТ 31757–2012 Масла растительные, жиры животные и продукты их переработки. Определение содержания твердого жира методом импульсного ядерно-магнитного резонанса, 2014.
7. Экологически безопасный экспресс-способ оценки качества рапсовых лецитинов с применением метода ядерно-магнитной релаксации / О. С. Агафонов [и др.] // Новые технологии. 2016. № 3. С. 11–16.
8. Способ идентификации масличных семян льна и продуктов их переработки / С. М. Прудников [и др.] // Известия вузов. Пищевая технология. 2006. № 2–3.
9. Высокоолеиновый подсолнечник и современные методы контроля содержания олеиновой кислоты / О. С. Агафонов [и др.] // Пищевая промышленность: наука и технология. 2013. № 4 (22). С. 91–94.
10. Применение метода ЯМР для определения содержания олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника / О. С. Агафонов [и др.] // Развитие биологических и постгеномных технологий для оценки качества сельскохозяйственного сырья и создания продуктов здорового питания: материалы 18 междунар. науч.-практич. конф., посвященная памяти В. М. Горбачева. М, 2015. С. 24–27.
11. Влияние массовой доли олеиновой кислоты на ЯМР характеристики протонов, содержащихся в семенах подсолнечника и в подсолнечных маслах / С. М. Прудников // Научно-практический журнал «Технология и товароведение инновационных пищевых продуктов». 2017. № 5(46). С. 3–8.
12. Об обеспечении единства измерений: федер. закон Рос. Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 11 июня 2008 года: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 18 июня 2008 г. // Рос. газета. 2008. 2 июля
13. The minispec Масличность и влажность в семенах и орехах. [Электронный ресурс] // Компания «Спектранта» URL: http://spectrante.ru/images/pdf_series/Zernovie.pdf
14. Имитатор сигналов свободной прецессии ядерного магнитного резонанса и спиновых эхо от масла в семенах масличных культур: пат. 2191998, РФ; заявл. 22.11.2000; опубл. 27.10.2002.
3. Gorshkova E. K., Gorshkov V. I. EXPRESS Analysis of oleic acid content in spring rapeseed oil with an improved fatty acid profile. Vestnik of Voronezh state agrarian university. 2018;(2):59–65. DOI: 10.17238/issn2071–2243.2018.2.59. (In Russ.).
4. Efimenko S. G., Efimenko S. K., Kucherenko L. A., Nagalevskaya Ya A. Quick-assay of the content of the main fatty acids in oil of rapeseed seeds by means of IR-spectrometry. Oil Crops. 2015; 4(164);35–40. (In Russ.).
5. Vityuk B. Ya., Gorelikova I. A. A method for determining the content of oleic acid in oil of sunflower seeds. Patent RF, no. 2366935, 2008. (In Russ.).
6. GOST 31757–2012 Animal and vegetable fats and oils and their derivatives. Determination of solid fat content. Pulsed nuclear magnetic resonance method. Moscow, Standardform, 2014. (In Russ.).
7. Agafonov O. S., Prudnikov S. M., Kornen N. N., Shakhrai T. A., Viktorova E. P. Environmentally friendly express-method of rapeseed lecithins quality estimation using nuclear magnetic relaxation method. New Technologies. 2016;(3):11–16. (In Russ.).
8. Prudnikov S. M., Blyagoz A. I., Ukraintseva I. I., Shazzo A. A. A method for the identification of oilseeds of flax and products of their processing. News of universities. Food technology. 2006;(2–3). (In Russ.).
9. Agafonov O. S., Vityuk B. Ya., Gorelikova I. A., Efimenko S. G., Zverev L. V., Prudnikov S. M. High oleic sunflower and modern methods for controlling the content of oleic acid. Food Industry: Science and Technology. 2013;4(22):91–94. (In Russ.).
10. Agafonov O. S., Prudnikov S. M., Zverev L. V., Rusnak G. V. Application of the NMR method to determine the content of oleic acid in sunflower seed oil. Materials of the 18th International Scientific and Practical Conference dedicated to the memory of V. M. Gorbachev «Development of biological and post-genomic technologies for assessing the quality of agricultural raw materials and creating healthy food products. Moscow, 2015. pp. 24–27. (In Russ.).
11. Prudnikov S. M., Agafonov O. S., Zverev L. V., Viktorova E. P., Shakhrai T. A. The influence of the mass fraction of oleic acid on the NMR characteristics of the protons contained in sunflower seeds and sunflower oils. Technology and merchandising of the innovative foodstuff. 2017;5(46):3–8. (In Russ.).
12. Federal law «On ensuring the uniformity of measurements» No FZ-102 of 26.06.2008. Available at: http://fundmetrology.ru/depository/01_npa/102-fz_2015.pdf. (In Russ.).
13. The minispec Oil content and moisture in seeds and nuts. Available at: URL: http://spectrante.ru/images/pdf_series/Zernovie.pdf
14. Vityuk B. Ya., Gorelikova I. A., Prudnikov S. M. A simulator of signals of free precession of nuclear magnetic resonance and spin echoes from oil in oilseeds. Patent RF, no. 2191998, 2002. (In Russ.).

15. ГСО 3107–84 Стандартный образец масличности и влажности семян подсолнечника (комплект) [Электронный ресурс] // Росстандарт [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/393823>. (дата обращения: 20.06.2019).

16. ГОСТ 13032–77 Жидкости полиметилсилоксановые. Технические условия. М.: ИПК Издательство стандартов, 1997. 16 с.

17. Система приема и обработки сигналов импульсных релаксометров ядерного магнитного резонанса / С. М. Прудников [и др.]. // Свидетельство об официальной регистрации программы для ЭВМ № 2001610425. Москва, 17 апреля 2001 г.

18. Прудников С. М. Научно-практическое обоснование способов идентификации и оценки качества масличных семян и продуктов их переработки на основе метода ядерной магнитной релаксации автореф. дис. ... д-ра техн. наук. Краснодар. ВНИИМК, 2003, 244 С.

19. Имитатор свободной прецессии ядерного магнитного резонанса и спинного эхо масла с различной массовой долей олеиновой кислоты в семенах подсолнечника: пат. 2677644 РФ; заявл. 18. 01.2019.

15. GSO 3107–84 Reference material of oil content and humidity of sunflower seeds (set). Available at: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/393823>. (accessed 20.06.2019). (In Russ.).

16. GOST 13032–77 Polymethylsiloxane fluids. Specifications. Moscow, IPK publishing standards, 1997, 16 p. (In Russ.).

17. Prudnikov S. M. et al. A system for receiving and processing signals from pulsed relaxometers of nuclear magnetic resonance. Certificate of official registration of the computer program no. 2001610425. Moscow, April 17, 2001. (In Russ.).

18. Prudnikov S. M. The scientific and practical substantiation of methods of identification and quality assessment of oilseeds and products of their processing on the basis of a method of nuclear magnetic relaxation: the Dissertation. Dr. tech. sciences. Krasnodar. 2003. 244 p. (In Russ.).

19. Prudnikov S. M., Agafonov O. S., Zverev L. V., Vitiuk B. Ya., Gorelikova I. A. Simulator of a free precession of nuclear magnetic resonance and spin echo oil with a different mass fraction of oleic acid in sunflower seeds. Patent RF, no. 2677644, 2019. (In Russ.).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

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

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

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

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

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

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

DOI: 10.20915/2077-1177-2019-15-4-49-52

УДК 519.254

ОЦЕНКА СОГЛАСОВАННОГО ЗНАЧЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ ИЗМЕРЕНИЙ С МИНИМАЛЬНЫМ УВЕЛИЧЕНИЕМ ИХ НЕОПРЕДЕЛЁННОСТИ

© П. М. Аронов

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

Поступила в редакцию – 20 июня 2019 г., после доработки – 22 июля 2019 г.

Принята к публикации – 10 сентября 2019 г.

В данной статье автором предложен метод оценивания согласованного значения результатов межлабораторных измерений, позволяющий уменьшить неопределённость оценки по сравнению с известными методами. Метод основан на выделении в несогласованных данных наибольшего согласованного подмножества результатов, неопределённости которых не увеличиваются при вычислении согласованного значения.

Ключевые слова: межлабораторные измерения, несогласованные данные, согласованное значение, неопределённость

DOI: 10.20915/2077-1177-2019-15-4-49-52

ESTIMATION OF CONSENSUS VALUE OF INTERLABORATORY MEASUREMENT RESULTS ACCOMPANIED BY A MINIMUM INCREASE IN ASSOCIATED UNCERTAINTY

© Peter M. Aronov

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

In this article, the author proposed a method for estimating the consensus value of interlaboratory measurement results, which makes it possible to reduce the uncertainty of the consensus value in comparison with the known

Ссылка при цитировании:

Аронов П. М. Оценка согласованного значения результатов межлабораторных измерений с минимальным увеличением их неопределённости // Стандартные образцы. 2019. Т. 15. № 4. С. 49–52. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-4-49-52.

For citation:

Aronov P. M. Estimation of consensus value of interlaboratory measurement results accompanied by a minimum increase in associated uncertainty. Reference materials. 2019; 15(4): 49–52. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-4-49-52 (In Russ.).

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

methods. The method is based on the selection of the largest consist subset of the results, the uncertainties of which do not increase when calculating the agreed value in the inconsistent data.

Keywords: interlaboratory measurements, inconsistent data, consensus value, uncertainty

Применение межлабораторного эксперимента при характеристике стандартных образцов и другие задачи метрологии приводят к необходимости оценивания значения измеряемой величины μ по данным измерений $\{x_i, u_i\}$, $i = 1, n$ (результат измерения и его стандартная неопределённость), полученных в n независимых лабораториях. Часто предполагают нормальность распределений погрешностей. В этом случае оценкой максимального правдоподобия значения измеряемой величины является взвешенное среднее

$$\bar{x}_0 = u_0^2 \sum_{i=1}^n u_i^{-2} x_i, \quad (1)$$

где

$$u_0^2 = \left(\sum_{i=1}^n u_i^{-2} \right)^{-1}, \quad (2)$$

есть квадрат стандартной неопределённости (дисперсия) оценки (1). При этом статистика

$$g = \sum_{i=1}^n \frac{(x_i - \bar{x}_0)^2}{u_i^2} \quad (3)$$

имеет хи-квадрат распределение и должен выполнять-ся хи-квадрат тест, т. е.

$$g \leq \chi^2(P; n-1), \quad (4)$$

где $\chi^2(P; n-1)$ – P -квантиль хи-квадрат распределения с $n-1$ степенями свободы. В этом случае считается, что данные $\{x_i, u_i\}$, $i = 1, n$ согласованы. Если условие (4) не выполняется, то данные не согласованы. Это говорит о том, что результаты измерений некоторых лабораторий содержат систематические погрешности, не включённые в заявленные неопределённости.

Несо согласованность данных, то есть разброс результатов измерений x_i между лабораториями может быть смоделирован с помощью нормального распределения с центром в искомом значении измеряемой величины μ и межлабораторной дисперсией σ^2 . В этом случае для согласования данных стандартные неопределённости каждой лаборатории увеличивают с u_i^2 до $u_i^2 + \sigma^2$, $i = 1, n$ и далее вычисляется взвешенное среднее $\bar{x}_{\sigma^2}$ и его дисперсия $u_{\sigma^2}^2$ по формулам (1) и (2) с новыми весами. Известны методы оценивания параметра σ^2 , например метод максимального правдоподобия, Der Simonian-Laird или алгоритм Mandel – Paule [1].

В последнем значении параметра σ^2 находят из уравнения

$$\sum_{i=1}^n \frac{(x_i - \bar{x}_{\sigma^2})^2}{u_i^2 + \sigma^2} = n-1 \quad (5)$$

исходя из того, что статистика в левой части (5) при надлежащем выборе значения σ^2 имеет хи-квадрат распределение и, следовательно, математическое ожидание, равное $n-1$. После увеличения описанным образом неопределённостей результатов измерений лабораторий данные становятся согласованными.

Очевидным недостатком такого подхода является не всегда оправданное увеличение неопределённостей результатов измерений всех лабораторий и, как следствие, увеличение неопределённости искомой оценки значения измеряемой величины. В настоящей работе предлагается более экономный в отношении увеличения неопределённости способ согласования данных с помощью выделения в них максимальной уже согласованной части результатов измерений, неопределённости которых нет нужды увеличивать.

Воспользуемся схемой, предложенной в [2]. Если условие согласованности (4) для n лабораторий не выполняется, упорядочим пары данных $\{x_i, u_i\}$, $i = 1, n$ так, что

$$\frac{(x_1 - \bar{x}_0)^2}{u_1^2} < \frac{(x_2 - \bar{x}_0)^2}{u_2^2} < \dots < \frac{(x_n - \bar{x}_0)^2}{u_n^2} \quad (6)$$

Отбросим данные лаборатории с номером n и заново пересчитаем оценки (1), (2) и хи-квадрат статистику (3) для $n-1$ лабораторий. Будем повторять процесс, пока при некотором k впервые выполнится условие согласованности

$$\sum_{i=1}^k \frac{(x_i - \bar{x}_k)^2}{u_i^2} \leq \chi^2(P; k-1) \quad (7)$$

$$\bar{x}_k = \left(\sum_{i=1}^k u_i^{-2} \right)^{-1} \sum_{i=1}^k u_i^{-2} x_i$$

Таким образом, мы выделили максимальное подмножество согласованных данных возможным размером $k = 2, \dots, n$. Далее в [2] предлагается считать данные, не входящие в найденное подмножество, статистическими выбросами и отбросить их, полагая оценкой согласованного значения $\bar{x}_k$. Это оправданно если

размер согласованного подмножества велик, а число выбросов мало, но для общего случая такой подход представляется слишком расточительным. Мы предлагаем не отбрасывать результаты лабораторий, не попавшие в наибольшее согласованное подмножество, а лишь увеличить их неопределённости до уровня, необходимого для согласования.

Рассмотрим параметрическое семейство статистик

$$\bar{x}_\lambda = u_\lambda^2 \left(\sum_{i=1}^k u_i^{-2} x_i + \sum_{i=k+1}^n (u_i^2 + \lambda)^{-1} x_i \right),$$

$$u_\lambda^2 = \left(\sum_{i=1}^k u_i^{-2} + \sum_{i=k+1}^n (u_i^2 + \lambda)^{-1} \right)^{-1}, \quad (8)$$

$$g(\lambda) = \sum_{i=1}^k \frac{(x_i - \bar{x}_\lambda)^2}{u_i^2} + \sum_{i=k+1}^n \frac{(x_i - \bar{x}_\lambda)^2}{u_i^2 + \lambda}, \quad (9)$$

где параметр $\lambda \geq 0$ задаёт увеличение дисперсий у части данных, не входящих в наибольшее согласованное подмножество. При надлежащем выборе значения параметра λ (8) есть оценка измеряемой величины и её дисперсия, (9) – статистика хи-квадрат, построенная с учётом увеличения дисперсий несогласованной части данных. В предположении, что разброс результатов измерений в группе данных, не входящих в наибольшее согласованное подмножество описывается нормальным распределением с дисперсией σ^2 , статистика (8) при значении параметра $\lambda = \sigma^2$ имеет хи-квадрат распределение с $n-1$ степенями свободы и математическим ожиданием равным $n-1$. Это даёт основание по аналогии с Mandel – Paule алгоритмом (5) выбрать значение параметра λ из уравнения

$$g(\lambda) = n-1 \quad (10)$$

Трудность заключается в том, что уравнение (10) в отличие от уравнения (5) не всегда имеет решение. Дифференцируя (9), не трудно показать, что

$$\frac{dg(\lambda)}{d\lambda} = - \sum_{i=k+1}^n \frac{(x_i - \bar{x}_\lambda)^2}{(u_i^2 + \lambda)^2} < 0 \quad (11)$$

и, следовательно, функция $g(\lambda)$ монотонно убывает с ростом λ , причём

$$\lim_{\lambda \rightarrow \infty} g(\lambda) = \sum_{i=1}^k \frac{(x_i - \bar{x}_k)^2}{u_i^2} \quad (12)$$

Отсюда с учётом условия (7) для наибольшего согласованного подмножества следует, что уравнение (10) имеет решение тогда и только тогда, когда

$$\sum_{i=1}^k \frac{(x_i - \bar{x}_k)^2}{u_i^2} \leq \chi^2(P; k-1) < n-1 \quad (13)$$

Выполнение условия (13) зависит только от соотношения числа лабораторий n и размера найденного наибольшего согласованного подмножества k . При достаточно малых k оно выполняется и решение уравнения (10) легко может быть найдено численно. Оно является статистической оценкой межлабораторной дисперсии σ^2 . При подстановке его в формулы (8) мы получаем аналог Mandel-Paule оценки согласованного значения и квадрат его стандартной неопределённости.

Если условие (13) не выполняется и уравнение (10) не имеет решения, то необходимое значение λ можно найти из неравенства

$$g(\lambda) \leq \chi^2(P; n-1), \quad (14)$$

которое непосредственно имеет смысл условия согласованности данных всех n лабораторий. Неравенство (14) всегда имеет решение. Покажем это. Из (12) и условия согласованности (7) вытекает, что для произвольного $\varepsilon > 0$ и достаточно больших λ выполняется неравенство

$$g(\lambda) \leq \chi^2(P; k-1) + \varepsilon \quad (15)$$

Из свойств хи-квадрат распределения следует, что $\chi^2(P; k-1) < \chi^2(P; n-1)$ если $k < n$. Выберем $\varepsilon = \chi^2(P; n-1) - \chi^2(P; k-1)$ и при подстановке в (15) получим доказываемое неравенство (14).

В случае когда оценка для параметра σ^2 выбирается путём решения неравенства (14), для квадрата неопределённости взвешенного среднего (8) следует использовать корректирующий множитель Бирге

$$u_{cor}^2(\bar{x}_{\sigma^2}) = u_{\sigma^2}^2 \frac{g(\sigma^2)}{n-1} \leq u_{\sigma^2}^2 \frac{\chi^2(P; n-1)}{n-1} \quad (16)$$

Таким образом, предлагаемый алгоритм при согласованных данных ($k = n$) даёт стандартное решение (1), при несогласованных данных ($1 < k < n$) по построению гарантирует меньшую неопределённость, чем рекомендуемые в [1] методы и лишь в случае отсутствия согласованного множества ($k \leq 1$) эквивалентен им (совпадает с Mandel – Paule алгоритмом).

Проиллюстрируем работу предлагаемого алгоритма на примере оценки согласованного значения результатов межлабораторных измерений высшей теплоты сгорания для стандартного образца состава каменного угля 20 лабораториями.

На рис. 1 результаты лабораторий и их расширенные неопределённости выстроены в соответ-

ствии с алгоритмом так, что в левой части оказалось выделенное наибольшее согласованное подмножество. В данном случае оно состоит из 10 лабораторий, то есть составляет половину от числа участников эксперимента. Оставшиеся участники в соответствии с алгоритмом расположены в порядке возрастания несогласованности их результатов. Вертикальным пунктиром показано увеличение расширенной неопределённости этих результатов для согласования данных в соответствии с алгоритмом.

В данном случае оценка межлабораторной дисперсии σ^2 была найдена как решение уравнения (10), так как для $P = 0.95$, $k = 10$, $n = 20$ условие (13)

$$\chi^2(0.95; 9) = 16.9 < 19$$

выполняется и уравнение (10) имеет решение (рис. 1). Соответствующее согласованное значение на графике изображено в виде сплошной горизонтальной линии, а границы его расширенной неопределённости в виде горизонтальных пунктирных линий.

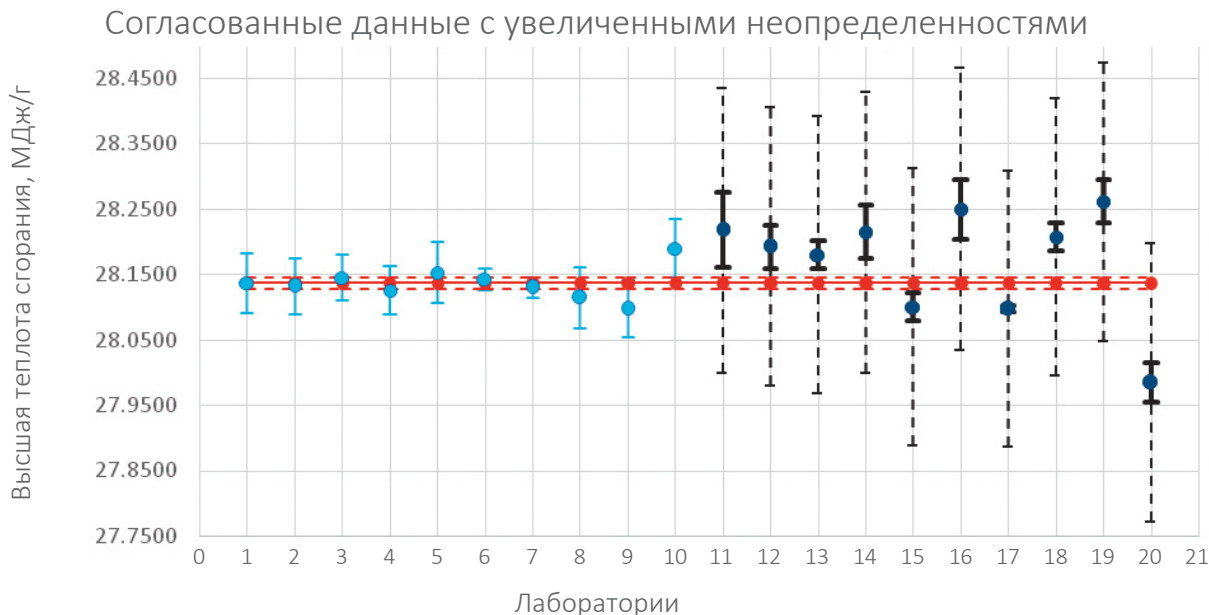


Рис. 1. Стандартный образец состава каменного угля

Fig. 1. Reference material of coal composition

ЛИТЕРАТУРА

1. CCQM Guidance note: Estimation of consensus KCRV and associated Degrees of Equivalence. Version: 10, Date: 2013-04-12
2. Cox M. G. The evaluation of key comparison data: determining the largest consistent subset// Metrologia. 2007.V.44. P. 187–200.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Аронов Петр Михайлович – ведущий научный сотрудник лаборатории математического моделирования измерительных процессов и систем ФГУП «Уральского научно-исследовательского института метрологии». Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: AronovPM@uniim.ru

REFERENCES

1. CCQM Guidance note: Estimation of consensus KCRV and associated Degrees of Equivalence. Version: 10, 12 Apr 2013 .
2. Cox M. G. The evaluation of key comparison data: determining the largest consistent subset. Metrologia 2007;44:187–200.

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Petr M. Aronov – Leading Researcher, Laboratory of Mathematical Modeling of Measurement Processes and Systems, Ural Scientific Research Institute for Metrology (UNIIM). 4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg, 620075, Russian Federation
e-mail: AronovPM@uniim.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 11343–2019 СО СОСТАВА РУДЫ
ВОЛЬФРАМОВОЙ МЕСТОРОЖДЕНИЯ «ВЕРХНЕЕ
КАЙРАКТИНСКОЕ» (РВСК-2)**

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 при соответствии методикам градуировки.

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 полиэтиленовую банку с плотно закручивающейся крышкой и этикеткой.

**ГСО 11344–2019 СО СОСТАВА РУДЫ ВОЛЬФРАМОВОЙ
МЕСТОРОЖДЕНИЯ «ВЕРХНЕЕ КАЙРАКТИНСКОЕ» (РВСК 3)**

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 при соответствии методикам градуировки.

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 полиэти-

леновую банку с плотно закручивающейся крышкой и этикеткой.

**ГСО 11345–2019 СО СОСТАВА РУДЫ
ВОЛЬФРАМОВОЙ МЕСТОРОЖДЕНИЯ «ВЕРХНЕЕ
КАЙРАКТИНСКОЕ» (РВСК-4)**

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 при соответствии методикам градуировки.

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 полиэтиленовую банку с плотно закручивающейся крышкой и этикеткой.

**ГСО 11346–2019 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ,
ТОЛЩИНЫ ОЛОВЯННОГО ПОКРЫТИЯ И ПОДСЛОЯ
НИКЕЛЯ НА МЕДИ
(СО УНИИМ ППТ О/Н/М 1)**

СО предназначен для испытаний в целях утверждения типа, градуировки СИ, совместно с другими СО, поверки, калибровки СИ поверхностной плотности и толщины покрытий, аттестации методик измерений.

Область применения – черная и цветная металлургия.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – поверхностная плотность оловянного покрытия и никелевого подслоя, г/м²; толщина оловянного покрытия и никелевого подслоя, мкм.

Основание СО изготовлено из меди марки М1 по ГОСТ 859-2014 в виде диска диаметром 30 мм, высотой 10 мм. Никелевый подслой наносится из никеля марки Н-0 по ГОСТ 849-2008 способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84 на одну из сторон

основания. Оловянное покрытие наносится из олова марки О1 по ГОСТ 860–75 поверх никелевого подслоя способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. На СО с обратной стороны рабочей поверхности наклеена этикетка. Образец упакован в футляр, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

Разработчик стандартного образца: Федеральное государственное унитарное предприятие «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»).

ГСО 11347-2019 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ, ТОЛЩИНЫ ОЛОВЯННОГО ПОКРЫТИЯ И ПОДСЛОЯ НИКЕЛЯ НА МЕДИ

(СО УНИИМ ППТ О/Н/М 2)

СО предназначен для испытаний в целях утверждения типа, градуировки СИ, совместно с другими СО, поверки, калибровки СИ поверхностной плотности и толщины покрытий, аттестации методик измерений.

Область применения – черная и цветная металлургия.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – поверхностная плотность оловянного покрытия и никелевого подслоя, г/м²; толщина оловянного покрытия и никелевого подслоя, мкм.

Основание СО изготовлено из меди марки М1 по ГОСТ 859-2014 в виде диска диаметром 30 мм, высотой 10 мм. Никелевый подслой наносится из никеля марки Н-0 по ГОСТ 849-2008 способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84 на одну из сторон основания. Оловянное покрытие наносится из олова марки О1 по ГОСТ 860–75 поверх никелевого подслоя способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. На СО с обратной стороны рабочей поверхности наклеена этикетка. Образец упакован в футляр, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

Разработчик стандартного образца: Федеральное государственное унитарное предприятие «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»).

ГСО 11348-2019 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ, ТОЛЩИНЫ ОЛОВЯННОГО ПОКРЫТИЯ И ПОДСЛОЯ НИКЕЛЯ НА МЕДИ

(СО УНИИМ ППТ О/Н/М 3)

СО предназначен для испытаний в целях утверждения типа, градуировки СИ, совместно с другими СО, повер-

ки, калибровки СИ поверхностной плотности и толщины покрытий, аттестации методик измерений.

Область применения – черная и цветная металлургия.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – поверхностная плотность оловянного покрытия и никелевого подслоя, г/м²; толщина оловянного покрытия и никелевого подслоя, мкм.

Основание СО изготовлено из меди марки М1 по ГОСТ 859-2014 в виде диска диаметром 30 мм, высотой 10 мм. Никелевый подслой наносится из никеля марки Н-0 по ГОСТ 849-2008 способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84 на одну из сторон основания. Оловянное покрытие наносится из олова марки О1 по ГОСТ 860–75 поверх никелевого подслоя способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. На СО с обратной стороны рабочей поверхности наклеена этикетка. Образец упакован в футляр, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

Разработчик стандартного образца: Федеральное государственное унитарное предприятие «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»).

ГСО 11349-2019 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ, ТОЛЩИНЫ ОЛОВЯННОГО ПОКРЫТИЯ И ПОДСЛОЯ НИКЕЛЯ НА МЕДИ

(СО УНИИМ ППТ О/Н/М 4)

СО предназначен для испытаний в целях утверждения типа, градуировки СИ, совместно с другими СО, поверки, калибровки СИ поверхностной плотности и толщины покрытий, аттестации методик измерений.

Область применения – черная и цветная металлургия.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – поверхностная плотность оловянного покрытия и никелевого подслоя, г/м²; толщина оловянного покрытия и никелевого подслоя, мкм.

Основание СО изготовлено из меди марки М1 по ГОСТ 859-2014 в виде диска диаметром 30 мм, высотой 10 мм. Никелевый подслой наносится из никеля марки Н-0 по ГОСТ 849-2008 способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84 на одну из сторон основания. Оловянное покрытие наносится из олова марки О1 по ГОСТ 860–75 поверх никелевого подслоя способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. На СО с обратной стороны рабочей поверхности накле-

ена этикетка. Образец упакован в футляр, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

Разработчик стандартного образца: Федеральное государственное унитарное предприятие «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»).

ГСО 11350-2019 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ, ТОЛЩИНЫ ОЛОВЯННОГО ПОКРЫТИЯ И ПОДСЛОЯ НИКЕЛЯ НА МЕДИ

(СО УНИИМ ППТ О/Н/М 5)

СО предназначен для испытаний в целях утверждения типа, градуировки СИ, совместно с другими СО, поверки, калибровки СИ поверхностной плотности и толщины покрытий, аттестации методик измерений.

Область применения – черная и цветная металлургия.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – поверхностная плотность оловянного покрытия и никелевого подслоя, г/м²; толщина оловянного покрытия и никелевого подслоя, мкм.

Основание СО изготовлено из меди марки М1 по ГОСТ 859-2014 в виде диска диаметром 30 мм, высотой 10 мм. Никелевый подслой наносится из никеля марки Н-0 по ГОСТ 849-2008 способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84 на одну из сторон основания. Оловянное покрытие наносится из олова марки О1 по ГОСТ 860–75 поверх никелевого подслоя способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. На СО с обратной стороны рабочей поверхности наклеена этикетка. Образец упакован в футляр, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении. Разработчик стандартного образца: Федеральное государственное унитарное предприятие «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»).

ГСО 11351-2019 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ, ТОЛЩИНЫ ОЛОВЯННОГО ПОКРЫТИЯ И ПОДСЛОЯ НИКЕЛЯ НА МЕДИ

(СО УНИИМ ППТ О/Н/М 6)

СО предназначен для испытаний в целях утверждения типа, градуировки СИ, совместно с другими СО, поверки, калибровки СИ поверхностной плотности и толщины покрытий, аттестации методик измерений.

Область применения – черная и цветная металлургия.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – поверхностная плотность оловянного покрытия и никелевого подслоя, г/м²; толщина оловянного покрытия и никелевого подслоя, мкм.

Основание СО изготовлено из меди марки М1 по ГОСТ 859-2014 в виде диска диаметром 30 мм, высотой 10 мм. Никелевый подслой наносится из никеля марки Н-0 по ГОСТ 849-2008 способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84 на одну из сторон основания. Оловянное покрытие наносится из олова марки О1 по ГОСТ 860–75 поверх никелевого подслоя способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. На СО с обратной стороны рабочей поверхности наклеена этикетка. Образец упакован в футляр, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

Разработчик стандартного образца: Федеральное государственное унитарное предприятие «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»).

ГСО 11352-2019 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ, ТОЛЩИНЫ ОЛОВЯННОГО ПОКРЫТИЯ И ПОДСЛОЯ НИКЕЛЯ НА МЕДИ

(СО УНИИМ ППТ О/Н/М 7)

СО предназначен для испытаний в целях утверждения типа, градуировки СИ, совместно с другими СО, поверки, калибровки СИ поверхностной плотности и толщины покрытий, аттестации методик измерений.

Область применения – черная и цветная металлургия.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – поверхностная плотность оловянного покрытия и никелевого подслоя, г/м²; толщина оловянного покрытия и никелевого подслоя, мкм.

Основание СО изготовлено из меди марки М1 по ГОСТ 859-2014 в виде диска диаметром 30 мм, высотой 10 мм. Никелевый подслой наносится из никеля марки Н-0 по ГОСТ 849-2008 способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84 на одну из сторон основания. Оловянное покрытие наносится из олова марки О1 по ГОСТ 860–75 поверх никелевого подслоя способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. На СО с обратной стороны рабочей поверхности наклеена этикетка. Образец упакован в футляр, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

Разработчик стандартного образца: Федеральное государственное унитарное предприятие «Уральский на-

учно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»).

**ГСО 11353-2019 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ, ТОЛЩИНЫ ОЛОВЯННОГО ПОКРЫТИЯ И ПОДСЛОЯ НИКЕЛЯ НА МЕДИ
(СО УНИИМ ППТ О/Н/М 8)**

СО предназначен для испытаний в целях утверждения типа, градуировки СИ, совместно с другими СО, поверки, калибровки СИ поверхностной плотности и толщины покрытий, аттестации методик измерений.

Область применения – черная и цветная металлургия.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – поверхностная плотность оловянного покрытия и никелевого подслоя, г/м²; толщина оловянного покрытия и никелевого подслоя, мкм.

Основание СО изготовлено из меди марки М1 по ГОСТ 859-2014 в виде диска диаметром 30 мм, высотой 10 мм. Никелевый подслоя наносится из никеля марки Н-0 по ГОСТ 849-2008 способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84 на одну из сторон основания. Оловянное покрытие наносится из олова марки О1 по ГОСТ 860–75 поверх никелевого подслоя способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. На СО с обратной стороны рабочей поверхности наклеена этикетка. Образец упакован в футляр, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

Разработчик стандартного образца: Федеральное государственное унитарное предприятие «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»).

**ГСО 11354-2019 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ, ТОЛЩИНЫ ОЛОВЯННОГО ПОКРЫТИЯ И ПОДСЛОЯ НИКЕЛЯ НА МЕДИ
(СО УНИИМ ППТ О/Н/М 9)**

СО предназначен для испытаний в целях утверждения типа, градуировки СИ, совместно с другими СО, поверки, калибровки СИ поверхностной плотности и толщины покрытий, аттестации методик измерений.

Область применения – черная и цветная металлургия.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – поверхностная плотность оловянного покрытия и никелевого подслоя, г/м²; толщина оловянного покрытия и никелевого подслоя, мкм.

Основание СО изготовлено из меди марки М1 по ГОСТ 859-2014 в виде диска диаметром 30 мм, высотой 10 мм. Никелевый подслоя наносится из никеля марки Н-0 по ГОСТ 849-2008 способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84 на одну из сторон основания. Оловянное покрытие наносится из олова марки О1 по ГОСТ 860–75 поверх никелевого подслоя способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. На СО с обратной стороны рабочей поверхности наклеена этикетка. Образец упакован в футляр, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

Разработчик стандартного образца: Федеральное государственное унитарное предприятие «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»).

**ГСО 11355-2019 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ, ТОЛЩИНЫ ОЛОВЯННОГО ПОКРЫТИЯ И ПОДСЛОЯ НИКЕЛЯ НА МЕДИ
(СО УНИИМ ППТ О/Н/М 10)**

СО предназначен для испытаний в целях утверждения типа, градуировки СИ, совместно с другими СО, поверки, калибровки СИ поверхностной плотности и толщины покрытий, аттестации методик измерений.

Область применения – черная и цветная металлургия.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин,

Аттестованная характеристика СО – поверхностная плотность оловянного покрытия и никелевого подслоя, г/м²; толщина оловянного покрытия и никелевого подслоя, мкм.

Основание СО изготовлено из меди марки М1 по ГОСТ 859-2014 в виде диска диаметром 30 мм, высотой 10 мм. Никелевый подслоя наносится из никеля марки Н-0 по ГОСТ 849-2008 способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84 на одну из сторон основания. Оловянное покрытие наносится из олова марки О1 по ГОСТ 860–75 поверх никелевого подслоя способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. На СО с обратной стороны рабочей поверхности наклеена этикетка. Образец упакован в футляр, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

Разработчик стандартного образца: Федеральное государственное унитарное предприятие «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»).

ГСО 11356-2019 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ, ТОЛЩИНЫ ОЛОВЯННОГО ПОКРЫТИЯ И ПОДСЛОЯ НИКЕЛЯ НА МЕДИ

(СО УНИИМ ППТ О/Н/М 11)

СО предназначен для испытаний в целях утверждения типа, градуировки СИ, совместно с другими СО, поверки, калибровки СИ поверхностной плотности и толщины покрытий, аттестации методик измерений.

Область применения – черная и цветная металлургия.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – поверхностная плотность оловянного покрытия и никелевого подслоя, г/м²; толщина оловянного покрытия и никелевого подслоя, мкм.

Основание СО изготовлено из меди марки М1 по ГОСТ 859-2014 в виде диска диаметром 30 мм, высотой 10 мм. Никелевый подслоя наносится из никеля марки Н-0 по ГОСТ 849-2008 способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84 на одну из сторон основания. Оловянное покрытие наносится из олова марки О1 по ГОСТ 860–75 поверх никелевого подслоя способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. На СО с обратной стороны рабочей поверхности наклеена этикетка. Образец упакован в футляр, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

Разработчик стандартного образца: Федеральное государственное унитарное предприятие «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»).

ГСО 11357-2019 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ, ТОЛЩИНЫ ОЛОВЯННОГО ПОКРЫТИЯ И ПОДСЛОЯ НИКЕЛЯ НА МЕДИ

(СО УНИИМ ППТ О/Н/М 12)

СО предназначен для испытаний в целях утверждения типа, градуировки СИ, совместно с другими СО, поверки, калибровки СИ поверхностной плотности и толщины покрытий, аттестации методик измерений.

Область применения – черная и цветная металлургия.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – поверхностная плотность оловянного покрытия и никелевого подслоя, г/м²; толщина оловянного покрытия и никелевого подслоя, мкм.

Основание СО изготовлено из меди марки М1 по ГОСТ 859-2014 в виде диска диаметром 30 мм, высотой 10 мм. Никелевый подслоя наносится из никеля

марки Н-0 по ГОСТ 849-2008 способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84 на одну из сторон основания. Оловянное покрытие наносится из олова марки О1 по ГОСТ 860–75 поверх никелевого подслоя способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. На СО с обратной стороны рабочей поверхности наклеена этикетка. Образец упакован в футляр, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

Разработчик стандартного образца: Федеральное государственное унитарное предприятие «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»).

ГСО 11358-2019 СО ПОРИСТОСТИ НАНОПОРИСТОГО ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

(ХПРП AL₂O₃ СО УНИИМ)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений характеристик пористости нанопористых материалов методом ртутной порометрии. СО может применяться для калибровки, поверки ртутных порозиметров, для испытаний ртутных порозиметров и СО в целях утверждения типа, а также для различных видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО установленным требованиям.

Область применения – научные исследования, наноиндустрия.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – удельный объем пор (мм³/г), медиана диаметров пор (нм), преобладающий диаметр пор (нм), удельный объем вдавненной ртути (мм³/г).

Материалом СО является нанопористый оксид алюминия по ТУ 2163-015-94262278-2009, который представляет собой гранулы длиной от 3 мм до 9 мм, толщиной 3 мм. СО расфасован по 5 г в стеклянные банки с завинчивающимися крышками. Каждый экземпляр СО имеет этикетку.

ГСО 11359-2019 СО ПОРИСТОСТИ МЕМБРАНЫ НА ОСНОВЕ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ (AL₂O₃-9000 СО УНИИМ)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений характеристик пористости материалов методом ртутной порометрии. СО можно применять для калибровки, поверки ртутных порозиметров, для испытаний ртутных порозиметров и СО в целях утверждения типа, а также

для различных видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО установленным требованиям.

Область применения – научные исследования, nanoиндустрия.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – удельный объем пор ($\text{мм}^3/\text{г}$), медиана диаметров пор (нм), преобладающий диаметр пор (нм), удельный объем вдуваемой ртути ($\text{мм}^3/\text{г}$).

Материалом СО являются фильтрующие мембраны из керамического оксида алюминия по ТУ 3614-001-18985634-2006 в виде кубов с длиной ребра около 8 мм. СО расфасованы по 6 штук в пластмассовые или картонные коробки с этикеткой.

ГСО 11360-2019 СО МАССОВОЙ ДОЛИ АМФОТЕРИЦИНА Б

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли основного вещества исходной фармацевтической субстанции амфотерицина Б. СО может использоваться для поверки и калибровки анализаторов, СИ массовой доли амфотерицина Б, при соответствии метрологических и технических характеристик СО требованиям методик поверки, калибровки СИ.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля амфотерицина Б, %.

Материал СО представляет собой желтый или оранжевый порошок без запаха, содержащий амфотерицин Б; материал расфасован в стеклянные ампулы с этикеткой емкостью 10 см^3 , закрытые герметичной алюминиевой крышечкой ампулы помещены в картонные футляры, устройство которых предохраняет СО от резких ударов и загрязнения.

ГСО 11361-2019 СО МАССОВОЙ ДОЛИ СЕРОВОДОРОДА, МЕТИЛМЕРКАПТАНА И ЭТИЛМЕРКАПТАНА В НЕФТИ (СО СМЗ-ПА)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли сероводорода, метилмеркаптана и этил-

меркаптана в нефти, газовых конденсатах и легких углеводородных фракциях нефти по ГОСТ Р 50802–95, ГОСТ 33690–2015 и ГОСТ 32918–2014. СО могут применяться для поверки и калибровки СИ массовой доли сероводорода, метилмеркаптана и этилмеркаптана в нефти, газовых конденсатах и легких углеводородных фракциях нефти при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик поверки, калибровки.

Область применения – нефтехимическая, нефтеперерабатывающая, химическая промышленности.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля сероводорода, метилмеркаптана и этилмеркаптана (млн^{-1}). СО представляет собой стабилизированную нефть (по ГОСТ Р 51858–2002), расфасованную в стеклянную ампулу с этикеткой, объем материала в ампуле 1 см^3 , 2 см^3 или 5 см^3 .

ГСО 11362-2019/ГСО 11365-2019 СО БРОНЗ

БЕЗОЛОВЯННЫХ ТИПОВ БрАЖМц10-3-1,5, БрАМц9-2, БрАЖН10-4-4 (НАБОР ИСО БР1 – ИСО БР4)

СО предназначен для градуировки СИ при определении состава бронз безоловянных (ГОСТ 18175–78) спектральными методами, аттестации методик измерений. СО могут применяться для контроля точности результатов измерений при определении состава бронз безоловянных (ГОСТ 18175–78), 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.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля элементов, %.

Набор ИСО БР1 – ИСО БР4 состоит из четырех типов СО; материал СО приготовлен из бронз безоловянных типов БрАЖМц10-3-1,5, БрАМц9-2, БрАЖН10-4-4 в виде монолитных экземпляров цилиндрической формы диаметром (38–42) мм, высотой (18–22) мм (ГОСТ 20068.1–79).

ГСО 11366-2019 СО СОСТАВА РАСТВОРА ЭФИРОВ ОРТОФТАЛЕВОЙ КИСЛОТЫ (ФТАЛАТОВ) В МЕТАНОЛЕ (6ФТЛТ-ВНИИМ)

СО предназначен для обеспечения метрологической прослеживаемости результатов измерений в рамках проведения международных сличений национальных эталонов единиц величин под эгидой Международного бюро мер и весов (МБМВ) в рамках Соглашения CIPM MRA;

- разработки и аттестации референтных методик измерений и методик измерений, контроля точности;
- калибровки и/или градуировки СИ;
- испытаний СО в целях утверждения типа;
- межлабораторных сравнительных испытаний и других видов высокоточных метрологических работ.

Область применения – испытания и контроль качества продукции, в т. ч. метрологического назначения, полимерная и резинотехническая промышленность, пищевая промышленность, охрана окружающей среды, научные исследования.

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный.

Аттестованная характеристика СО – массовая концентрация фталатов, мг/см³, массовая доля фталатов, мг/г. Материал СО представляет собой раствор шести индивидуальных фталатов (диметилфталата, диэтилфталата, ди(н-бутил)фталата, бензилбутилфталата, ди(2-этилгексил)фталата, ди(н-октил)фталата) в метаноле, расфасованный по (2,0±0,1) см³ в стеклянные герметично запаенные ампулы номинальным объемом 5 см³ с этикеткой, упакованные в коробки из картона для потребительской тары (ГОСТ 7933–89).

ГСО 11367–2019 СО СТАЛИ ЛЕГИРОВАННОЙ ТИПА 45Г17ЮЗ (ИСО ЛГ69)

СО предназначен для градуировки СИ при определении состава сталей (ТУ 14-1-779-2005 «Прокат сортовой из стали марки 45Г17ЮЗ») спектральными методами, аттестации методик измерений.

СО может применяться для контроля точности результатов измерений при определении состава сталей (ТУ 14-1-779-2005 «Прокат сортовой из стали марки 45Г17ЮЗ»), 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.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля элементов, %.

Материал СО приготовлен из стали легированной типа 45Г17ЮЗ в виде монолитных экземпляров цилиндрической формы диаметром (48–52) мм, высотой (24–28) мм (ГОСТ 7565–81, ГОСТ Р ИСО 14284–2009).

ГСО 11368–2019 СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ДНК ПЛАЗМИДЫ pUC 18 В ВОДНОМ РАСТВОРЕ

СО предназначена для контроля точности результатов измерений массовой концентрации ДНК плазмиды pUC 18, поверки, калибровки и испытаний в целях

утверждения типа амплификаторов с детекцией в режиме реального времени.

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

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный.

Аттестованная характеристика СО – массовая концентрация ДНК плазмиды pUC 18, нг/мм³ (нг/мкл).

Материал СО представляет собой прозрачную бесцветную жидкость объемом 5 мм³, содержащую ДНК плазмиды pUC 18 в водном растворе, разлитую в криопробирки вместимостью 0,6 см³.

ГСО 11369–2019 СО СОСТАВА (АГРОХИМИЧЕСКИХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ) ПОЧВЫ ЧЕРНОЗЕМ ЮЖНЫЙ СРЕДНЕСУГЛИНИСТЫЙ (САЧюжП-02)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений при определении состава (агрохимических показателей) почвы чернозем южный среднесуглинистый по ГОСТ 26205–91, ГОСТ 26213–91, ГОСТ 26951–86, ГОСТ 26489–85, ГОСТ 26490–85, ГОСТ 17.4.4.01–84, ГОСТ Р 50688–94, ГОСТ Р 50686–94, ГОСТ Р 50685–94. СО может быть использован для поверки, калибровки, градуировки СИ при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки, калибровки, градуировки СИ.

Область применения – сельское хозяйство, охрана окружающей среды.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – агрохимические показатели почвы.

Материал СО изготовлен из почвы чернозем южный среднесуглинистый (САЧюжП-02), высушенной до воздушно-сухого состояния. СО расфасован массой 300 г и упакован в герметично закрытый полиэтиленовый пакет с этикеткой.

ГСО 11370–2019/ГСО 11374–2019 СО СОСТАВА АЛЮМИНИЯ ВТОРИЧНОГО И СПЛАВОВ АЛЮМИНИЕВЫХ (НАБОР VSAV)

СО предназначены для градуировки СИ, применяемых при определении состава алюминия вторичного марок: АВ97, АВ91, АВ87 (ГОСТ 295–98), сплавов алюминиевых литейных марок: АК5М, АК5М2 (ГОСТ 1583–93), а также сплавов алюминиевых деформируемых марок: Д16ч, Д18, АК4, АК4–1, АК4–1ч, АК6, ММ, АМц, АМцС, Д12, АМг0,5, АМг1, АМг1,5, АМг2, АМг2,5, АМг3,

АД31, АД33, АД35, АВ, Д1П, Д16П, СвАМц, СвАМг3, СвАК5 (ГОСТ 4784–97) спектральными методами; аттестации методик измерений состава алюминия вторичного и алюминиевых сплавов. СО могут применяться при поверке СИ, испытаниях СИ и СО в целях утверждения типа, контроле точности результатов измерений при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки СИ, программах испытаний и методиках измерений

Область применения – металлургия.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля элементов, %.

Материалы СО изготовлены методом плавления из алюминия марки А95 (ГОСТ 11069–2001) с введением примесей в виде двойных лигатур на основе алюминия. СО представляют собой цилиндры диаметром (45 ± 5) мм, высотой (10–50) мм или стружку толщиной (0,1–0,5) мм. СО в виде цилиндров помещены в индивидуальную, снабженную этикеткой упаковку, обеспечивающую сохранность при транспортировке. На нерабочую поверхность каждого цилиндра нанесен индекс СО. СО в виде стружки расфасованы минимальной массой 50 г в полиэтиленовые пакеты или банки с наклеенными этикетками. Количество типов СО в наборе – 5.

ГСО 11375–2019 СО ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА НЕФТИ (ФСН-ТЦСМ)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений показателей фракционного состава нефти и нефтепродуктов по ГОСТ 2177–99 (метод Б). СО может быть использован для аттестации методик измерений фракционного состава нефти. **Область применения:** нефтехимическая, нефтеперерабатывающая, химическая промышленности.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – выход фракций до температуры 200 °С и 300 °С, %

Материалом СО является смесь нефти месторождений России. Материал СО расфасован не менее чем по 0,45 дм³ в стеклянные или пластмассовые бутылки. Бутылки с материалом СО плотно закрыты полиэтиленовыми пробками и закручивающимися пластмассовыми крышками, которые затем залиты парафином. Каждый экземпляр СО имеет этикетку.

ГСО 11376–2019 СО ПОРИСТОСТИ МЕМБРАНЫ НА ОСНОВЕ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ (АL₂O₃–60000 СО УНИИМ)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений характеристик пористости материалов методом ртутной порометрии. СО можно применять для калибровки, поверки ртутных порозиметров, для испытаний ртутных порозиметров и СО в целях утверждения типа, а также для различных видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО установленным требованиям.

Область применения – научные исследования, наноиндустрия.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – удельный объем пор, мм³/г; медиана диаметров пор, нм; преобладающий диаметр пор, нм; удельный объем вдавненной ртути, мм³/г.

Материалом СО являются фильтрующие мембраны из керамического оксида алюминия по ТУ 3614-001-18985634-2006 в виде кубов с длиной ребра около 8 мм. СО расфасованы по 6 штук в пластмассовые или картонные коробки с этикеткой.

ГСО 11377–2019 СО СОСТАВА АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ (АК СО УНИИМ)

СО предназначен для калибровки, градуировки СИ, поверки и испытаний СИ, в том числе в целях утверждения типа, передачи единицы массовой доли аскорбиновой кислоты СО состава аскорбиновой кислоты методом сравнения, аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений содержания аскорбиновой кислоты.

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

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

Аттестованная характеристика СО – массовая доля аскорбиновой кислоты, %.

Материал СО представляет собой белый порошок аскорбиновой кислоты, расфасованный по (5–10) г в двойные герметичные полиэтиленовые пакеты с этикеткой. Внутренний пакет изготовлен из темного полиэтилена.

ГСО 11378–2019 СО СОСТАВА РАСТВОРА ПАРАТИОН-МЕТИЛА (ПМ СО УНИИМ)

СО предназначен для калибровки, градуировки СИ, поверки и испытаний хроматографов, в том числе в целях утверждения типа, передачи единицы массовой кон-

центрации паратион-метила СО состава раствора паратион-метила методом сравнения, аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений содержания паратион-метила.

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

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

Аттестованная характеристика СО – массовая концентрация паратион-метила, мкг/см³.

Материал СО представляет собой раствор паратион-метила (О, О-диметил-О-(4-нитрофенил)-тиофосфат) в гексане, расфасованный по (3–5) см³ в стеклянные виалы с кримповой крышкой, с этикеткой.

ГСО 11379–2019 СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ГЕКСАНЕ (СО НПГ-ПА)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой концентрации нефтепродуктов в водах и почвах по ПНД Ф 14.1:2.4.128–98, ФР.1.31.2012.13170, МУК 4.1.1262–03, ПНД Ф 14.1:2.116–97, ПНД Ф 16.1.41–04, ПНД Ф 14.1:2.62–96, МУ 08–47/255, РД 34.37.310–97, ФР.1.31.2017.27860, ФР.1.31.2017.27560, ФР.1.31.2017.27548, ФР.1.31.2017.27298, ФР.1.31.2017.25975, ФР.1.31.2013.14845, ФР.1.31.2005.01511, ФР.1.31.2004.01180. СО может применяться для поверки и калибровки СИ массовой концентрации нефтепродуктов в водах и почвах при условии соответствия его метрологических характеристик требованиям методик поверки и калибровки.

Область применения – экология, химическая промышленность.

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный.

Аттестованная характеристика СО – массовая концентрация нефтепродуктов, г/дм³.

СО представляет собой раствор масла турбинного Т-22 (по ГОСТ 32–74) в н-гексане (по ТУ 2631–003–05807999–98), расфасованный в стеклянную ампулу с этикеткой, объем материала в ампуле 2 см³, 5 см³ или 10 см³. СО выпускается взамен ГСО 10408–2014.

ГСО 11380–2019 СО СОСТАВА И СВОЙСТВ НЕФТИ (СО СС-ТН-ПА-1)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений плотности нефти по ГОСТ Р 51069–97, ГОСТ ISO 3675–2014, ГОСТ Р ИСО 3675–2007, ГОСТ 33364–2015, Р 50.2.075–2010, ГОСТ 3900–85, кинематической вяз-

кости нефти по ГОСТ 33–2016, массовой доли серы по ГОСТ Р 51947–2002, ГОСТ 32139–2013, ГОСТ Р 50442–92, массовой доли воды по ГОСТ 2477–2014, ГОСТ 33700–2015, ГОСТ Р 54284–2010, ГОСТ 33733–2016, массовой доли механических примесей по ГОСТ 6370–83 и массовой концентрации хлористых солей в нефти по ГОСТ 21534–76. СО может применяться для поверки и калибровки СИ плотности, кинематической вязкости, массовой доли серы, воды, механических примесей и массовой концентрации хлористых солей при условии соответствия его метрологических характеристик требованиям методик поверки и калибровки.

Область применения – нефтехимическая, нефтеперерабатывающая, химическая промышленности.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений, межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля серы, воды и механических примесей, %; массовая концентрация хлористых солей, мг/дм³, плотность при 15 °С и 20 °С, кг/м³; кинематическая вязкость при 20 °С, мм²/с.

СО представляет собой стабилизированную нефть (по ГОСТ Р 51858–2002), разлитую в стеклянный флакон с этикеткой, объем материала во флаконе не менее (250, 350, 500, 850, 1050) см³. СО выпускается взамен ГСО 10407–2014.

ГСО 11381–2019 СО СОСТАВА И СВОЙСТВ НЕФТИ (СО СС-ТН-ПА-2)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли хлорорганических соединений в нефти и нафте по ГОСТ Р 52247–2004 и давления насыщенных паров нефти по ГОСТ 1756–2000, ГОСТ Р 52340–2005, ГОСТ Р 8.601–2010, ГОСТ 33361–2015, ГОСТ 31874–2012 (методы А, В), ГОСТ 28781–90. СО могут применяться для поверки и калибровки СИ массовой доли хлорорганических соединений и давления насыщенных паров при условии соответствия его метрологических характеристик требованиям методик поверки и калибровки.

Область применения – нефтехимическая, нефтеперерабатывающая, химическая промышленности.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля хлорорганических соединений в нефти и нафте в пересчете на органически связанный хлор, млн^{–1}, давление насыщенных паров при температуре (37,8±0,1) °С, кПа.

СО представляет собой раствор изоамилхлорида (Alfa Aesar, США) в стабилизированной неф-

ти (по ГОСТ Р 51858–2002), расфасованный в стеклянные флаконы с этикеткой, закрытые полиэтиленовой пробкой с плотно завинчивающейся крышкой, объем материала во флаконе (500, 800, 1000, 1050) см³.

ГСО 11382–2019 СО МАССОВОЙ ДОЛИ ЖЕЛЕЗА В ЗОЛЕ БУРОГО УГЛЯ БЕРЕЗОВСКОГО РАЗРЕЗА (ЖЗ-1 СО МИСИС)

СО предназначен для градуировки СИ, аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений массовой доли железа в углях, продуктах их обогащения, переработки и сжигания.

Область применения – угольная промышленность, химическая промышленность, черная металлургия и другие области промышленности.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля железа, %.

СО изготовлен из золы бурого угля Березовского разреза (Красноярский край) в виде порошка с размерами частиц не более 0,08 мм, расфасованного по (30–70) г в герметично закрывающиеся полиэтиленовые банки с этикеткой.

ГСО 11383–2019 СО СОСТАВА РАСТВОРА ПРОПАНОЛА-1

СО предназначен для аттестации и контроля точности результатов измерений содержания пропанола-1 в биологических объектах, объектах окружающей среды и технических продуктах; поверки, калибровки и градуировки хроматографов и других, в том числе специализированных СИ, предназначенных для определения пропанола-1 в биологических объектах, объектах окружающей среды и технических продуктах, а также для контроля метрологических характеристик СИ при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа.

Область применения – здравоохранение, пищевая промышленность, охрана труда.

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный.

Аттестованная характеристика СО – массовая концентрация пропанола-1, г/дм³.

СО представляет собой водный раствор пропанола-1, с массовой долей основного компонента не менее 99,7 %. СО расфасован в стеклянные запаиваемые ампулы с этикеткой объемом не менее 3 см³, которые упакованы в блистерный футляр, помещенный в картонную коробку, или другую упаковку, обеспечивающую их сохранность.

ГСО 11384–2019 СО СОСТАВА РАСТВОРА ПРОПАНОЛА-2

СО предназначен для аттестации и контроля точности результатов измерений содержания пропанола-2 в биологических объектах, объектах окружающей среды и технических продуктах; поверки, калибровки и градуировки хроматографов и других, в том числе специализированных СИ, предназначенных для определения пропанола-2 в биологических объектах, объектах окружающей среды и технических продуктах, а также для контроля метрологических характеристик СИ при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа.

Область применения – здравоохранение, пищевая промышленность, охрана труда.

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный.

Аттестованная характеристика СО – массовая концентрация пропанола-2, г/дм³.

СО представляет собой водный раствор изопропанола (пропанола-2) с массовой долей основного компонента не менее 99,7 %. СО расфасован в стеклянные запаиваемые ампулы с этикеткой объемом не менее 3 см³, которые упакованы в блистерный футляр, помещенный в картонную коробку, или другую упаковку, обеспечивающую их сохранность.

ГСО 11385–2019 СО СОСТАВА ЗЕРНА ПШЕНИЦЫ (ЗП-04)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений состава зерна пшеницы, в том числе по ГОСТ 10846–91, ГОСТ Р 54478–2011, ГОСТ 26570–95, ГОСТ 26657–97, ГОСТ 30178–96, ГОСТ 26930–86. СО может применяться для поверки, калибровки, градуировки СИ при соответствии метрологических и технических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения – сельское хозяйство, пищевая промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля азота, сырой клейковины, кальция, фосфора, %; массовая доля свинца, кадмия и мышьяка, мг/г.

СО представляет собой зерно пшеницы по ГОСТ 9353–2016, расфасованное по 100 г в герметичные полиэтиленовые пакеты или в полиэтиленовые банки с плотно закручивающимися крышками. На каждый пакет или банку наклеена этикетка.

ГСО 11386–2019 СО КАТАЛИТИЧЕСКОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ЩЕЛОЧНОЙ ФОСФАТАЗЫ

СО предназначен для обеспечения метрологической прослеживаемости результатов измерений каталити-

ческой концентрации щелочной фосфатазы, контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений. СО может применяться: для поверки и калибровки СИ, предназначенных для определения каталитической концентрации, анализаторов биохимических при соответствии метрологических и технических характеристик СО требованиям методик поверки и калибровки СИ.

Область применения – здравоохранение, фармацевтика, научно-исследовательская деятельность, осуществление мероприятий государственного контроля (надзора).

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – каталитическая концентрация щелочной фосфатазы, кат/дм³.

СО представляет собой раствор, содержащий щелочную фосфатазу в солевом буфере. СО расфасованы в криопробирки с этикеткой. Наименьшая представительная проба 50 мм³.

ГСО 11387-2019 СО КАТАЛИТИЧЕСКОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ α -АМИЛАЗЫ

СО предназначен для обеспечения метрологической прослеживаемости результатов измерений каталитической концентрации α -амилазы, контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений. СО может применяться: для поверки и калибровки СИ, предназначенных для определения каталитической концентрации, анализаторов биохимических при соответствии метрологических и технических характеристик СО требованиям методик поверки и калибровки СИ.

Область применения – здравоохранение, фармацевтика, научно-исследовательская деятельность, осуществление мероприятий государственного контроля (надзора).

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – каталитическая концентрация α -амилазы, кат/дм³.

СО представляет собой раствор, содержащий α -амилазу человека, человеческий сывороточный альбумин в солевом буфере. СО расфасованы в криопробирки с этикеткой. Наименьшая представительная проба 50 мм³.

ГСО 11388-2019 СО УДЕЛЬНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ ГОРНЫХ ПОРОД (ИМИТАТОР) (УЭСГП-0,0002)

СО предназначен для аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений удельного электрического сопротивления. СО может применяться

для калибровки, поверки СИ удельного электрического сопротивления, испытаний СИ и СО в целях утверждения типа, а также для различных видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО установленным требованиям.

Область применения – научные исследования, геология, нефтяная и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – удельное электрическое сопротивление, Ом·м.

СО представляет собой цилиндр с внешним диаметром 30 мм и высотой 60 мм, во внутреннюю часть которого вмонтирован резистор сопротивления с соответствующим номинальным значением сопротивления. Цилиндр изготовлен из нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632–72, изолирующая часть выполнена из электроизоляционного материала полиэфирэфиркетон РЕЕК. На каждом экземпляре выгравирован номер по Госреестру СО, индекс СО и номер экземпляра. СО упакован в пластиковый или деревянный футляр с этикеткой.

ГСО 11389-2019 СО УДЕЛЬНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ ГОРНЫХ ПОРОД (ИМИТАТОР) (УЭСГП-0,01)

СО предназначен для аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений удельного электрического сопротивления. СО может применяться для калибровки, поверки СИ удельного электрического сопротивления, испытаний СИ и СО в целях утверждения типа, а также для различных видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО установленным требованиям.

Область применения – научные исследования, геология, нефтяная и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – удельное электрическое сопротивление, Ом·м.

СО представляет собой цилиндр с внешним диаметром 30 мм и высотой 60 мм, во внутреннюю часть которого вмонтирован резистор сопротивления с соответствующим номинальным значением сопротивления. Цилиндр изготовлен из нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632–72, изолирующая часть выполнена из электроизоляционного материала полиэфирэфиркетон РЕЕК. На каждом экземпляре выгравирован номер по Госреестру СО, индекс СО и номер экземпляра. СО упакован в пластиковый или деревянный футляр с этикеткой.

ГСО 11390-2019 СО УДЕЛЬНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ ГОРНЫХ ПОРОД (ИМИТАТОР) (УЭСГП-0,1)

СО предназначен для аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений удельного электрического сопротивления. СО может применяться для калибровки, поверки СИ удельного электрического сопротивления, испытаний СИ и СО в целях утверждения типа, а также для различных видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО установленным требованиям.

Область применения – научные исследования, геология, нефтяная и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – удельное электрическое сопротивление, Ом·м.

СО представляет собой цилиндр, внешним диаметром 30 мм и высотой 60 мм, во внутреннюю часть которого вмонтирован резистор сопротивления с соответствующим номинальным значением сопротивления. Цилиндр изготовлен из нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632–72, изолирующая часть выполнена из электроизоляционного материала полиэфирэфиркетон РЕЕК. На каждом экземпляре выгравирован номер по Госреестру СО, индекс СО и номер экземпляра. СО упакован в пластиковый или деревянный футляр с этикеткой.

ГСО 11391-2019 СО УДЕЛЬНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ ГОРНЫХ ПОРОД (ИМИТАТОР) (УЭСГП-1)

СО предназначен для аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений удельного электрического сопротивления. СО может применяться для калибровки, поверки СИ удельного электрического сопротивления, испытаний СИ и СО в целях утверждения типа, а также для различных видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО установленным требованиям.

Область применения – научные исследования, геология, нефтяная и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – удельное электрическое сопротивление, Ом·м.

СО представляет собой цилиндр с внешним диаметром 30 мм и высотой 60 мм, во внутреннюю часть которого вмонтирован резистор сопротивления с соответствующим номинальным значением сопротивления. Цилиндр

изготовлен из нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632–72, изолирующая часть выполнена из электроизоляционного материала полиэфирэфиркетон РЕЕК. На каждом экземпляре выгравирован номер по Госреестру СО, индекс СО и номер экземпляра. СО упакован в пластиковый или деревянный футляр с этикеткой.

ГСО 11392-2019 СО УДЕЛЬНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ ГОРНЫХ ПОРОД (ИМИТАТОР) (УЭСГП-10)

СО предназначен для аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений удельного электрического сопротивления. СО может применяться для калибровки, поверки СИ удельного электрического сопротивления, испытаний СИ и СО в целях утверждения типа, а также для различных видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО установленным требованиям.

Область применения – научные исследования, геология, нефтяная и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – удельное электрическое сопротивление, Ом·м.

СО представляет собой цилиндр с внешним диаметром 30 мм и высотой 60 мм, во внутреннюю часть которого вмонтирован резистор сопротивления с соответствующим номинальным значением сопротивления. Цилиндр изготовлен из нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632–72, изолирующая часть выполнена из электроизоляционного материала полиэфирэфиркетон РЕЕК. На каждом экземпляре выгравирован номер по Госреестру СО, индекс СО и номер экземпляра. СО упакован в пластиковый или деревянный футляр с этикеткой.

ГСО 11393-2019 СО УДЕЛЬНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ ГОРНЫХ ПОРОД (ИМИТАТОР) (УЭСГП-100)

СО предназначен для аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений удельного электрического сопротивления. СО может применяться для калибровки, поверки СИ удельного электрического сопротивления, испытаний СИ и СО в целях утверждения типа, а также для различных видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО установленным требованиям.

Область применения – научные исследования, геология, нефтяная и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – удельное электрическое сопротивление, Ом·м.

СО представляет собой цилиндр с внешним диаметром 30 мм и высотой 60 мм, во внутреннюю часть которого вмонтирован резистор сопротивления с соответствующим номинальным значением сопротивления. Цилиндр изготовлен из нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632–72, изолирующая часть выполнена из электроизоляционного материала полиэфирэфиркетон РЕЕК. На каждом экземпляре выгравирован номер по Госреестру СО, индекс СО и номер экземпляра. СО упакован в пластиковый или деревянный футляр с этикеткой.

ГСО 11394–2019 СО УДЕЛЬНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ ГОРНЫХ ПОРОД (ИМИТАТОР) (УЭСГП-1000)

СО предназначен для аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений удельного электрического сопротивления. СО может применяться для калибровки, поверки СИ удельного электрического сопротивления, испытаний СИ и СО в целях утверждения типа, а также для различных видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО установленным требованиям.

Область применения – научные исследования, геология, нефтяная и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – удельное электрическое сопротивление, Ом·м.

СО представляет собой цилиндр с внешним диаметром 30 мм и высотой 60 мм, во внутреннюю часть которого вмонтирован резистор сопротивления с соответствующим номинальным значением сопротивления. Цилиндр изготовлен из нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632–72, изолирующая часть выполнена из электроизоляционного материала полиэфирэфиркетон РЕЕК. На каждом экземпляре выгравирован номер по Госреестру СО, индекс СО и номер экземпляра. СО упакован в пластиковый или деревянный футляр с этикеткой.

ГСО 11395–2019 СО УДЕЛЬНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ ГОРНЫХ ПОРОД (ИМИТАТОР) (УЭСГП-3500)

СО предназначен для аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений удельного

электрического сопротивления. СО может применяться для калибровки, поверки СИ удельного электрического сопротивления, испытаний СИ и СО в целях утверждения типа, а также для различных видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО установленным требованиям.

Область применения – научные исследования, геология, нефтяная и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – удельное электрическое сопротивление, Ом·м.

СО представляет собой цилиндр с внешним диаметром 30 мм и высотой 60 мм, во внутреннюю часть которого вмонтирован резистор сопротивления с соответствующим номинальным значением сопротивления. Цилиндр изготовлен из нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632–72, изолирующая часть выполнена из электроизоляционного материала полиэфирэфиркетон РЕЕК. На каждом экземпляре выгравирован номер по Госреестру СО, индекс СО и номер экземпляра. СО упакован в пластиковый или деревянный футляр с этикеткой.

ГСО 11396–2019 СО УДЕЛЬНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ ГОРНЫХ ПОРОД (ИМИТАТОР) (УЭСГП-6000)

СО предназначен для аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений удельного электрического сопротивления. СО может применяться для калибровки, поверки СИ удельного электрического сопротивления, испытаний СИ и СО в целях утверждения типа, а также для различных видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО установленным требованиям.

Область применения – научные исследования, геология, нефтяная и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – удельное электрическое сопротивление, Ом·м.

СО представляет собой цилиндр с внешним диаметром 30 мм и высотой 60 мм, во внутреннюю часть которого вмонтирован резистор сопротивления с соответствующим номинальным значением сопротивления. Цилиндр изготовлен из нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632–72, изолирующая часть выполнена из электроизоляционного материала полиэфирэфиркетон РЕЕК. На каждом экземпляре выгравирован номер по Госреестру СО, индекс СО и номер экземпляра.

СО упакован в пластиковый или деревянный футляр с этикеткой.

**ГСО 11397-2019 СО УДЕЛЬНОГО
ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ ГОРНЫХ
ПОРОД (ИМИТАТОР) (УЭСГП-10000)**

СО предназначен для аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений удельного электрического сопротивления. СО может применяться для калибровки, поверки СИ удельного электрического сопротивления, испытаний СИ и СО в целях утверждения типа, а также для различных видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО установленным требованиям.

Область применения – научные исследования, геология, нефтяная и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – удельное электрическое сопротивления, Ом·м.

СО представляет собой цилиндр с внешним диаметром 30 мм и высотой 60 мм, во внутреннюю часть которого вмонтирован резистор сопротивления с соответствующим номинальным значением сопротивления. Цилиндр изготовлен из нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632–72, изолирующая часть выполнена из электроизоляционного материала полиэфирэфиркетон РЕЕК. На каждом экземпляре выгравирован номер по Госреестру СО, индекс СО и номер экземпляра. СО упакован в пластиковый или деревянный футляр с этикеткой.

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 во второй 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 26 июля 2019 г. № 1758</i>		
ГСО 10673–2015	СО детонационной стойкости (октанового числа) бензинов (ИНТЕГРСО ОЧ-1 (М))	серийное
ГСО 10674–2015	СО детонационной стойкости (октанового числа) бензинов (ИНТЕГРСО ОЧ-2 (И))	серийное
ГСО 10675–2015	СО детонационной стойкости (октанового числа) бензинов (ИНТЕГРСО ОЧ-3 (И))	серийное
ГСО 10676–2015	СО детонационной стойкости (октанового числа) бензинов (ИНТЕГРСО ОЧ-4 (И))	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 26 июля 2019 г. № 1759</i>		
ГСО 7127–94	СО кинематической вязкости нефтепродуктов (ВК-21)	серийное
ГСО 7128–94	СО кинематической вязкости нефтепродуктов (ВК-22)	серийное
ГСО 7129–94	СО кинематической вязкости нефтепродуктов (ВК-23)	серийное
ГСО 7130–94	СО кинематической вязкости нефтепродуктов (ВК-41)	серийное
ГСО 7131–94	СО кинематической вязкости нефтепродуктов (ВК-42)	серийное
ГСО 7132–94	СО кинематической вязкости нефтепродуктов (ВК-43)	серийное
ГСО 7133–94	СО кинематической вязкости нефтепродуктов (ВК-51)	серийное

ГСО 7134–94	СО кинематической вязкости нефтепродуктов (ВК-52)	серийное
ГСО 7135–94	СО кинематической вязкости нефтепродуктов (ВК-53)	серийное
ГСО 7136–94	СО кинематической вязкости нефтепродуктов (ВК-101)	серийное
ГСО 7137–94	СО кинематической вязкости нефтепродуктов (ВК-102)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 26 июля 2019 г. № 1761</i>		
ГСО 10463–2014	СО состава газовой смеси углеводородных газов (УГ-А-1)	серийное
ГСО 10464–2014	СО состава газовой смеси углеводородных газов (УГ-А-2)	серийное
ГСО 10465–2014	СО состава газовой смеси инертных и постоянных газов (ИП-А-1)	серийное
ГСО 10466–2014	СО состава газовой смеси инертных и постоянных газов (ИП-А-2)	серийное
ГСО 10467–2014	СО состава газовой смеси химически активных газов (ХАГ-А-1)	серийное
ГСО 10468–2014	СО состава газовой смеси химически активных газов (ХАГ-А-2)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 26 июля 2019 г. № 1762</i>		
ГСО 8249–2004	СО состава аналога вещества Vx (О-изобутил-S-2 (N, N-диэтиламиноэтилметилтиофосфоната)	серийное
ГСО 8250–2004	СО состава продукта деструкции вещества типа Vx (О, О-диизобутилметилфосфоната)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 26 июля 2019 г. № 1764</i>		
ГСО 7897–2001	СО содержания хлористых солей в нефти и нефтепродуктах (ХСН-5-ЭК)	серийное
ГСО 7898–2001	СО содержания хлористых солей в нефти и нефтепродуктах (ХСН-10-ЭК)	серийное
ГСО 7899–2001	СО содержания хлористых солей в нефти и нефтепродуктах (ХСН-50-ЭК)	серийное
ГСО 7900–2001	СО содержания хлористых солей в нефти и нефтепродуктах (ХСН-100-ЭК)	серийное
ГСО 7901–2001	СО содержания хлористых солей в нефти и нефтепродуктах (ХСН-300-ЭК)	серийное
ГСО 7902–2001	СО содержания хлористых солей в нефти и нефтепродуктах (ХСН-900-ЭК)	серийное
ГСО 7928–2001	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (ВН-0,1-ЭК)	серийное
ГСО 7929–2001	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (ВН-0,5-ЭК)	серийное
ГСО 7930–2001	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (ВН-1,0-ЭК)	серийное
ГСО 7931–2001	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (ВН-1,5-ЭК)	серийное
ГСО 7932–2001	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (ВН-2,0-ЭК)	серийное
ГСО 7933–2001	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (ВН-5,0-ЭК)	серийное
ГСО 8646–2005	СО состава раствора нефтепродуктов в водорастворимой матрице НВМ-1-ЭК	серийное
ГСО 8647–2005	СО состава раствора нефтепродуктов в водорастворимой матрице НВМ-2-ЭК	серийное
ГСО 8648–2005	СО состава раствора нефтепродуктов в водорастворимой матрице НВМ-3-ЭК	серийное
ГСО 8649–2005	СО состава раствора нефтепродуктов в водорастворимой матрице НВМ-4-ЭК	серийное

ГСО 8650–2005	СО состава раствора нефтепродуктов в водорастворимой матрице НВМ-5-ЭК	серийное
ГСО 8651–2005	СО состава раствора нефтепродуктов в водорастворимой матрице НВМ-6-ЭК	серийное
ГСО 8652–2005	СО состава раствора нефтепродуктов в водорастворимой матрице НВМ-7-ЭК	серийное
ГСО 8653–2005	СО состава раствора нефтепродуктов в водорастворимой матрице НВМ-8-ЭК	серийное
ГСО 8654–2005	СО состава раствора нефтепродуктов в водорастворимой матрице НВМ-9-ЭК	серийное
ГСО 8785–2006	СО фракционного состава нефтепродуктов (ФС-Б-ЭК)	серийное
ГСО 8786–2006	СО фракционного состава нефтепродуктов (ФС-ДТ-ЭК)	серийное
ГСО 8787–2006	СО фракционного состава нефтепродуктов (ФС-РТ-ЭК)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 26 июля 2019 г. № 1768</i>		
ГСО 9450–2009	СО минерального состава воды природной (СО МСВ Ж)	серийное
ГСО 9511–2009	СО минерального состава воды природной (СО МСВ ХПК)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 26 июля 2019 г. № 1769</i>		
ГСО 10469–2014	СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле (ТВЗТ-ВНИИМ-30)	серийное
ГСО 10470–2014	СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле (ТВЗТ-ВНИИМ-50)	серийное
ГСО 10471–2014	СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле (ТВЗТ-ВНИИМ-70)	серийное
ГСО 10472–2014	СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле (ТВЗТ-ВНИИМ-130)	серийное
ГСО 10473–2014	СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле (ТВЗТ-ВНИИМ-200)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 26 июля 2019 г. № 1772</i>		
ГСО 7855–2000	СО массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах (МПН-0,005-ЭК)	серийное
ГСО 7856–2000	СО массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах (МПН-0,015-ЭК)	серийное
ГСО 7857–2000	СО массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах (МПН-0,050-ЭК)	серийное
ГСО 7858–2000	СО массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах (МПН-0,250-ЭК)	серийное
ГСО 7859–2000	СО массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах (МПН-1,000-ЭК)	серийное
ГСО 8614–2004	СО плотности жидкости (ПЛ-690-ЭК)	серийное
ГСО 8615–2004	СО плотности жидкости (ПЛ-730-ЭК)	серийное
ГСО 8616–2004	СО плотности жидкости (ПЛ-750-ЭК)	серийное

ГСО 8617–2004	СО плотности жидкости (ПЛ-780-ЭК)	серийное
ГСО 8618–2004	СО плотности жидкости (ПЛ-810-ЭК)	серийное
ГСО 8619–2004	СО плотности жидкости (ПЛ-850-ЭК)	серийное
ГСО 8620–2004	СО плотности жидкости (ПЛ-870-ЭК)	серийное
ГСО 8621–2004	СО плотности жидкости (ПЛ-880-ЭК)	серийное
ГСО 8622–2004	СО плотности жидкости (ПЛ-900-ЭК)	серийное
ГСО 8623–2004	СО плотности жидкости (ПЛ-1000-ЭК)	серийное
ГСО 8624–2004	СО плотности жидкости (ПЛ-1330-ЭК)	серийное
ГСО 8714–2005	СО состава раствора фенола в этаноле	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 26 июля 2019 г. № 1773</i>		
ГСО 9291–2009	СО массовой доли механических примесей в нефтепродуктах (МПН-0,005-НС)	серийное
ГСО 9292–2009	СО массовой доли механических примесей в нефтепродуктах (МПН-0,015-НС)	серийное
ГСО 9293–2009	СО массовой доли механических примесей в нефтепродуктах (МПН-0,050-НС)	серийное
ГСО 9294–2009	СО массовой концентрации хлористых солей в нефтепродуктах (ХСН-5-НС)	серийное
ГСО 9295–2009	СО массовой концентрации хлористых солей в нефтепродуктах (ХСН-10-НС)	серийное
ГСО 9296–2009	СО массовой концентрации хлористых солей в нефтепродуктах (ХСН-50-НС)	серийное
ГСО 9297–2009	СО массовой концентрации хлористых солей в нефтепродуктах (ХСН-100-НС)	серийное
ГСО 9343–2009	СО плотности жидкости (ПЛ-690-НС)	серийное
ГСО 9344–2009	СО плотности жидкости (ПЛ-730-НС)	серийное
ГСО 9345–2009	СО плотности жидкости (ПЛ-780-НС)	серийное
ГСО 9346–2009	СО плотности жидкости (ПЛ-810-НС)	серийное
ГСО 9347–2009	СО плотности жидкости (ПЛ-850-НС)	серийное
ГСО 9348–2009	СО плотности жидкости (ПЛ-870-НС)	серийное
ГСО 9349–2009	СО плотности жидкости (ПЛ-880-НС)	серийное
ГСО 9350–2009	СО плотности жидкости (ПЛ-1000-НС)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 26 июля 2019 г. № 1774</i>		
ГСО 10677–2015	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (ИНТЕГРСО СРФА-1)	серийное
ГСО 10679–2015	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (ИНТЕГРСО СРФА-3)	серийное
ГСО 10680–2015	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (ИНТЕГРСО СРФА-4)	серийное
ГСО 10681–2015	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (ИНТЕГРСО СРФА-5)	серийное
ГСО 10684–2015	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (ИНТЕГРСО СРФА-8)	серийное
ГСО 10686–2015	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (ИНТЕГРСО СРФА-10)	серийное

ГСО 10688–2015	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (ИНТЕГРСО СРФА-12)	серийное
ГСО 10689–2015	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (ИНТЕГРСО СРФА-13)	серийное
ГСО 10690–2015	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (ИНТЕГРСО СРФА-14)	серийное
ГСО 10691–2015	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (ИНТЕГРСО СРФА-15)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 26 июля 2019 г. № 1775</i>		
ГСО 10476–2014	СО состава кислоты молочной	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 1 августа 2019 г. № 1812</i>		
ГСО 7248–96	СО состава раствора нефтепродуктов (углеводородов) в четыреххлористом углероде	серийное
ГСО 7515–98	СО состава раствора бенз(а)пирена в гексане (ацетонитриле)	серийное
ГСО 7748–99	СО состава водного раствора фосфат-ионов	серийное
ГСО 7753–2000	СО состава водного раствора нитрит-ионов	серийное
ГСО 7820–2000	СО состава водного раствора нитрат-ионов	серийное
ГСО 8133–2002	СО температуры вспышки углеводородов и масел в закрытом тигле (ТВЗТ-30-ЭК)	серийное
ГСО 8134–2002	СО температуры вспышки углеводородов и масел в закрытом тигле (ТВЗТ-50-ЭК)	серийное
ГСО 8135–2002	СО температуры вспышки углеводородов и масел в закрытом тигле (ТВЗТ-80-ЭК)	серийное
ГСО 8136–2002	СО температуры вспышки углеводородов и масел в закрытом тигле (ТВЗТ-110-ЭК)	серийное
ГСО 8137–2002	СО температуры вспышки углеводородов и масел в закрытом тигле (ТВЗТ-140-ЭК)	серийное
ГСО 8138–2002	СО температуры вспышки углеводородов и масел в закрытом тигле (ТВЗТ-180-ЭК)	серийное
ГСО 8523–2004	СО давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов (ДНП-10-ЭК)	серийное
ГСО 8524–2004	СО давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов (ДНП-20-ЭК)	серийное
ГСО 8525–2004	СО давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов (ДНП-30-ЭК)	серийное
ГСО 8526–2004	СО давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов (ДНП-40-ЭК)	серийное
ГСО 8527–2004	СО давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов (ДНП-50-ЭК)	серийное
ГСО 8528–2004	СО давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов (ДНП-60-ЭК)	серийное
ГСО 8852–2007	СО содержания хлорорганических соединений в нефти (ХОН-2-ЭК)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 1 августа 2019 г. № 1813</i>		
ГСО 7892–2001	СО изотопного состава и массы диоксида урана (комплект 1)	серийное
ГСО 7893–2001	СО изотопного состава и массы диоксида урана (комплект 2)	серийное

ГСО 7905–2001	СО изотопного состава и массы диоксида плутония (комплект 1)	серийное
ГСО 7906–2001	СО изотопного состава и массы диоксида плутония (комплект 2)	серийное
ГСО 8544–2004	СО состава кислоты борной, обогащенной изотопом бор-10 (БК)	серийное
ГСО 10482–2014	СО состава и свойств мазута топочного (СТ-М)	серийное
ГСО 10483–2014	СО состава и свойств топлива для реактивных двигателей (СТ-РТ)	серийное
ГСО 10484–2014	СО состава и свойств масла промышленного (СТ-МИ)	серийное
ГСО 10485–2014	СО состава и свойств масла трансформаторного (СТ-МТФ)	серийное
ГСО 10486–2014	СО состава и свойств масла компрессорного (СТ-МК)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 1 августа 2019 г. № 1814</i>		
ГСО 7764–2000	СО состава раствора ионов меди	серийное
ГСО 7765–2000	СО состава раствора ионов железа (III)	серийное
ГСО 7766–2000	СО состава раствора ионов железа (III)	серийное
ГСО 7781–2000	СО состава раствора ионов хрома (VI)	серийное
ГСО 7784–2000	СО состава раствора ионов кобальта	серийное
ГСО 7786–2000	СО состава раствора ионов аммония	серийное
ГСО 7792–2000	СО состава раствора нитрит-ионов	серийное
ГСО 7793–2000	СО состава раствора нитрат-ионов	серийное
ГСО 7812–2000	СО состава раствора сульфат-ионов	серийное
ГСО 7813–2000	СО состава раствора хлорид-ионов	серийное
ГСО 3257–2000	СО массовой доли магнитного материала в шлифовальных материалах (комплект)	серийное
ГСО 7822–2000	СО состава раствора нефтепродуктов (углеводородов) в четыреххлористом углероде (НП-Сиб)	серийное
ГСО 9437–2009	СО состава смеси триглицеридов жирных кислот	серийное
ГСО 10493–2014	СО изотопного состава кадмия, обогащенного изотопом ^{111}Cd , в растворе (^{111}Cd СО УНИИМ)	серийное
ГСО 10494–2014	СО изотопного состава серебра, обогащенного изотопом ^{107}Ag -107, в растворе (^{107}Ag СО УНИИМ)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 1 августа 2019 г. № 1815</i>		
ГСО 1418–92П	СО сплава на никелевой основе типа ХН70Ю (Н11)	серийное
ГСО 1424–89П	СО стали углеродистой типа АС14 (У2)	серийное
ГСО 1862–93П	СО сплава прецизионного на никелевой основе типа 80НХС (Н2)	серийное
ГСО 4463–92П	СО стали углеродистой типа 05кп (У14)	серийное
ГСО 6409–92	СО руды железной (Р24)	серийное

ГСО 6655–93	СО окатышей железорудных (Р25)	серийное
ГСО 8517–2004	СО стали легированной типа 40Х (УНЛ16)	серийное
ГСО 9453–2009	СО концентрата железорудного (Р33)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 6 сентября 2019 г. № 2097</i>		
ГСО 9330–2009	СО давления насыщенных паров нефтепродуктов (ДНП-10-НС)	серийное
ГСО 9331–2009	СО давления насыщенных паров нефтепродуктов (ДНП-20-НС)	серийное
ГСО 9332–2009	СО давления насыщенных паров нефтепродуктов (ДНП-30-НС)	серийное
ГСО 9333–2009	СО давления насыщенных паров нефтепродуктов (ДНП-40-НС)	серийное
ГСО 9334–2009	СО давления насыщенных паров нефтепродуктов (ДНП-50-НС)	серийное
ГСО 9335–2009	СО давления насыщенных паров нефтепродуктов (ДНП-60-НС)	серийное
ГСО 9336–2009	СО кислотного числа нефтепродуктов (КЧ-0,02-НС)	серийное
ГСО 9337–2009	СО кислотного числа нефтепродуктов (КЧ-0,05-НС)	серийное
ГСО 9338–2009	СО кислотного числа нефтепродуктов (КЧ-0,1-НС)	серийное
ГСО 9339–2009	СО кислотного числа нефтепродуктов (КЧ-0,5-НС)	серийное
ГСО 9340–2009	СО кислотности нефтепродуктов (К-0,3-НС)	серийное
ГСО 9341–2009	СО кислотности нефтепродуктов (К-0,5-НС)	серийное
ГСО 9342–2009	СО кислотности нефтепродуктов (К-1,0-НС)	серийное
ГСО 9351–2009	СО температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле (ТВОТ-150-НС)	серийное
ГСО 9352–2009	СО температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле (ТВОТ-190-НС)	серийное
ГСО 9353–2009	СО температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле (ТВОТ-230-НС)	серийное
ГСО 9354–2009	СО температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле (ТВОТ-270-НС)	серийное
ГСО 9355–2009	СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле (ТВЗТ-30-НС)	серийное
ГСО 9356–2009	СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле (ТВЗТ-50-НС)	серийное
ГСО 9357–2009	СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле (ТВЗТ-140-НС)	серийное
ГСО 9358–2009	СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле (ТВЗТ-180-НС)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 6 сентября 2019 г. № 2098</i>		
ГСО 1636–89П	СО стали углеродистой типа У12А (У8)	серийное
ГСО 2312–82/ 2316–82	СО температур и теплот фазовых переходов (комплект СОТСФ)	серийное
ГСО 9105–2008	СО состава пестицида 2,4-Д	серийное
ГСО 9106–2008	СО состава пестицида гексахлорбензола	серийное
ГСО 10495–2014	СО массовой доли кадмия в растворе (Cd СО УНИИМ)	серийное

ГСО 10496–2014	СО массовой доли титана в растворе (Ti СО УНИИМ)	серийное
ГСО 10497–2014	СО массовой доли цинка в растворе (Zn СО УНИИМ)	серийное
ГСО 10498–2014	СО состава сульфаминовой кислоты (NH ₂ SO ₃ H СО УНИИМ)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 6 сентября 2019 г. № 2099</i>		
ГСО 9449–2009	СО содержания водорастворимых кислот в трансформаторном масле (ВРК-Тр-Эл)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 19 сентября 2019 г. № 2158</i>		
ГСО 9402–2009	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,000-НС)	серийное
ГСО 9403–2009	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,005-НС)	серийное
ГСО 9404–2009	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,010-НС)	серийное
ГСО 9405–2009	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,030-НС)	серийное
ГСО 9406–2009	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,060-НС)	серийное
ГСО 9407–2009	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,100-НС)	серийное
ГСО 9408–2009	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,200-НС)	серийное
ГСО 9409–2009	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,500-НС)	серийное
ГСО 9410–2009	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-1,000-НС)	серийное
ГСО 9411–2009	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-1,500-НС)	серийное
ГСО 9412–2009	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-2,000-НС)	серийное
ГСО 9413–2009	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-2,500-НС)	серийное
ГСО 9414–2009	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-3,000-НС)	серийное
ГСО 9415–2009	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-4,000-НС)	серийное
ГСО 9416–2009	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-5,000-НС)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 27 сентября 2019 г. № 2286</i>		
ГСО 8150–2002	СО температуры вспышки углеводородов и масел в открытом тигле (ТВОТ-80-ЭК)	серийное
ГСО 8151–2002	СО температуры вспышки углеводородов и масел в открытом тигле (ТВОТ-110-ЭК)	серийное
ГСО 8152–2002	СО температуры вспышки углеводородов и масел в открытом тигле (ТВОТ-150-ЭК)	серийное
ГСО 8153–2002	СО температуры вспышки углеводородов и масел в открытом тигле (ТВОТ-190-ЭК)	серийное
ГСО 8154–2002	СО температуры вспышки углеводородов и масел в открытом тигле (ТВОТ-230-ЭК)	серийное
ГСО 8155–2002	СО температуры вспышки углеводородов и масел в открытом тигле (ТВОТ-270-ЭК)	серийное

ГСО 8171–2002	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,005-ЭК)	серийное
ГСО 8172–2002	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,010-ЭК)	серийное
ГСО 8173–2002	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,030-ЭК)	серийное
ГСО 8174–2002	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,060-ЭК)	серийное
ГСО 8175–2002	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,100-ЭК)	серийное
ГСО 8176–2002	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,500-ЭК)	серийное
ГСО 8177–2002	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-1,000-ЭК)	серийное
ГСО 8178–2002	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-2,500-ЭК)	серийное
ГСО 8179–2002	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-5,000-ЭК)	серийное
ГСО 8415–2003	СО содержания меркаптановой серы в нефтепродуктах (СМ-0,001-ЭК)	серийное
ГСО 8416–2003	СО содержания меркаптановой серы в нефтепродуктах (СМ-0,003-ЭК)	серийное
ГСО 8417–2003	СО содержания меркаптановой серы в нефтепродуктах (СМ-0,005-ЭК)	серийное
ГСО 8418–2003	СО содержания меркаптановой серы в нефтепродуктах (СМ-0,01-ЭК)	серийное
ГСО 8419–2003	СО содержания меркаптановой серы в нефтепродуктах (СМ-0,03-ЭК)	серийное
ГСО 8494–2003	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,200-ЭК)	серийное
ГСО 8495–2003	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-1,500-ЭК)	серийное
ГСО 8496–2003	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-2,000-ЭК)	серийное
ГСО 8497–2003	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-3,000-ЭК)	серийное
ГСО 8498–2003	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-4,000-ЭК)	серийное
ГСО 9565–2010	СО минерального состава воды природной (СО МСВ ПО)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 27 сентября 2019 г. № 2287</i>		
ГСО 9298–2009	СО состава газовой смеси – имитатор природного газа (ИПГ-12)	серийное
ГСО 9299–2009	СО состава газовой смеси – имитатор природного газа (ИПГ-13)	серийное
ГСО 9300–2009	СО состава газовой смеси – имитатор природного газа (ИПГ-14)	серийное
ГСО 9301–2009	СО состава газовой смеси – имитатор природного газа (ИПГ-15)	серийное
ГСО 10506–2014	СО состава искусственной газовой смеси в азоте (N ₂ -Ю-1)	серийное
ГСО 10507–2014	СО состава искусственной газовой смеси в аргоне (Ar-Ю-1)	серийное
ГСО 10508–2014	СО состава искусственной газовой смеси в водороде (H ₂ -Ю-1)	серийное
ГСО 10509–2014	СО состава искусственной газовой смеси в воздухе (Air-Ю-1)	серийное
ГСО 10510–2014	СО состава искусственной газовой смеси в гелии (He-Ю-1)	серийное
ГСО 10512–2014	СО состава искусственной газовой смеси – имитатор природного газа (ИПГ-17)	серийное

ГСО 10513–2014	СО состава искусственной газовой смеси инертных и постоянных газов (ИП-Ю-1)	серийное
ГСО 10514–2014	СО состава искусственной смеси – имитатор конденсата газового нестабильного (КГН-3)	серийное
ГСО 10515–2014	СО состава искусственной газовой смеси в кислороде (О ₂ -Ю-1)	серийное
ГСО 10516–2014	СО состава искусственной газовой смеси в метане (СН ₄ -Ю-1)	серийное
ГСО 10517–2014	СО состава искусственной газовой смеси в пропане (С ₃ Н ₈ -Ю-1)	серийное
ГСО 10518–2014	СО состава искусственной газовой смеси серосодержащих соединений (СС-Ю-1)	серийное
ГСО 10519–2014	СО состава искусственной смеси – имитатор сжиженных углеводородных газов (СУГ-Ю-1)	серийное
ГСО 10520–2014	СО состава искусственной газовой смеси – «трансформаторная» газовая смесь (ТР-Ю-1)	серийное
ГСО 10521–2014	СО состава искусственной газовой смеси углеводородных газов (УГ-Ю-1)	серийное
ГСО 10522–2014	СО состава искусственной газовой смеси углеводородных газов (УГ-Ю-3)	серийное
ГСО 10523–2014	СО состава искусственной газовой смеси химически активных газов (ХАГ-Ю-2)	серийное
ГСО 10562–2015	СО состава искусственной газовой смеси – «трансформаторная» газовая смесь (ТР-Ю-0)	серийное
ГСО 10563–2015	СО состава искусственной газовой смеси в азоте (N ₂ -Ю-0)	серийное
ГСО 10564–2015	СО состава искусственной газовой смеси в аргоне (Ar-Ю-0)	серийное
ГСО 10565–2015	СО состава искусственной газовой смеси в гелии (He-Ю-0)	серийное
ГСО 10566–2015	СО состава искусственной газовой смеси в воздухе (Air-Ю-0)	серийное
ГСО 10567–2015	СО состава искусственной газовой смеси в водороде (H ₂ -Ю-0)	серийное
ГСО 10569–2015	СО состава искусственной газовой смеси в кислороде (O ₂ -Ю-0)	серийное
ГСО 10570–2015	СО состава искусственной газовой смеси в метане (CH ₄ -Ю-0)	серийное
ГСО 10571–2015	СО состава искусственной газовой смеси в пропане (C ₃ H ₈ -Ю-0)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 27 сентября 2019 г. № 2290</i>		
ГСО 7754–2000	СО внешней удельной поверхности частиц железистых кварцитов (СОУП-1)	серийное
ГСО 7755–2000	СО внешней удельной поверхности частиц железистых кварцитов (СОУП-2)	серийное

СПИСОК СТАТЕЙ, ОПУБЛИКОВАННЫХ В 2019 ГОДУ

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ Том 15, № 1, 2019

ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ

• ЭТАЛОНЫ

Способ оценки неопределенности аттестованного значения многокомпонентного стандартного образца Мигаль П. В., Медведевских С. В., Фирсанов В. А.	5–13
Эталонная база ФГУП «ВНИИМС» в области измерений количеств и свойств веществ – измерений в химии и биологии Кулябина Е. В., Вихрова С. В.	15–19

• РАЗРАБОТКА И ПРОИЗВОДСТВО СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

Разработка набора стандартных образцов магнитных свойств магнитотвердых материалов на основе сплава NdFeB Волегова Е. А., Маслова Т. И., Васьковский В. О., Волегов А. С.	21–27
---	-------

• ПРИМЕНЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

Использование висмутсодержащих стекловидных образцов для определения переходных элементов люминесцентным методом Борисова В. В., Кутвицкий В. А., Миронова Е. В., Романова И. А., Останина О. И.	29–38
Применение спектрометрии комбинационного рассеяния света с целью контроля качества лекарственных средств, находящихся в инъекционной форме Крашенинина М. П., Медведевских М. Ю., Галеева Е. В., Галеев Р. Р.	39–53

ИНФОРМАЦИЯ. НОВОСТИ. СОБЫТИЯ

Семинар IUPAC / CITAC «Качество результатов химических аналитических испытаний для оценки соответствия материала или объекта – что такое хорошо и что такое плохо?»	55–58
Совещание специалистов организаций, назначенных федеральными органами исполнительной власти в структуру Государственной службы стандартных образцов	59
• ВОПРОСЫ ВЕДЕНИЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО РЕЕСТРА УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ	
Сведения о новых типах стандартных образцов Агишева С. Т.	61–87
Сведения о стандартных образцах утвержденных типов, срок действия свидетельств которых продлен Агишева С. Т.	88–96

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Том 15, № 2, 2019

Послание от директоров МБМВ и МБЗМ Milton M., Donnellan A.	5
ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ	
Сотрудничество в области производства стандартных образцов, финансируемого государством финансируемого государством (Перевод) Emteborg H., Florian D., Choquette S., Ellison S. L. R., Fernandes-Whaley M., Mackay L., Mc Carton P., Panne U., Sander S. G., Kim S.-K., Held A., Linsinger T., Trapmann S.	7–13
• ЭТАЛОНЫ	
Разработка эталонов сравнения в виде металлов высокой чистоты Конопелько Л. А., Мигаль П. В., Собина Е. П.	15–24
• РАЗРАБОТКА И ПРОИЗВОДСТВО СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ	
Оценка качества подготовки материала стандартных образцов твердых влажных веществ Медведевских С. В., Медведевских М. Ю., Крашенинина М. П.	25–38
Разработка стандартного образца состава 0,1 м раствора бихромата калия ГСО 10992-2017 Шимолин А. Ю., Собина А. В.	39–50
• СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ	
О разработке референтной методики для обеспечения прослеживаемости измерений ртути в газовых средах Максакова И. Б., Смирнов В. В., Крылов А. И.	51–61
ИНФОРМАЦИЯ. НОВОСТИ. СОБЫТИЯ	
• ОБЗОР ПРОФИЛЬНЫХ МЕРОПРИЯТИЙ	
BERM: International Symposium On Biological And Environmental Reference Materials	63
Международная научно-техническая конференция «Метрология – 2019»	64
Всероссийская научно-практическая конференция «Законодательная метрология: текущее состояние и основные направления совершенствования нормативно-правового регулирования»	64–65
• ОБЗОР ПУБЛИКАЦИЙ ПО СТАНДАРТНЫМ ОБРАЗЦАМ	67–71

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Том 15, № 3, 2019

ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ

• ЭТАЛОНЫ

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

5–13

• РАЗРАБОТКА И ПРОИЗВОДСТВО СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

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

5–22

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

23–32

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

33–40

• ВОПРОСЫ ВЕДЕНИЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО РЕЕСТРА УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

Сведения о новых типах стандартных образцов
Агишева С. Т.

41–46

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

47–48

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Том 15, № 4, 2019

ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ

• МЕЖДУНАРОДНЫЙ ГОД ПЕРИОДИЧЕСКОЙ ТАБЛИЦЫ ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ

Уникальный памятник – мозаичное панно «Периодическая таблица элементов Д. И. Менделеева», открытый по инициативе метрологов
Гинак Е. Б.

5–12

• РАЗРАБОТКА И ПРОИЗВОДСТВО СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ	
Разработка стандартных образцов пористости на основе оксида алюминия для метода ртутной порометрии Собина Е. П.	13–24
Разработка и испытания ИСП-стандартного образца состава раствора массовой доли свинца Стахеев А. А., Столбоушкина Т. П.	25–31
Разработка стандартного образца черноземной почвы, аттестованного на показатели плодородия Ступакова Г. А., Игнатьева Е. Э., Щиплецова Т. И., Митрофанов Д. К.	33–40
• СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ	
Разработка образцов-имитаторов массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника Агафонов О. С., Прудников С. М.	41–48
Оценка согласованного значения результатов межлабораторных измерений с минимальным увеличением их неопределенности Аронов П. М.	49–52
• ВОПРОСЫ ВЕДЕНИЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО РЕЕСТРА УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ	
Сведения о новых типах стандартных образцов Агишева С. Т.	53–67
Сведения о стандартных образцах утвержденных типов, срок действия свидетельств которых продлен Агишева С. Т.	69–78

REFERENCE MATERIALS

Vol. 15, № 1, 2019

ORIGINAL PAPERS	
• MEASUREMENT STANDARDS	
A method for estimating the certified value uncertainty of a multicomponent reference material Migal P. V., Medvedevskikh S. V., Firsanov V. A.	5–13
VNIIMS standard base of in the field of measuring the amount and properties of substance – measurements in chemistry and biology Kulyabina E. V., Vikhrova S. V.	15–19

• DEVELOPMENT AND PRODUCTION OF REFERENCE MATERIALS	
Developing a reference material set for the magnetic properties of NdFeB alloy-based hard magnetic materials Volegova E. A., Maslova T. I., Vas'kovskiy V.O., Volegov A. S.	21–27
• USE OF REFERENCE MATERIALS	
Bismuth-containing glassy reference materials for establishing the content of transition elements using luminescent-based methods Borisova V. V., Kutvitsky V. A., Mironova E. V., Romanova I. A., Ostanina O. I.	29–38
Application of Raman spectroscopy in the quality control of injectable medicines Krasheninina M. P., Medvedevskikh M. Yu., Galeeva E. V., Galeev R. R.	39–53
INFO. NEWS. EVENTS	
IUPAC/CITAC Workshop «Quality of Chemical Analytical Test Results for Conformity Assessment of a Material or Object»	55–58
Meeting of specialists of organizations designated by federal executive authorities in the structure of the Reference Material State Service.	59
• ASPECTS OF MAINTAINING THE STATE REGISTER OF TYPE APPROVED REFERENCE MATERIALS	
Data on new Reference Materials Approved in 2018 Agisheva S. T.	61–87
Data on Type Approved Reference Materials the Validity Period of which has been Extended Agisheva S. T.	88–96

REFERENCE MATERIALS

Vol. 15, № 2, 2019

Message from the BIPM and BIML Directors Milton M., Donnellan A.	5
ORIGINAL PAPERS	
Cooperation in publicly funded reference material production Emteborg H., Florian D., Choquette S., Ellison S. L. R., Fernandes-Whaley M., Mackay L., Mc Carton P., Panne U., Sander S. G., Kim S.-K., Held A., Linsinger T., Trapmann S.	7–13
• MEASUREMENT STANDARDS	
Development of transfer measurement standards in the form of high-purity metals Konopelko L. A., Migal P. V., Sobina E. P.	15–24

• DEVELOPMENT AND PRODUCTION OF REFERENCE	
Quality assessment of the preparation of reference materials of moist solid substances Medvedevskikh S. V., Medvedevskikh M. Yu., Krasheninina M. P.	25–38
Development of a reference material for the composition of 0.1 m potassium dichromate solution. Certified reference material GSO 10992–2017 Shimolin A. Yu., Sobina A. V.	39–50
• MODERN METHODS OF ANALYZING SUBSTANCES AND MATERIALS	
On reference method development for traceability of measurements of the mercury content in gaseous media Maksakova I. B., Smirnov V. V., Krylov A. I.	51–61
INFO. NEWS. EVENTS	
• OVERVIEW OF SPECIAL EVENTS	63–65
• OVERVIEW OF PUBLICATIONS ON REFERENCE MATERIALS	67–71

REFERENCE MATERIALS

Vol. 15, № 3, 2019

ORIGINAL PAPERS	
• MEASUREMENT STANDARDS	
The problem of improving the quality of seriously issued certified reference materials of the composition of gas mixtures Konopelko L. A., Kolobova A. V., Fatina O. V.	5–13
• 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 Nepomiluev A. M., Kazantsev V. V., Shipitsyn A. P.	5–22
Development of certified reference materials for physicochemical analysis. Certified reference solutions for the composition of aqueous aluminum, indium, magnesium, nickel and titanium Ermakova I. I., Ivanov A. V., Zhablikova I. N., Shobina A. N.	23–32
Radiation-sensitive film compositions for measuring absorbed doses within the 100–1000 Gy range Tenishev V. P., Emelyanenko I. A.	33–40
• ASPECTS OF MAINTAINING THE STATE REGISTER OF TYPE APPROVED REFERENCE MATERIALS	
Data on new Reference Materials Approved in 2019 Agisheva S. T.	41–46

REFERENCE MATERIALS

Vol. 15, № 4, 2019

ORIGINAL PAPERS

• INTERNATIONAL YEAR OF THE PERIODIC TABLE OF CHEMICAL ELEMENTS

Unique monument – mosaic panel «D. I. Mendeleev periodic table of elements», opened on the initiative of metrologists
Ginak E. B.

5–12

• DEVELOPMENT AND PRODUCTION OF REFERENCE MATERIALS

Development of alumina-based porosity reference materials for the mercury porosimetry method.
Shobina E. P.

13–24

Development and testing of a certified reference material of the lead mass fraction in solutions for measurements using inductively coupled plasma methods
Stakheev A. A., Stolboushkina T. P.

25–31

Development of a black-earth soil reference material, tested for fertility indicators
Stupakova G. A., Ignatyeva E. E., Shchipletsova T. I., Mitrofanov D. K.

33–40

• MODERN METHODS OF ANALYZING SUBSTANCES AND MATERIALS

Studying of NMR-characteristics of silicium-organic liquids
Agafonov O. S., Prudnikov S. M.

41–48

Estimation of consensus value of interlaboratory measurement results accompanied by a minimum increase in associated uncertainty.
Aronov P. M.

49–52

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

Data on new Reference Materials Approved in 2019
Agisheva S. T.

53–67

Data on Type Approved Reference Materials the Validity Period of which has been Extended
Agisheva S. T.

69–78

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:

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

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

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

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

Приводится на русском и английском языках.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

5) Обсуждение и заключение. В заключении суммируются результаты осмысления темы, делаются выводы, обобщения и рекомендации, вытекающие из работы, подчеркивается их практическая значимость, а также определяются основные направления для дальнейшего исследования в этой области.

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

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

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

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

10. Аффiliation 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.

Технический 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

