ISSN 2687-0886

ЭТАЛОНЫ СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Том Vol. 18
№1
2022

Measurement standards Reference materials

РСТ
ВНИИМ
им. Д. И. Менделеева

ЭТАЛОНЫ. СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ
Ежеквартальный научно-технический журнал

Свидетельство о регистрации СМИ – ПИ № ФС 77–78423
от 29.05.2020 г.
ISSN 2687-0886 (Print)
ISSN 0000-0000 (Online)

УЧРЕДИТЕЛЬ ЖУРНАЛА

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д. И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ»)
190005, г. Санкт-Петербург, проспект Московский, 19.

РЕДАКЦИЯ И ИЗДАТЕЛЬ

УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»,
620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4.
Телефон, факс: + 7 (343) 350-72-42, 350-60-68.
e-mail: uniim@uniim.ru. www.rmjournal.ru

Основной целью журнала является развитие научно-технических знаний в области метрологии. Приоритетная задача журнала состоит в создании открытой площадки для обмена информацией, отражающей результаты научных и прикладных исследований, которые связаны с вопросами разработки и внедрения эталонов единиц физических величин; стандартных образцов как средств передачи единицы величины, а также с вопросами разработки новых подходов создания и применения стандартных образцов. В журнале также публикуются исследования по изысканию и использованию физических и химических эффектов с целью создания новых и совершенствования существующих методов и средств измерений высшей точности; освещаются нормативные документы и международные работы, связанные со средствами измерений высшей точности и стандартными образцами.

Журнал издается с 2005 г., до 2020 г. журнал издавался под названием «Стандартные образцы». Периодичность издания – 4 раза в год.

Журнал входит в список рекомендованных для публикации ВАК по группе специальностей 05.11.00 – приборостроение, метрология и информационно-измерительные приборы и системы; список Russian Science Citation Index (RSCI) на платформе Web of Science. Электронные версии статей размещены на сайте журнала, Российской государственной библиотеки, Научной электронной библиотеки eLIBRARY.RU, электронной библиотеки «КиберЛенинка», Google Scholar, в базах данных Всероссийского института научной и технической информации Российской академии наук (ВИНИТИ РАН) и др.

Подписной индекс в каталоге агентств «Пресса России» – 10263.

Подписано в печать 30.03.2022.
Дата выхода в свет 14.04.2022.
Формат 60×90 1/8. Печать офсетная.
Бумага ВХИ. Усл. печ. л. 10,08.
Тираж 200 экз. Заказ № 14660.

ООО Издательство и типография «Альфа Принт»,
620049, Свердловская область, г. Екатеринбург, пер. Автоматики, д. 2
Тел: (343) 222–00–34.

ВНИИМ
им. Д. И. Менделеева

MEASUREMENT STANDARDS. REFERENCE MATERIALS
Quarterly scientific and technical journal

Mass media registration certificate – PI No FS77–78423
of 29 May 2020
ISSN 2687-0886 (Print)
ISSN 0000-0000 (Online)

FOUNDER:

D.I. Mendeleyev Institute for Metrology,
19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia

EDITORIAL OFFICE & PUBLISHER

UNIIM – Affiliated Branch of the D.I. Mendeleyev Institute for Metrology,
4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg, 620075, Russia.
Telephone, fax: +7 (343) 350-72-42, 350-60-68
e-mail: uniim@uniim.ru. www.rmjournal.ru

The main purpose of the journal is the consolidation of scientific and technical knowledge in the field of metrology. The priority task of the journal is to create an open platform for the exchange of information reflecting the results of scientific and applied research related to the development and implementation of measurement standards, as well as new approaches in the field of creation and application of reference materials. The journal also publishes research on the discovery and use of physical and chemical effects in order to create new and improve existing methods and measuring instruments of the highest accuracy; normative documents and international works related to measuring instruments of the highest accuracy and reference materials are covered.

The journal has been published since 2005, until 2020 the journal was published under the name “Reference materals”. The frequency of publication is 4 times a year.

The journal is included in the list recommended for publication by the Higher Attestation Commission for the group of specialties 05.11.00. Instrumentation Engineering, Metrology and Information-Measuring Devices and Systems; Russian Science Citation Index (RSCI) list on the Web of Science platform. Electronic versions of the articles are posted on the website of the journal, the Russian State Library, the Scientific Electronic Library eLIBRARY.RU, the CyberLeninka electronic library, Google Scholar, the databases of the All-Russian Institute of Scientific and Technical Information of the Russian Academy of Sciences (VINITI RAS), etc.

Subscription index in catalogue of agencies “Pressa Rossii” – 10263

Signed for printing: 30.03.2022.
Date of publication: 14.04.2022.
Sheet size 60 x 90 1/8. Offset printing.
Royal paper. Conventional printed sheets 10,08.
Number of copies 200. Order No 14660.

LLC Publishing and Printing House «Alfa Print»
620049, Sverdlovskaja oblast’, Ekaterinburg, Avtomatiki ave., 2

РСТ
ВНИИМ
им. Д. И. Менделеева

ЭТАЛОНЫ. СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ
Ежеквартальный научно-технический журнал

2022. Том 18, № 1

ВСЕМИРНЫЙ ДЕНЬ МЕТРОЛОГИИ

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВА И МАТЕРИАЛОВ

ИНФОРМАЦИЯ. НОВОСТИ. СОБЫТИЯ

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РЕЕСТР УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ, ПРЕДСТАВЛЕННЫХ В ФЕДЕРАЛЬНОМ ИНФОРМАЦИОННОМ ФОНДЕ

РСТ
ВНИИМ
им. Д. И. Менделеева

MEASUREMENT STANDARDS. REFERENCE MATERIALS
Quarterly scientific and technical journal

2022. Vol. 18, no. 1

WORLD METROLOGY DAY

REFERENCE MATERIALS

MODERN METHODS OF ANALYZING SUBSTANCES AND MATERIALS

INFORMATION. NEWS. EVENTS

ASPECTS OF MAINTAINING THE STATE REGISTER OF TYPE APPROVED REFERENCE MATERIALS

ПРИВЕТСТВЕННОЕ ОБРАЩЕНИЕ ДИРЕКТОРА МБМВ И ДИРЕКТОРА МБЗМ

Bureau International des Poids et Mesures

OIML

Всемирный день метрологии 20 мая 2022 г.

Мартин Милтон
Директор МБМВ

Энтони Доннеллан
Директор МБЗМ

МЕТРОЛОГИЯ В ЭПОХУ ЦИФРОВИЗАЦИИ

Внедрение цифровых технологий революционным образом преображает наше сообщество, совершенствуя процессы и открывая новые возможности. Сегодня это одна из самых захватывающих тенденций в развитии общества, характеризующаяся стремительным темпом изменений, которые происходят с нами ежедневно.

Одним из краеугольных камней цифровой трансформации является открытость и прозрачность обмена информацией. Всякий раз, когда нам нужна информация, она должна быть легко находимой и легко доступной в формате интероперабельности и неоднократного ее использования. Данные, отвечающие этим требованиям, известны сегодня как «FAIR»[1]. То есть они должны быть обнаруживаемыми, доступными, интероперабельными и неоднократно используемыми. При соблюдении этих требований данные могут быть признаны как заслуживающие доверия и составлять основу методов работы с открытыми данными.

Для наиболее эффективного использования информации важно, чтобы все источники информации в новом цифровом мире были доступны для чтения не только людям, но также доступны в машиночитаемых форматах. В таком случае машины тоже смогут выполнять соответствующую работу («выполняемое машиной действие»), что может быть использовано в основе новых возможностей применения искусственного интеллекта.

Реализацию открывающихся в результате цифровой трансформации возможностей можно провести быстрее, если адаптировать глобальную инфраструктуру качества для продвижения и применения новых цифровых технологий, генерирующих и использующих данные на основе принципа FAIR. Метрология – наука об измерениях и их применении,– являясь одной из центральных составляющих национальной и международной инфраструктуры качества, уже начинает обеспечивать требования новой цифровой экономики.

Показательным примером деятельности по поддержанию цифровой трансформации является разработка МКМВ Цифровой Платформы SI (SI Digital Framework). В основе этой Платформы будет базовое представление (ядро)

[1] Применение принципов FAIR к данным было одобрено лидерами G20 в 2016 году на саммите в Ханчжоу. См. https://www.go-fair.org

Международной системы единиц SI, содержащее согласованные форматы для базовых элементов данных, таких как величины, единицы, неопределенности, взятых из Брошюры SI. Это позволит Национальным метрологическим институтам, МБМВ и связанным с ними организациям создавать, руководствуясь SI, новые услуги, используя наилучшим образом открытые форматы данных, программные инструменты и услуги. Благодаря таким услугам будет обеспечена доступность данных для анализа, улучшение качества и открытость данных. Результатом Цифровой Платформы SI станет разработка новых цифровых приложений, используемых в более широких кругах метрологического сообщества, а также для научных дисциплин, основывающихся на SI.

Применение цифровых измерительных платформ в промышленности и у потребителей составляет единое целое с всеохватывающей и заслуживающей доверия цифровой трансформацией. Включение в документальные стандарты и технические регламенты цифровых принципов и методик изначально представляет область исследования МОЗМ. Цифровой сертификат соответствия, основанный на принципах FAIR, является частью этого контекста. Нашему сообществу цифровая трансформация в области метрологии может принести большую пользу. Например, ускорится ввод измерительных продуктов и услуг на рынок, меньше времени будет занимать процесс утверждения, что, в свою очередь, окажет благоприятное воздействие на инновационное развитие, темпы продвижения продукции и обеспечение устойчивости.

Путь, который предстоит пройти МБМВ и МОЗМ для достижения цели в области цифровизации, имеет двойное значение. Мы осуществим перевод нашей собственной деятельности и услуг, а это, следовательно, обеспечит цифровую основу для всех пользователей данных по измерениям. Этот путь предполагает быть перспективным и невероятно увлекательным, и мы намерены совершить его вместе с нашими партнерами.

Перевод на русский язык выполнен В. А. Сушкевич
УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

Оригинал текста размещен: World Metrology Day 2022
https://www.worldmetrologyday.org/

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Научная статья
УДК 631.4:504.53:539.16
https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-1-7-22

Стандартные образцы удельной активности техногенных радионуклидов и массовой доли элементов на основе почвенной матрицы Семипалатинского испытательного полигона

О. Н. Келлер, Ж. Ж. Суюндуков, А. О. Айдарханов, А. Ж. Ташекова ✉,
Н. Ж. Мухамедияров, Н. В. Захарова, А. Е. Темиржанова, Г. М. Есильканов,
Е. З. Шакенов, В. В. Колбин

Институт радиационной безопасности и экологии,
Курчатов, Республика Казахстан
✉ esenzholova@nnc.kz

Аннотация. Основным средством обеспечения правильности получаемой аналитической информации при радиоэкологических, геологических и других исследованиях является использование стандартных образцов состава и свойств природных объектов с аттестованными характеристиками. В статье представлен опыт филиала «Институт радиационной безопасности и экологии» Национального ядерного центра Республики Казахстан в разработке и аттестации стандартных образцов, содержащих техногенные радионуклиды и массовые доли элементов. В качестве исходного материала для изготовления стандартных образцов была выбрана почва, отобранная с мест проведения подземных и наземных ядерных испытаний, на площадках «Опытное поле» и «Балапан» бывшего Семипалатинского испытательного полигона, которая имеет разнообразный радионуклидный состав (естественные и техногенные радионуклиды) с широким спектром химических элементов. Основная цель работы – аттестация двух стандартных образцов: стандартный образец удельной активности радионуклидов ^{137}Cs, ^{90}Sr, массовой доли элементов Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As в почвенном покрове Семипалатинского испытательного полигона (KZ.04.01.00007–2020) и стандартный образец удельной активности радионуклидов ^{152}Eu, ^{60}Co, массовой доли элементов Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As в почвенном покрове Семипалатинского испытательного полигона (KZ.04.01.00008–2020).

Проведены все необходимые для создания стандартных образцов процедуры: отделение магнитной фракции от основной массы материала, измельчение материала, контрольный просев материала, а также гомогенизация с последующими аналитическими исследованиями по аттестации параметров стандартных образцов. В процессе работы применяли методы гамма-спектрометрии, бета-спектрометрии, масс-спектрометрии и комплексной обработки результатов измерения. Приведены данные межлабораторного сравнительного испытания по определению аттестованного значения концентраций заявленных радионуклидов и элементов.

Стандартные образцы представляют собой образцы почв, высушенных до воздушно-сухого состояния, измельченных до размеров частиц менее 60 мкм и расфасованных в герметично закрывающиеся полипропиленовые контейнеры, массой по 200 г. Стандартные образцы внесены в реестр государственной системы обеспечения единства измерений и утверждены в качестве государственных стандартных образцов Республики Казахстан. Областью применения стандартных образцов является обеспечение внутрилабораторного контроля качества испытаний аналитических лабораторий, специализированных на проведении радиоэкологических комплексных исследований, а также разработка и валидация аналитических методик выполнения измерений.

Ключевые слова: стандартный образец, межлабораторное сравнительное испытание, радионуклидный состав, элементный состав, однородность, стабильность, Семипалатинский испытательный полигон

Используемые сокращения: СО – стандартный образец; СИП – Семипалатинский испытательный полигон.

Ссылка при цитировании: Стандартные образцы удельной активности техногенных радионуклидов и массовой доли элементов на основе почвенной матрицы Семипалатинского испытательного полигона / О. Н. Келлер [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2022. Т. 18, № 1. С. 7–22. https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-1-7-22

Статья поступила в редакцию 26.09.2021; одобрена после рецензирования 19.01.2022; принята к публикации 07.02.2022.

REFERENCE MATERIALS

Research Article

Reference Materials for the Activity Concentration of Technogenic Radionuclides and the Mass Fraction of Elements Based on the Soil Matrix of the Semipalatinsk Test Site

Oksana N. Keller, Zhastlek Zh. Suyundukov, Asan O. Aidarkhanov, Azhar Zh. Tashekova ✉, Nurlan Zh. Mukhamediyarov, Natalia V. Zakharova, Arai Ye. Temirzhanova, Ghani M. Yesilkanov, Yerbol Z. Shakenov, Vladimir V. Kolbin

Institute of Radiation Safety and Ecology,
Kurchatov, Republic of Kazakhstan
✉ esenzholova@nnc.kz

Abstract. The application of reference materials for the composition and properties of natural objects with certified characteristics is the main instrument for ensuring the correctness of the obtained analytical information in radioecological, geological, and other studies. The article presents the experience of the branch of the Institute of Radiation Safety and Ecology of the National Nuclear Center of the Republic of Kazakhstan in the development and certification of reference materials containing technogenic radionuclides and mass fractions of elements. The soil selected from the sites of underground and surface nuclear tests at the «Experimental field» and «Balapan» sites of the former Semipalatinsk Test Site, which has a diverse radionuclide composition (natural and technogenic radionuclides) with a wide range of chemical elements, was chosen as the starting material for production of reference materials. The main purpose of the work is the certification of two reference materials: reference material for the activity concentration of ^{137}Cs, ^{90}Sr, the mass fraction of Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As in the soil cover of the Semipalatinsk Test Site (KZ.04.01.00007–2020) and reference material for the activity concentration of ^{152}Eu, ^{60}Co, the mass fraction of Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As in the soil cover of the Semipalatinsk Test Site (KZ.04.01.00008–2020).

All procedures necessary for the creation of reference materials were carried out: separation of the magnetic fraction from the bulk of the material, grinding of the material, control sieve of the material, as well as homogenization with subsequent analytical studies to certify the parameters of reference materials. The methods of gamma spectrometry, beta spectrometry, mass spectrometry, and combined measurement results processing were applied. The results of an interlaboratory comparative test to determine the certified value of the concentrations of the specified radionuclides and elements are given.

Reference materials are soil samples dried to an air-dry state, grinded to a particle size of less than 60 μm, and packaged in hermetically sealed polypropylene containers weighing 200 g. Reference materials have been included in the register of the state system for ensuring the uniformity of measurements and approved as state reference materials of the Republic of Kazakhstan. The scope of reference materials is to provide interlaboratory quality control of tests of analytical laboratories specialized in conducting radioecological complex studies, as well as the development and validation of analytical measurement procedures.

Keywords: reference material, interlaboratory comparative test, radionuclide composition, elemental composition, homogeneity, stability, Semipalatinsk Test Site

Abbreviations used in the article: RM – reference material; STS – Semipalatinsk Test Site.

For citation: Keller O. N., Suyundukov Z. Zh., Aidarkhanov A. O., Tashekova A. Zh., Mukhamediyarov N. Zh., Zakharova N. V. et al. Reference Materials for the Activity Concentration of Technogenic Radionuclides and the Mass Fraction of Elements Based on the Soil Matrix of the Semipalatinsk Test Site. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2022;18(1): 7–22. https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-1-7-22 (In Russ.).

The article was submitted 26.09.2021; approved after reviewing 19.01.2022; accepted for publication 07.02.2022.

Введение

Оценка радиоэкологической обстановки загрязненных территорий является важным элементом системы радиационной безопасности. Как правило, радиоэкологические исследования включают в себя детальное картирование уровней загрязнения и проведение систематических наблюдений за радиационной обстановкой. Главным элементом радиоэкологического обследования является определение уровня активности радионуклидов и элементов в тех или иных объектах. Радионуклидный и масс-спектрометрический анализы, в свою очередь, требуют наличия СО, которые используются либо для калибровки спектрометрического оборудования, либо в целях контроля качества.

До последнего времени на территории Республики Казахстан не существовало организации, проводящей переаттестацию и изготовление СО радионуклидного состава. В основном рынок СО представлен товаром, поставляемым со стороны стран ближнего зарубежья (Российская Федерация, Республика Беларусь), а также СО, поставляемыми Международным агентством по атомной энергетике [1].

На базе филиала «Институт радиационной безопасности и экологии» Национального ядерного центра Республики Казахстан при поддержке АО «Фонд науки» было создано подразделение производства и аттестации СО радионуклидного и элементного состава. Уникальной особенностью данного производства стало использование почвы СИП в качестве материала СО. Большое количество исследовательских данных по характеру перераспределения радионуклидов в экосистемах СИП, различных по ландшафтным особенностям и характеру радионуклидного загрязнения, позволили определить территории, перспективные для заготовки материала, необходимого для формирования СО.

В ходе исследований для различных участков СИП получена целостная картина параметров перехода радионуклидов из почвы в растения естественных экосистем для всех территорий, характеризующихся различными типами радиоактивного загрязнения [2], что позволило в перспективе использовать в качестве матрицы исходного материала растительный покров СИП с учетом ранее полученных данных по радионуклидному загрязнению почв.

В ходе комплексных исследований поведения радионуклидов в компонентах экосистем установлен характер распределения искусственных радионуклидов по гранулометрическим фракциям почв различных объектов и территорий СИП [3]. Полученные из [3] данные послужили опорой для разработки СО удельной активности радионуклидов, обеспечили однородность распределения активности радионуклидов в СО.

Основная цель исследования – аттестация двух СО: СО удельной активности радионуклидов ^{137}Cs, ^{90}Sr, массовой доли элементов Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As в почвенном покрове СИП и СО удельной активности радионуклидов ^{152}Eu, ^{60}Co, массовой доли элементов Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As в почвенном покрове СИП. При исследовании авторы рассматривают ключевые особенности разработки и аттестации СО радионуклидного и элементного состава, уникальных с точки зрения матрицы исходного материала – почвенного покрова СИП.

Материалы и методы

Материалы

Объектами отбора исходного материала СО были две испытательные площадки СИП, где проводились разнохарактерные ядерные взрывы: испытательная

площадка «Опытное поле», на которой проводились воздушные и наземные испытания, включающие как ядерные, так и гидроядерные взрывы, и испытательная площадка «Балапан» (район Атомного озера), где проводились подземные ядерные взрывы в скважинах и модельные эксперименты с использованием обычных взрывчатых веществ, в том числе экскавационный взрыв с выбросом грунта в рамках эксперимента по созданию искусственного водохранилища [4]. Учитывая различное содержание радионуклидов в компонентах экосистем и установление характера распределения искусственных радионуклидов по гранулометрическим фракциям почв различных объектов и территорий СИП, авторы приняли решение о разработке двух СО, характеризующихся различным радионуклидным составом.

При определении точек отбора материала для каждого СО руководствовались результатами предварительной пешеходной гамма-спектрометрической съемки [5, 6]. На основании этих данных с испытательной площадки «Опытное поле» был отобран исходный материал для СО удельной активности радионуклидов ^{137}Cs, ^{90}Sr, массовой доли элементов Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As, с площадки «Балапан» – исходный материал для СО удельной активности радионуклидов ^{152}Eu, ^{60}Co, массовой доли элементов Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As.

В ходе выполнения экспедиционных выездов на испытательные площадки полигона были отобраны образцы почвы. Глубина отбора составляла 0–5 см слоя, площадь отбора – 200×200 см.

В полевых условиях была проведена предварительная пробоподготовка с просевом почвы с помощью вибросепаратора.

При сепарации исходного материала в полевых условиях посредством вибросепаратора отбирался материал фракцией 90–500 мкм.

Методы

Отбор исходного материала для разработки СО проводился в условиях испытательных площадок, отличающихся характером радионуклидного загрязнения и форм нахождения радионуклидов в почвенной матрице. Данный фактор вносил коррективы в подготовку материала для каждого исходного материала кандидата СО.

Основным различием в подготовке стало проведение магнитной сепарации исходного материала СО удельной активности радионуклидов ^{137}Cs, ^{90}Sr. Отделение магнитной фракции из общей массы материала было обусловлено значительной степенью утяжеления процессов гомогенизации материала, а также процессов разложения почвенной матрицы при проведении радиохимического и элементного анализа за счет наличия в материале СО спёков и горячих частиц. После завершения сепарации были проведены отдельные гамма-спектрометрические измерения магнитной и немагнитной фракций. Результаты отдельных гамма-спектрометрических измерений магнитной и немагнитной фракций представлены в табл. 1.

Таблица 1. Результаты гамма-спектрометрического анализа магнитной и немагнитной фракции для каждого исходного материала кандидата СО

Table 1. The results of gamma-spectrometric analysis of a magnetic and non-magnetic fraction for each starting candidate material to RM

№ образца	Размер фракции, мкм	Удельная радиоактивность ^{137}Cs, Бк/кг	
		Магнитная фракция	Немагнитная фракция
т. 1	90–250	195±40	170±30
	250–500	$2{,}3\times10^3\pm0{,}5\times10^3$	280±60
т. 2	90–250	355±70	300±60
	250–500	$2{,}5\times10^3\pm0{,}5\times10^3$	540±110
т. 3	90–250	$1{,}0\times10^3\pm0{,}2\times10^3$	580±120
	250–500	$2{,}7\times10^3\pm0{,}5\times10^3$	785±160
т. 4	90–250	370±70	280±60
	250–500	300±60	340±70

Результаты, представленные в табл. 1, наглядно показывают значительную разницу в значениях удельной активности ^{137}Cs в магнитной и немагнитной фракции, что, в свою очередь, подтвердило предположения авторов о необходимости выделения магнитной фракции из общего объема материала во избежание утяжеления процесса гомогенизации.

Основываясь на ранее проведенных исследовательских работах по определению соотношения ^{137}Cs/^{90}Sr для отдельных испытательных площадок (в том числе и для площадки «Опытное поле» [7]), авторы допустили измерение магнитной фракции по одному радионуклиду ^{137}Cs, что позволило в качестве элемента-индикатора выбрать ^{137}Cs и по известному соотношению предварительно предположить концентрацию ^{90}Sr. Данный выбор также обусловлен возможностью проведения гамма-спектрометрического экспресс-анализа удельной активности ^{137}Cs без предварительной пробоподготовки.

В отличие от исходного материала СО, отобранного с испытательной площадки «Опытное поле», исходный материал с площадки «Балапан» содержал минимальное количество спёков, размеры которых превосходили размеры ячеек сита, используемого при предварительном просеве, что позволило избавиться от их присутствия в условиях полевой пробоподготовки и исключить из схемы подготовки СО удельной активности радионуклидов ^{152}Eu, ^{60}Co этап магнитной сепарации.

Далее процесс лабораторной подготовки двух материалов кандидатов СО проходил одинаково. Осуществлялся процесс измельчения исходного материала с помощью ударной роторной мельницы VERDER REACH SR300 с ситом 200 мкм, после чего полученный материал просеивался на рассеивающей машине AS450 control, при этом выделялась фракция менее 60 мкм. Материал фракцией большего размера проходил повторный цикл измельчения на мельнице VERDER REACH SR300 и просев через рассеивающую машину AS450 control. Таким образом, итоговая фракция сырья составила менее 60 мкм.

Итоговым процессом подготовки материала кандидата СО являлось его тщательное перемешивание в барабанном смесителе NORMIT для получения однородного материала.

Результаты и обсуждение

Исследование однородности материала СО

Одним из ключевых свойств, отражающих качество СО, является однородность (гомогенность) материала. Этот параметр является одним из важнейших при аттестации СО и играет важную роль при определении содержания сертифицируемого параметра в общем объеме исходного материала.

Для установления аттестованных значений аттестуемых радионуклидов и элементов рассчитывалось необходимое число проб для определения однородности в соответствии с ГОСТ 8.531-2002.

По результатам проведенных измерений вычисляли среднее арифметическое значение результатов для каждой пробы:

$$\overline{X}_n = \sum_{j=1}^{J} \frac{X_{nj}}{J}, \quad (1)$$

где X_{nj} – результаты измерений;

n – номер пробы (n=1, 2…, N);

j – измерения в каждой пробе (j=1, 2 …, J).

Вычисление суммы квадратов отклонений результатов измерений от средних значений SS_e проводили по:

$$SS_e = \sum_{n=1}^{N} \sum_{j=1}^{J} (X_{nj} - \overline{X}_n)^2, \quad (2)$$

и сумму квадратов средних арифметических для каждой пробы от среднего арифметического всех результатов:

$$SS_H = J \cdot \sum_{n=1}^{N} (\overline{N}_n - \overline{X})^2, \quad (3)$$

характеристику однородности вычисляем по формуле:

$$S_H = \left[\frac{\overline{SS_H} - \overline{SS_e}}{J} \cdot \left(\frac{M_o}{M} \right) \right]^{0,5}, \quad (4)$$

где M_0 – масса пробы;

M – наименьшая представительная проба для данного аттестуемого компонента.

$\overline{SS_e}$ – средний квадрат отклонений результатов измерений от средних значений для каждой пробы, вычисляемый согласно формуле:

$$\overline{SS}_e = SS_e / \left[N \cdot (J-1) \right], \quad (5)$$

$\overline{SS_H}$ – средний квадрат отклонений результатов измерений от средних значений между пробами:

$$\overline{SS}_H = \frac{SS_H}{(N-1)}, \quad (6)$$

стандартная неопределенность от неоднородности u_h была определена согласно РМГ 93–2015:

$$u_h = \sqrt{\frac{\overline{SS_H} - \overline{SS_e}}{J}}, \qquad (7)$$

Для установления аттестованных значений удельной активности радионуклидов ^{137}Cs, ^{90}Sr, ^{152}Eu и ^{60}Co использовалась МВИ «Активность радионуклидов в счетных образцах. Методика измерений на гамма-спектрометрах с использованием программного обеспечения «SpectraLine» и МВИ «Методика измерения активности радионуклидов с использованием сцинтилляционного бета-спектрометра с программным обеспечением «Прогресс». Методики основаны на регистрации гамма и бета-излучающих радионуклидов в счетных образцах с помощью сцинтилляционных и полупроводниковых спектрометров в аттестованной геометрии измерения и последующей обработкой измерительной информации с использованием специализированного программного обеспечения «SpectraLine» и «Прогресс».

Для установления аттестованных значений массовой доли элементов Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As использовалась МВИ № 499-АЭС/МС МКХА «Методика количественного химического анализа. Определение элементного состава горных пород, почв, грунтов и донных отложений атомно-эмиссионным с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП) и масс-спектральным с индуктивно связанной плазмой методами (МС-ИСП)». Методика основана на использовании аргоновой индуктивно связанной плазмы в качестве источников фотонов (АЭС-ИСП) и ионов (МС-ИСП), с предварительным переводом анализируемого образца в виде раствора, путем кислотного разложения.

Оценка характеристики однородности СО по удельной активности радионуклидов и элементному составу представлена в табл. 2, 3.

Межлабораторные исследования по установлению аттестованных значений СО

Значение аттестованных характеристик СО и их погрешностей (неопределенности) были установлены путем проведения межлабораторного сравнительного эксперимента с участием аккредитованных лабораторий Республики Казахстан и Российской Федерации.

В межлабораторном сравнительном испытании приняли участие 8 аккредитованных исследовательских лабораторий, недостающее количество результатов было получено на базе отдела аналитических исследований филиала «Институт радиационной безопасности и экологии» в условиях воспроизводимости результатов.

Статистическая обработка независимых результатов измерений Xi, полученных от исследовательских лабораторий, участвующих в межлабораторном сравнительном эксперименте, была проведена согласно ГОСТ 8.532-2002.

Таблица 2. Результаты оценки характеристик однородности СО удельной активности радионуклидов ^{137}Cs, ^{90}Sr, массовой доли элементов Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As

Table 2. The assessment results of the RM homogeneity characteristics for the activity concentration of ^{137}Cs, ^{90}Sr, the mass fraction of Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As

Радионуклид	SS_e, Бк/кг	$SS_н$, Бк/кг	$\overline{SS}_e$, Бк/кг	$\overline{SS}_н$, Бк/кг	$S_н$, Бк/кг	$S_н$, %	u_h, %
^{137}Cs	3910	993	51	99	3,5	0,98	0,69
^{90}Sr	15900	2725	207	272	3,5	0,73	0,60
Zn	548	254	11	23	1,5	3,5	3,5
Cu	68	437	1,4	40	2,8	6,6	6,7
Pb	238	55	4,9	4,9	0,07	0,4	0,4
Cd	0,22	0,05	0,004	0,005	0,01	1,2	1,2
Co	120	28	2,5	2,5	0,07	0,31	0,31
Fe	2530	5891	53	536	10	0,03	0,03
Mn	1130	4225	24	384	8,5	0,62	0,62
As	111	27	2,3	2,4	0,20	1,6	1,6

Таблица 3. Результаты оценки характеристик однородности СО удельной активности радионуклидов ^{152}Eu, ^{60}Co, массовой доли элементов Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As

Table 3. The assessment results of RM homogeneity characteristics for the activity concentration of ^{152}Eu, ^{60}Co, the mass fraction of Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As

Радионуклид	SS_e, Бк/кг	$SS_н$, Бк/кг	$\overline{SS}_e$, Бк/кг	$\overline{SS}_н$, Бк/кг	$S_н$, Бк/кг	$S_н$, %	u_h, %
^{152}Eu	3280	1513	43	151	5,2	0,72	0,50
^{60}Co	280	980	3,6	98	4,2	4,5	3,6
Zn	314	894	6,5	81	3,9	3,2	3,2
Cu	168	255	3,5	23	1,9	3,2	3,2
Pb	22	6,9	0,46	0,63	0,19	1,0	1,0
Cd	0,02	0,01	0,00041	0,00049	0,004	0,88	0,90
Co	40	11	0,83	1,0	0,19	0,66	0,70
Fe	5840	2141	122	194	3,8	0,01	0,008
Mn	18840	6658	392	605	6,5	0,66	0,70
As	60	16	1,3	1,5	0,2	1,6	1,6

Обработка результатов включала в себя определение следующих параметров:

проверка на наличие выбросов по критерию Граббса до выполнения условия

$$GR_{m,max} \le GR_{\text{табл}} \text{ и } GR_{m,min} \le GR_{\text{табл}}$$

медиана результатов $\tilde{X}$

$$\tilde{X} = med\{X_i\} = \begin{cases} X_{(N/2)} + X_{(N/2+1)} / 2 - \textit{для четных } N \\ X_{(N+1/2)} - \textit{для нечетных } N \end{cases}, \quad (8)$$

где X_i – независимые результаты измерений;

N – общее количество результатов межлабораторной аттестации,

абсолютные отклонения результатов измерений от медианы dO_i

$$dO_i = | X_{(i)} - \tilde{X} |, \quad (9)$$

медиана абсолютных ненулевых отклонений $MAD0$

$$MAD0 = med\{dO_j\}, \quad (10)$$

где $med\{dO_j\}$ – вычисляют по формуле, аналогичной формуле медианы результатов $\tilde{X}$, в зависимости от числа ненулевых значений dO_j,

величина критического отклонения результатов от медианы $C_к$

$$C_к = 3 \cdot MAD0, \quad (11)$$

аттестованное значение СО

$$\hat{A} = \left(\frac{1}{w}\right) \cdot \sum_{j=1}^{N} w_i \cdot X_{(i)}, \quad (12)$$

где W – сумма весовых коэффициентов w_i,

нормированное отклонение от медианы

$$U_i = dO_i / (5{,}2 \cdot MAD0), \quad (13)$$

весовые коэффициенты

$$w_i = \begin{Bmatrix} (1 - U_i^2)^2 - \text{для } U_i < 1 \\ 0 - \text{для } U_i \ge 1 \end{Bmatrix}, \quad (14)$$

абсолютные отклонения результатов измерений от средневзвешенного $d2_i$

$$d2_i = \left| X_{(i)} - \hat{A} \right|, \quad (15)$$

медиана абсолютных ненулевых отклонении $MAD2$

$$MAD2 = med\{d2_i\}, \quad (16)$$

где $med\{d2_i\}$ – в зависимости от числа ненулевых значений $d2_i$ вычисляют по формуле, аналогичной формуле медианы результатов $\tilde{X}$.

Среднеквадратическое отклонение $S_{\hat{A}}$

$$S_{\hat{A}} = 1,48 \cdot MAD2, \quad (17)$$

характеристика погрешности межлабораторной аттестации

$$\Delta_{\hat{A}} = B_f \cdot \hat{A}, \quad (18)$$

где $f = K–1$;

K – количество отличных от нуля коэффициентов w_i, а значения коэффициента B_f – табличная величина согласно ГОСТ 8.532-2002.

Погрешность аттестованного значения СО с учетом погрешности от неоднородности

$$\Delta_{ат} = \sqrt{\Delta^2_{\hat{A}} + 4 \cdot S^2_н}, \quad (19)$$

где $S_н$ – среднеквадратичное отклонение погрешности от неоднородности.

Стандартная неопределенность от способа определения аттестованного значения СО

$$u_{char} = 1,48 \cdot MAD2. \quad (20)$$

Результаты межлабораторного эксперимента по установлению аттестованных характеристик СО удельной активности радионуклидов ^{137}Cs, ^{90}Sr, массовой доли элементов Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As приведены в табл. 4.

Результаты межлабораторного эксперимента по установлению аттестованных характеристик СО удельной активности радионуклидов ^{152}Eu, ^{60}Co, массовой доли элементов Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As приведены в табл. 5.

Для иллюстрации, позволяющей наглядно сравнить результаты всех участников межлабораторного эксперимента, на рис. 1 представлены диаграммы результатов исследований по определению удельной активности радионуклидов в СО почвы СИП.

Как видно из рис. 1, результаты сравнительных испытаний по определению удельной активности радионуклидов в образце СО почвы в большинстве случаев удовлетворительны, что доказывает корректность установленных аттестованных характеристик СО удельной активности радионуклидов ^{137}Cs, ^{90}Sr, ^{152}Eu, ^{60}Co и массовой доли элементов Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As, приведённых в табл. 4, 5.

Оценка стабильности СО

Для подтверждения стабильности кандидатов СО или определения остаточной степени нестабильности исходного материала СО проводился анализ по оценке стабильности.

Таблица 4. Результаты расчетов аттестованного значения параметров СО удельной активности радионуклидов ^{137}Cs, ^{90}Sr, массовой доли элементов Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As

Table 4. The calculation results of the certified value of the RM parameters for the activity concentration of ^{137}Cs, ^{90}Sr, the mass fraction of Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As

Элемент	Ед. измерения	$\tilde{X}$	MAD0	Ск	$\hat{A}$	B_f	$\Delta_{\hat{A}}$	$\Delta_{ат}$	$\Delta_{ат}$	u_{char}
									%	
^{137}Cs	Бк/кг	340	12	36	340	0,84	15	16	4,8	5,1
^{90}Sr		440	13	40	440	0,93	14	15	3,5	3,4
Zn	млн$^{-1}$	44,5	0,50	1,5	44,4	1,1	0,91	3,2	7,2	2,0
Cu		41,5	0,73	2,2	41,3	0,84	0,93	0,90	2,2	2,7
Pb		18,3	0,75	2,3	18,3	0,84	0,92	0,93	5,1	6,0
Cd		0,48	0,02	0,06	0,48	0,93	0,03	0,03	6,6	6,6
Co		22	2,0	6,0	22	1,2	1,1	1,1	4,8	3,8
Fe		33500	600	1800	33704	1,1	1165	1165	3,5	3,3
Mn		1300	50	150	1315	1,2	64	65	4,9	3,9
As		10	1,0	3,0	10	2,5	0,50	0,6	5,9	2,0

Таблица 5. Результаты расчетов аттестованного значения параметров СО удельной активности радионуклидов ^{152}Eu, ^{60}Co, массовой доли элементов Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As

Table 5. The calculation results of the certified value of the RM parameters for the activity concentration of ^{152}Eu, ^{60}Co, the mass fraction of Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As

Элемент	Ед. измерения	$\tilde{X}$	MADO	Ск	$\hat{A}$	B_f	$\Delta_{\hat{A}}$	$\Delta_{ат}$	$\Delta_{ат}$	u_{char}
									%	
^{152}Eu	Бк/кг	705	220,5	67,5	705	0,84	28	30	4,2	4,7
^{60}Co		94	1,0	3,0	94	0,92	1,2	8,5	9,0	1,4
Zn	млн$^{-1}$	124	2,0	6,0	124	0,92	3,2	8,4	6,8	2,8
Cu		63	1,0	3,0	63	1,1	1,5	1,5	2,5	2,4
Pb		19	1,0	3,0	19	0,92	1,2	1,2	6,6	6,8
Cd		0,42	0,02	0,06	0,42	0,92	0,03	0,03	6,5	6,8
Co		29	2,0	6,1	28	0,95	1,7	1,7	6,2	6,5
Fe		44500	500	1500	44607	0,92	832	832	1,9	2,0
Mn		1015	25	75	1019	0,84	31	31	3,1	3,6
As		13	1,0	3,1	13	0,92	0,19	0,45	3,4	1,5

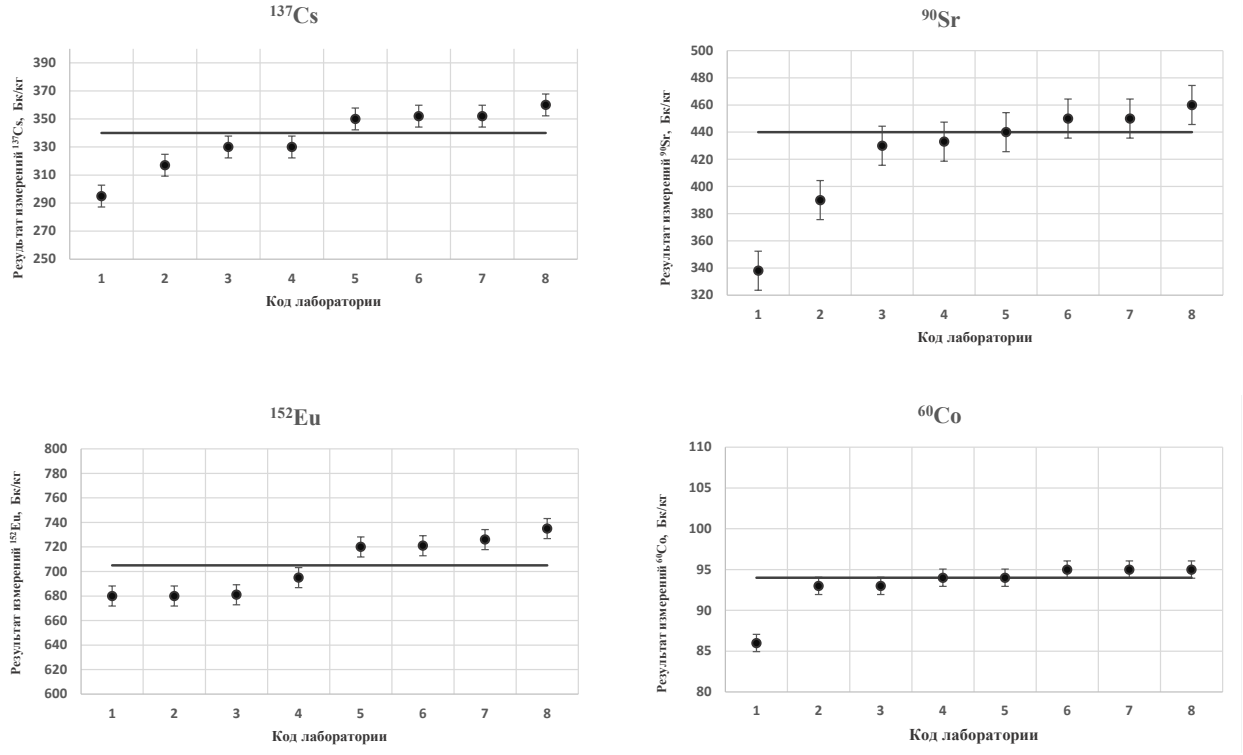


Рис. 1. Диаграммы результатов определения удельной активности радионуклидов в СО почвы СИП (Республика Казахстан), где: ——— Аттестованное значение СО

Fig. 1. The diagrams of the activity concentration determinations of radionuclides in RM of soil of the STS (the Republic of Kazakhstan). Where: ——— is the certified value of the reference material

Исследование стабильности материала СО проводилось согласно СТ РК 2.188-2010 и РМГ 93–2015.

Для определения числа измерений, необходимых в условиях оценки стабильности, было рассчитано отношение:

$$Q = \Delta_{доп} / S_{МВИ}, \quad (21)$$

где $\Delta_{доп}$ – допускаемое значение погрешности аттестованного значения СО, заданное в техническом задании на разработку СО;

$S_{МВИ}$ – стандартное отклонение случайной составляющей погрешности методики измерений.

Данное соотношение давало различное выходное значение числа измерений для выполнения анализа по радионуклидному составу и элементному составу СО. Это связано с различной погрешностью применяемых методик измерений. Согласно СТ РК 2.188-2010, при исследовании стабильности радионуклидного состава в течение 14 месяцев измерения проводились каждую неделю, а для элементного состава – проводилось один раз в месяц.

По результатам полученных измерений были определены следующие параметры:

– экспоненциальное сглаживание полученных результатов по формуле:

$$U_n = \alpha\, d_n + (1 - \alpha)\, U_{n-1}, \quad (22)$$

где U_n – сглаженное значение разности результатов измерений в момент времени n ($n = 1, 2, \ldots, N$). Для начального значения U_1 принимают $d_1 = 0$;

α – коэффициент, выбираемый в зависимости от отношения $S/\Delta_{доп}$ согласно СТ РК 2.188-2010;

d_n – погрешность от нестабильности в n-й момент времени.

– скользящие размахи R_n:

$$R_n = |U_n - U_{n-1}|, \quad (23)$$

– средний размах:

$$\overline{R} = \frac{1}{N-1} \sum_{n=2}^{N} R_n, \quad (24)$$

В ходе анализа предполагалась линейная модель зависимости сглаженных оценок погрешности от нестабильности U_n согласно формуле:

$$U_n = a t_n + \varepsilon_п, \quad (25)$$

где a – коэффициент линейной зависимости погрешности от нестабильности;

$\varepsilon_п$ – значение случайной погрешности результатов измерений в момент времени $t_n = \tau/N \cdot (n - 1)$.

Коэффициент a определялся по полученным значениям U_n методом наименьших квадратов:

$$a = \frac{6 \cdot \sum_{n=1}^{N-1} n \cdot U_{(n+1)}}{\tau \cdot (N-1) \cdot (2N-3)}, \quad (26)$$

Стандартное отклонение S_a коэффициента a определялось по формуле:

$$S_a = \frac{S_U}{\tau} \cdot \sqrt{\frac{6N}{2N-3}}, \quad (27)$$

где S_U – стандартное отклонение сглаженных оценок, вычисляемое по среднему размаху $\overline{R}$:

$$S_u = 0{,}89\overline{R}, \quad (28)$$

Стандартная неопределенность от нестабильности была рассчитана по формуле:

$$u_{stab} = S_a \cdot t, \quad (29)$$

Результаты характеристик стабильности СО удельной активности техногенных радионуклидов и массовой доли элементов Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As приведены в табл. 6, 7.

Оценка неопределенности результатов определения удельной активности радионуклидов и элементов в СО почвы

Для расчета суммарной стандартной неопределенности аттестованного значения СО ранее были определены: неопределенность от неоднородности материала (U_h), неопределенность, связанная с установлением аттестованного значения (U_{char}) и стандартная неопределенность от нестабильности (U_{stab}) исходного материала СО:

$$u_c(\widehat{A}) = \sqrt{u_{char}^2 + u_h^2 + u_{stab}^2}, \quad (30)$$

Далее рассчитывалась расширенная стандартная неопределенность аттестованного значения СО, в зависимости от значения доверительной вероятности:

$$u_p(\widehat{A}) = k \cdot u_c(\widehat{A}), \quad (31)$$

Полученные результаты расчетов расширенной стандартной неопределенности при доверительной вероятности $P = 95\%$ и $k = 2$ для СО удельной активности радионуклидов ^{137}Cs, ^{90}Sr, ^{152}Eu, ^{60}Co и массовой доли элементов Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As приведены в табл. 8.

Таблица 6. Результаты характеристик стабильности СО удельной активности радионуклидов ^{137}Cs, ^{90}Sr, массовой доли элементов Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As

Table 6. The results of the RM stability characteristics for activity concentration of ^{137}Cs, ^{90}Sr, the mass fraction of Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As

Радионуклид	$\bar{R}$	a	S_U	S_a	u_{stab}, %
^{137}Cs	0,7	-0,09	0,7	0,10	0,6
^{90}Sr	1,1	-0,57	1,0	0,15	0,7
Zn	0,52	-0,14	0,46	0,07	4,5
Cu	0,33	-0,27	0,29	0,05	2,7
Pb	0,19	-0,14	0,17	0,03	3,3
Cd	0,003	0,001	0,003	0,0004	1,9
Co	0,13	0,02	0,11	0,02	1,9
Fe	166	-92	148	23	1,6
Mn	1,3	0,46	1,2	0,18	0,3
As	0,11	0,03	0,1	0,02	3,5

Таблица 7. Результаты характеристик стабильности СО удельной активности радионуклидов ^{152}Eu, ^{60}Co, массовой доли элементов Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As

Table 7. The results of the RM stability characteristics for activity concentration of ^{152}Eu, ^{60}Co, the mass fraction of Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As

Радионуклид	$\bar{R}$	a	S_U	S_a	u_{stab}, %
^{152}Eu	1,1	2,7	0,99	0,14	0,46
^{60}Co	0,70	1,3	0,62	0,09	2,2
Zn	0,57	0,24	0,53	0,08	1,6
Cu	0,48	0,06	0,43	0,07	2,6
Pb	0,10	0,03	0,09	0,01	1,9
Cd	0,002	-0,0012	0,002	0,0003	1,7
Co	0,14	0,06	0,13	0,02	1,6
Fe	85	67	76	12	0,6
Mn	7,6	2,2	6,7	1,0	2,4
As	0,14	0,05	0,13	0,02	3,9

Обсуждение и заключение

В условиях разработки СО удельной активности техногенных радионуклидов и массовой доли элементов на основе почвенной матрицы апробирована и успешно реализована методика подготовки исходного материала СО, в качестве которого использовали почвенную матрицу двух различных испытательных площадок СИП. На рис. 2 представлены фотографии основных этапов производства СО.

В ходе работы подобраны оптимальные аналитические условия для проведения исследования однородности материала СО. Проведены расчеты по установлению

Таблица 8. Относительная расширенная стандартная неопределенность аттестованного значения СО удельной активности радионуклидов ^{137}Cs, ^{90}Sr, ^{152}Eu, ^{60}Co и массовой доли элементов Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As

Table 8. The relative extended standard uncertainty of the RM certified value for the activity concentration of ^{137}Cs, ^{90}Sr, ^{152}Eu, ^{60}Co, the mass fraction of Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As

Компонент СО	^{137}Cs	^{90}Sr	Zn	Cu	Pb	Cd	Co	Fe	Mn	As
u_p, %	10	7	12	8	14	13	8	7	8	9
Компонент СО	**^{152}Eu**	**^{60}Co**	**Zn**	**Cu**	**Pb**	**Cd**	**Co**	**Fe**	**Mn**	**As**
u_p, %	10	9	8	9	14	14	13	4	9	9

Рис. 2. Основные этапы производства СО удельной активности техногенных радионуклидов и массовой доли элементов на основе почвенной матрицы СИП, разработанного филиалом «Институт радиационной безопасности и экологии» Национального ядерного центра Республики Казахстан, где: 1 – отбор исходного матерала с территории СИП; 2 – лабораторная пробоподготвка СО; 3 – лабораторные анализы СО; 4 – внешний вид СО

Fig. 2. The main production stages of a reference material for the activity concentration of technogenic radionuclides and the mass fraction of elements based on the soil matrix of the Semipalatinsk Test Site, developed by the branch of the Institute of Radiation Safety and Ecology of the National Nuclear Center of the Republic of Kazakhstan. Where: 1 is the selection of the source material from the territory of the STS; 2 is the RM laboratory sample preparation; 3 is RM laboratory analysis; 4 is the RM appearance

аттестованного значения СО путем проведения межлабораторного сравнительного эксперимента, а также суммарной стандартной неопределенности и расширенной стандартной неопределенности аттестованного значения СО. Проведены исследования стабильности СО в условиях промежуточной прецизионности в течение 14 месяцев. Поскольку срок исследования стабильности материала СО должен составлять более половины срока годности СО, срок годности аттестуемых СО был определен равным двум годам.

Разработанные СО прошли метрологическую экспертизу на базе Казахстанского института стандартизации и метрологии и внесены в Реестр государственной системы единства измерений и утверждены в качестве государственных стандартных образцов:

– СО удельной активности радионуклидов ^{137}Cs, ^{90}Sr, массовой доли элементов Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As в почвенном покрове СИП, KZ.04.01.00007–2020;

– СО удельной активности радионуклидов европия ^{152}Eu, кобальта ^{60}Co, массовой доли элементов Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As в почвенном покрове СИП, KZ.04.01.00008–2020.

Областью применения СО является обеспечение внутрилабораторного контроля качества испытаний аналитических лабораторий, специализирующихся на проведении радиоэкологических комплексных исследований, а также разработка и валидация аналитических методик выполнения измерений.

Благодарности: авторы выражают благодарность В. В. Каширскому и С. Н. Лукашенко за ценные

советы при планировании исследования и чуткое наставничество, а также ведущему специалисту ВКФ РГП «КазСтандарт» О. В. Савинковой за полезные замечания в процессе аттестации стандартных образцов; работа выполнена при поддержке АО «Фонд Науки» (Республика Казахстан), грант от 03.11.2017 № 469 «Создание участка разработки и аттестации стандартных образцов».

Acknowledgments: the authors express their gratitude to V. V. Kashirsky and S. N. Lukashenko for valuable advice in planning the study and mentoring, as well as to O. V. Savinkova, the leading specialist of the KazStandard, for useful comments on the certification of reference materials; the study was conducted with support from JSC «Foundation of Science» (the Republic of Kazakhstan), grant dated 03.11.2017 No 469 «Creation of a site for the development and certification of reference materials».

Вклад соавторов: Келлер О. Н.– составление технического задания; организация экспериментальных работ по аттестации СО в межлабораторном эксперименте; выполнение вычислений; оформление документов по испытаниям СО в целях утверждения типа. Суюндуков Ж. Ж.– сбор литературных данных, отбор исходного материала, подготовка почвы, усреднение исходного материала, фасовка, упаковка. Айдарханов А. О.– разработка концепции исследования, критический анализ и доработка текста. Ташекова А. Ж.– получение и обработка экспериментальных данных, критический анализ текста, компьютерная работа с текстом, написание текста. Захарова Н. В.– организация экспериментальных работ по аттестации СО в межлабораторном эксперименте, координация работ в области обеспечения качества. Мухамедияров Н. Ж.– определение замысла и методологии статьи, критический анализ материалов статьи, координация работ по проведению масс-спектрометрических исследований СО. Темиржанова А. Е.– координация работ по проведению гамма-, бета-спектрометрических исследований, анализ данных, доработка текста статьи. Есильканов Г. М.– аналитические исследования, обработка экспериментальных данных. Шакенов Е. З.– аналитические исследования СО радиохимическим анализом, обработка экспериментальных данных. Колбин В. В.– обработка экспериментальных данных, доработка текста статьи.

Author Contribution: Keller O. N.– preparation of technical specifications; organization of experimental work on RM certification in an interlaboratory test; performing calculations; preparation of documents for testing of RMs for type approval. Suyundukov Zh. Zh.– collection of literary data, selection of starting material, soil preparation, homogenization of starting material, pre-packing, packing. Aidarkhanov A. O.– development of the research concept, critical analysis and revision of the text. Tashekova A. Zh.– obtaining and processing of testing data, critical analysis of the text, writing the text. Zakharova N. V.– organization of experimental work on RM certification in an interlaboratory test, coordination of work in the field of quality assurance. Mukhamediyarov N. Zh.– development of the concept and methodology of the article, critical analysis of the article, coordination of work on conducting mass spectrometric studies of RMs. Temirzhanova A. E.– coordination of work on carrying out gamma-, beta-spectrometric studies, data analysis, revision of the text. Yesilkanov G. M.– analytical studies, processing of experimental data. Shakenov Ye. Z.– analytical studies of RMs by radiochemical analysis, processing of experimental data. Kolbin V. V.– processing of experimental data, revision of the text.

Конфликт интересов: Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Conflict of interest: The authors declare no conflicts of interests.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. К вопросу о необходимости создания стандартных образцов радионуклидного состава для радиоэкологических исследований в Республике Казахстан / О. Н. Келлер [и др.] // Метрология – научно-технический журнал. 2019. № 1 (68). С. 83–85.
2. Transfer of radionuclides to plants of natural ecosystems at the Semipalatinsk Test Site / N. V. Larionova [et al.] // Journal of Environmental Radioactivity. 2018. № 186. P. 163–170. https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2017.09.006
3. Distribution of artificial radionuclides in particle-size fractions of soil on fallout plumes of nuclear explosions / A. M. Kabdyrakova [et al.] // Journal of Environmental Radioactivity. 2018. № 186. P. 45–53. https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2017.09.022
4. Семипалатинский испытательный полигон. Современное состояние / под ред. Лукашенко С. Н. Павлодар: Дом печати, 2008. 24 с.
5. Исследование площадного радиоактивного загрязнения испытательной площадки «Опытное поле» (2012–2014 гг.) / М. А. Умаров [и др.] // Вестник НЯЦ РК. 2016. Вып. 1. С. 142–148.
6. Development of Measures for Limiting Negative Impacts of the «Atomic» Lake on Population and Environment / S. B. Subbotin [et al.] // Journal of Environmental Radioactivity. 2020. Vol. 223–224. 106389. https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2020.106389

7. 90Sr/137Cs ratios in soil of epicentral zones of «Experimental Field» testing site of Semipalatinsk Test Site / Yu. V. Baklanova [et al.] // Journal of Environmental Radioactivity. 2020. Vol. 213. 106103. https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2019.106103

REFERENCES

1. Keller O. N., Kashirsky V. V., Zakharova N. V., Savinkova O. V. Revisited the Necessity of Making Reference Materials Containing Radionuclides for Radioecological Research in the Republic of Kazakhstan. *Metrology – Scientific-Technical Journal*. 2019;1(68):83–85. (In Russ.).
2. Larionova N. V., Lukashenko S. N., Kabdyrakova A. M., Kunduzbayeva A. Y., Panitskiy A. V., Ivanova A. R. Transfer of radionuclides to plants of natural ecosystems at the Semipalatinsk Test Site. *Journal of Environmental Radioactivity*. 2018;186:163–170. https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2017.09.006
3. Kabdyrakova A. M., Lukashenko S. N., Mendubaev A. T., Kunduzbayeva A. E., Panitskiy A. V., Larionova N. V. Distribution of Artificial Radionuclides in Particle-Size Fractions of Soil on Fallout Plumes of Nuclear Explosions. *Journal of Environmental Radioactivity*. 2018;186:45–53. https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2017.09.022
4. Lukashenko S. N. ed. Semipalatinsk Test Site. Current situation. Pavlodar: Dom pechati; 2008. 24 p. (In Russ.).
5. Umarov M. A., Lukashenko S. N., Moshkov A. S., Batyrbekov E. G., Berezin S. A., Dmitropavlenko V. N., Osintsev A. Yu., Novikov A. A. Study of Areal Radioactive Contamination at «Experimental Field» Testing Site (2012–2014). *NNC RK Bulletin*. 2016;(1):142–148. (In Russ.).
6. Subbotin S. B., Aidarkhanov A. O., Romanenko V. V., Krivitskiy P. Ye., Umarov M. A., Monaenko V. N. et al. Development of Measures for Limiting Negative Impacts of the «Atomic» Lake on Population and Environment. *Journal of Environmental Radioactivity*. 2020;223–224:106389. https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2020.106389
7. Baklanova Yu. V., Umarov M. A., Dyuisembaeva M. T., Lukashenko S. N. 90Sr/137Cs ratios in soil of epicentral zones of «Experimental Field» testing site of Semipalatinsk Test Site. *Journal of Environmental Radioactivity*. 2020;213:106103. https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2019.106103

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

ГОСТ 8.531-2002. Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности = State system for ensuring the uniformity of measurements. Reference materials of composition of solid and disperse materials. Ways of homogeneity assessment : межгосударственный стандарт : издание официальное : утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 13 августа 2002 г. № 299-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 8.532-2002 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 марта 2003 г. : переиздание : дата введения 2003.03.01. / разработан Уральским научно-исследовательским институтом метрологии (УНИИМ). Москва : Стандартинформ, 2008. 10 с. Текст : непосредственный.

ГОСТ 8.532-2002. Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержание и порядок проведения работ = State system for ensuring the uniformity of measurements. Certified reference materials of composition of substances and materials. Interlaboratory metrological certification. Content and order of work : межгосударственный стандарт : издание официальное : утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 13 августа 2002 г. № 299-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 8.532-2002 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 марта 2003 г. : переиздание: дата введения 2003.03.01. / разработан Уральским научно-исследовательским институтом метрологии (УНИИМ). Москва : Стандартинформ, 2008. 10 с. Текст : непосредственный.

МВИ Активность радионуклидов в счетных образцах. Методика измерений на гамма-спектрометрах с использованием программного обеспечения «SpectraLine» : методика измерений / разработана Лабораторией спектрометрии и радиометрии (ЛСРМ), Научно-производственный центр Аспект им. Ю. К. Недачина (НПЦ Аспект). Менделеево : 2014. 26 с. Текст : непосредственный.

МВИ Методика измерения активности радионуклидов с использованием сцинтилляционного бета-спектрометра с программным обеспечением «Прогресс» : методика измерений / разработана Центром метрологии ионизирующих излучений, Всероссийским научно-исследовательским институтом физико-технических и радиотехнических измерений (ФГУП ВНИИФТРИ). Менделеево : 2004. 21 с. Текст : непосредственный.

МВИ № 499-АЭС/МС МКХА Методика количественного химического анализа. Определение элементного состава горных пород, почв, грунтов и донных отложений атомно-эмиссионным с индуктивно связанной плазмой и масс-спектральным с индуктивно связанной плазмой методами : методика измерений / разработана Институтом проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН (ИПТМ РАН), Всероссийским научно-исследовательским институтом минерального сырья им. Н. М. Федоровского (ВИМС). Москва : 2015. 69 с. Текст : непосредственный.

СТ РК 2.188-2010 ГСИ РК (Р 50.2.031-2003 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Методика оценивания характеристики стабильности) Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Методика оценивания

характеристики стабильности = Reference materials of the composition and properties of substances and materials. Method for assessing the characteristics of stability : приказом Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 09 августа 2010 года № 353-од : введено впервые : дата введения 2010.08.09. / разработан Уральским научно-исследовательским институтом метрологии (УНИИМ). Москва : Издательство стандартов, 2004. 12 с. Текст : непосредственный.

РМГ 93–2015. Государственная система обеспечения единства измерений. Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов = State system for ensuring the uniformity of measurements. Estimation of metrological characteristics of reference materials: межгосударственный стандарт по стандартизации, метрологии и сертификации: утвержден и введен в действие 4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 20 июля 2016 г. № 864-ст межгосударственные рекомендации РМГ 93–2015 введены в действие в качестве национальных рекомендаций Российской Федерации с 1 января 2017 г. : переиздание : дата введения 2017.01.01. / разработан Уральским научно-исследовательским институтом метрологии (УНИИМ). Москва : Стандартинформ, 2016. 27 с. Текст : непосредственный.

KZ.04.01.00007–2020. Стандартный образец удельной активности радионуклидов ^{137}Cs, ^{90}Sr, массовой доли элементов Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As в почвенном покрове СИП // Информационная система технического регулирования : официальный сайт. 2021. URL: https://techreg.qoldau.kz/ru/metrology/gsi/registy4-list

KZ.04.01.00008–2020. Стандартный образец удельной активности радионуклидов европия ^{152}Eu, кобальта ^{60}Co, массовой доли элементов Zn, Cu, Pb, Cd, Co, Fe, Mn, As в почвенном покрове СИП // Информационная система технического регулирования : официальный сайт. 2021. URL: https://techreg.qoldau.kz/ru/metrology/gsi/registy4-list

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Оксана Николаевна Келлер – руководитель группы разработки и аттестации стандартных образцов, филиал Института радиационной безопасности и экологии (ИРБЭ).
Республика Казахстан, 071100, г. Курчатов, ул. Бейбіт атом, 2Б
e-mail: keller_091985@mail.ru
https://orcid.org/0000-0001-9352-3086

Жастлек Жасланович Суюндуков – лаборант группы разработки и аттестации стандартных образцов, филиал Института радиационной безопасности и экологии (ИРБЭ).
Республика Казахстан, 071100, г. Курчатов, ул. Бейбіт атом, 2Б
e-mail: Suyundukov@nnc.kz
https://orcid.org/0000-0002-6983-5941

Асан Оралханович Айдарханов – кандидат биологических наук, директор филиала Института радиационной безопасности и экологии (ИРБЭ).
Республика Казахстан, 071100, г. Курчатов, ул. Бейбіт атом, 2Б
e-mail: Asan@nnc.kz
https://orcid.org/0000-0003-3047-5869

Ажар Жумановна Ташекова – кандидат биологических наук, инженер отдела аналитических исследований, филиал Института радиационной безопасности и экологии (ИРБЭ).
Республика Казахстан, 071100, г. Курчатов, ул. Бейбіт атом, 2Б
e-mail: Esenzholova@nnc.kz
https://orcid.org/0000-0002-2367-6498

Нурлан Жумагазыевич Мухамедияров – ведущий инженер отдела аналитических исследований, филиал Института радиационной безопасности и экологии (ИРБЭ).
Республика Казахстан, 071100, г. Курчатов, ул. Бейбіт атом, 2Б
e-mail: mukhamediyarov@nnc.kz
https://orcid.org/0000-0001-5073-5978

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Oksana N. Keller – Lead of the Team for Development and Certification of Reference Materials, Branch Institute of Radiation Safety and Ecology (IRSE).
2B Beibit Atom str., Kurchatov, 071100, Republic of Kazakhstan
e-mail: keller_091985@mail.ru
https://orcid.org/0000-0001-9352-3086

Zhastlek Zh. Suyundukov – Lab Assistant in the Team for Development and Certification of Reference Materials, Branch Institute of Radiation Safety and Ecology (IRSE).
2B Beibit Atom str., Kurchatov, 071100, Republic of Kazakhstan
e-mail: Suyundukov@nnc.kz
https://orcid.org/0000-0002-6983-5941

Asan O. Aidarkhanov – Cand. Sci. (Biol.), Director, Branch Institute of Radiation Safety and Ecology (IRSE).
2B Beibit Atom str., Kurchatov, 071100, Republic of Kazakhstan
e-mail: Asan@nnc.kz
https://orcid.org/0000-0003-3047-5869

Azhar Zh. Tashekova – Cand. Sci. (Biol.), Engineer of the Department for Analytical Research, Branch Institute of Radiation Safety and Ecology (IRSE).
2B Beibit Atom str., Kurchatov, 071100, Republic of Kazakhstan
e-mail: Esenzholova@nnc.kz
https://orcid.org/0000-0002-2367-6498

Nurlan Zh. Mukhamediyarov – Engineer of the Department for Analytical Research, Branch Institute of Radiation Safety and Ecology (IRSE).
2B Beibit Atom str., Kurchatov, 071100, Republic of Kazakhstan
e-mail: mukhamediyarov@nnc.kz
https://orcid.org/0000-0001-5073-5978

Наталья Владиславна Захарова – и. о. начальника отдела аналитических исследований, филиал Института радиационной безопасности и экологии (ИРБЭ).
Республика Казахстан, 071100, г. Курчатов, ул. Бейбіт атом, 2Б
e-mail: zaharova@nnc.kz
https://orcid.org/0000-0002-7764-5857

Natalia V. Zakharova – Acting Head of the Department for Analytical Research, Branch Institute of Radiation Safety and Ecology (IRSE).
2B Beibit Atom str., Kurchatov, 071100, Republic of Kazakhstan
e-mail: zaharova@nnc.kz
https://orcid.org/0000-0002-7764-5857

Арай Ермековна Темиржанова – инженер отдела аналитических исследований, филиал Института радиационной безопасности и экологии (ИРБЭ).
Республика Казахстан, 071100, г. Курчатов, ул. Бейбіт атом, 2Б
e-mail: temirzhanova@nnc.kz
https://orcid.org/0000-0003-2820-2731

Arai Ye. Temirzhanova – Engineer of the Department for Analytical Research, Branch Institute of Radiation Safety and Ecology (IRSE).
2B Beibit Atom str., Kurchatov, 071100, Republic of Kazakhstan
e-mail: temirzhanova@nnc.kz
https://orcid.org/0000-0003-2820-2731

Гани Мухтарович Есильканов – инженер отдела аналитических исследований, филиал Института радиационной безопасности и экологии (ИРБЭ).
Республика Казахстан, 071100, г. Курчатов, ул. Бейбіт атом, 2Б
e-mail: yessilkanov@nnc.kz
https://orcid.org/0000-0001-6834-2312

Ghani M. Yesilkanov – Engineer of the Department for Analytical Research, Branch Institute of Radiation Safety and Ecology (IRSE).
2B Beibit Atom str., Kurchatov, 071100, Republic of Kazakhstan
e-mail: yessilkanov@nnc.kz
https://orcid.org/0000-0001-6834-2312

Ербол Зейнелгазинович Шакенов – инженер отдела аналитических исследований, филиал Института радиационной безопасности и экологии (ИРБЭ).
Республика Казахстан, 071100, г. Курчатов, ул. Бейбіт атом, 2Б
e-mail: shakenov@nnc.kz
https://orcid.org/0000-0002-5707-8955

Yerbol Z. Shakanov – Engineer of the Department for Analytical Research, Branch Institute of Radiation Safety and Ecology (IRSE).
2B Beibit Atom str., Kurchatov, 071100, Republic of Kazakhstan
e-mail: shakenov@nnc.kz
https://orcid.org/0000-0002-5707-8955

Владимир Валерьевич Колбин – инженер отдела аналитических исследований, филиал Института радиационной безопасности и экологии (ИРБЭ).
Республика Казахстан, 071100, г. Курчатов, ул. Бейбіт атом, 2Б
e-mail: kolbin@nnc.kz
https://orcid.org/0000-0003-0447-1187

Vladimir V. Kolbin – Engineer of the Department for Analytical Research, Branch Institute of Radiation Safety and Ecology (IRSE).
2B Beibit Atom str., Kurchatov, 071100, Republic of Kazakhstan
e-mail: kolbin@nnc.kz
https://orcid.org/0000-0003-0447-1187

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Научная статья
УДК 631.4:504.53:539.16
https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-1-23-37

Разработка стандартного образца, предназначенного для контроля точности результатов измерений содержания нефтепродуктов в воде, и применение его для проверки квалификации лабораторий посредством межлабораторных сличительных испытаний

Л. И. Горяева, Е. П. Щукина ✉

УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
Екатеринбург, Россия
✉ ShchukinaEP@uniim.ru

Аннотация. В статье рассмотрено понятие «содержание нефтепродуктов» как измеряемый показатель, приведены сведения о методиках измерений содержания нефтепродуктов методом ИК-спектрометрии в природной, питьевой и очищенной сточной воде. Установлено, что в системе метрологического обеспечения измерений были зарегистрированы стандартные образцы (СО) нефтепродуктов с аттестованными характеристиками массы или массовой концентрации нефтепродуктов в матрице. При установлении аттестованных значений данных СО не учитывается присутствие в исходном веществе полярных нефтепродуктов, это может привести к существенному отличию аттестуемой характеристики СО от определяемого показателя методик измерений, основанных на методе ИК-спектрометрии. В отличие от СО, аттестуемой характеристикой которых является валовое содержание нефтепродуктов, существовала потребность в разработке СО, аттестованного на массовую концентрацию только неполярных и малополярных нефтепродуктов, определяемых методом ИК-спектрометрии.

Представлены сведения об этапах разработки СО: отбор и подготовка материала, исследование стабильности материала. Продемонстрированы результаты аттестации СО по аттестуемым показателям в диапазоне значений 0,05–2,00 мг/дм^3, корректность установления которых подтверждена в аккредитованных лабораториях посредством межлабораторных сличительных испытаний.

В результате исследования утвержден тип СО массовой концентрации неполярных нефтепродуктов в полярном органическом растворителе ГСО 11733–2021. Установлены метрологические характеристики СО: интервал допускаемых аттестованных значений 0,1–3,0 мг/см^3, допускаемая относительная расширенная неопределенность аттестованного значения 5 % (при k=2). Аттестованное значение СО обеспечено прослеживаемостью к единицам СИ. Подтверждено, что разработанный ГСО 11733–2021 предназначен для контроля точности результатов измерений массовой концентрации неполярных нефтепродуктов в питьевых, природных поверхностных и очищенных сточных водах методом инфракрасной спектрометрии. Указанный СО может быть использован для аттестации методик измерений массовой концентрации неполярных нефтепродуктов в воде методом инфракрасной спектрометрии. Область применения стандартного образца – охрана окружающей среды, контроль качества питьевой воды, природных поверхностных и очищенных сточных вод.

Ключевые слова: нефтепродукты, методы измерений содержания нефтепродуктов в воде, ИК-спектрометрия, межлабораторные сличительные испытания, стандартный образец

Используемые сокращения: СО – стандартный образец; ПДК – предельно допустимая концентрация; МСИ – межлабораторные сличительные испытания.

Ссылка при цитировании: Горяева Л. И., Щукина Е. П. Разработка стандартного образца, предназначенного для контроля точности результатов измерений содержания нефтепродуктов в воде, и применение его для проверки квалификации лабораторий посредством межлабораторных сличительных испытаний // Эталоны. Стандартные образцы. 2022. Т. 18, № 1. С. 23–37. https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-1-23-37

Статья поступила в редакцию 29.11.2021; одобрена после рецензирования 16.02.2022; принята к публикации 22.02.2022.

REFERENCE MATERIALS

Research Article

Development of a certified reference material intended to control measurement results accuracy of petroleum products in water and its application for proficiency testing of laboratories through interlaboratory comparative tests

Lyudmila I. Goryaeva, Eugenia P. Shchukina ✉

UNIIM – Affiliated Branch of the D.I. Mendeleyev Institute for Metrology,
Ekaterinburg, Russia
✉ ShchukinaEP@uniim.ru

Abstract. The article considers the notion of oil content as a measurable indicator and provides information on the procedures for measuring the content of petroleum products by IR spectrometry in natural water, drinking water, and treated wastewater. Certified reference materials (CRMs) for petroleum products with certified characteristics of the mass or mass concentration of petroleum products in the matrix were registered in the system of metrological support of measurements. The content of polar petroleum products in the raw material was not taken into account when establishing the certified values of these CRMs; this leads to a significant difference between a certified characteristic of CRMs and the determined indicator of measurement procedures based on the IR spectrometry method. In contrast to CRMs with a certified characteristic in the form of the total content of petroleum products, there was a need to develop CRM for determining the mass concentration of only non-polar and low-polar petroleum products by the IR spectrometry method.

Information about the stages of CRM development is presented: selection and preparation of material, investigation of material stability. The results of CRM certification for certified indicators in the range of 0.05–2.00 mg/dm^3 are presented. The correctness of these results was confirmed in accredited laboratories by interlaboratory comparative tests.

The CRM of mass concentration of non-polar petroleum products in a polar organic solvent GSO 11733–2021 was approved. The metrological characteristics of the CRM were established: the range of permissible certified values is 0.1–3.0 mg/cm^3, the permissible relative expanded uncertainty of the certified value for k=2 5 %. The traceability to SI units of the certified CRM value is insured.

It has been confirmed that the developed GSO 11733–2021 is intended to control the accuracy of the measurement results of the mass concentration of non-polar petroleum products in drinking water, natural surface water, and treated wastewater using IR spectrometry and can be used for attestation of procedures for measuring the mass concentration of non-polar petroleum products in water by IR spectrometry. The scope of the CRM is environmental protection, quality control of drinking water, natural surface water, and treated wastewater.

Keywords: petroleum products, procedures for measuring the content of petroleum products in water, IR spectrometry, interlaboratory comparative tests, reference material

Abbreviations used in the article: CRM – certified reference material; MPC – maximum permissible concentration; ILC – interlaboratory comparative tests.

For citation: Goryaeva L. I., Shchukina E. P. Development of a Certified Reference Material Intended to Control Measurement Results Accuracy of Petroleum Products in Water and its Application for Proficiency Testing of Laboratories Through Interlaboratory Comparative Tests. Measurement Standards. Reference Materials. 2022;18(1): 23–37. https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-1-23-37 (In Russ.).

The article was submitted 29.11.2021; approved after reviewing 16.02.2022; accepted for publication 22.02.2022.

Введение

Одними из наиболее распространенных загрязнителей природных вод являются нефть и нефтепродукты. Присутствие нефтепродуктов крайне негативно влияет на флору и фауну водоемов, а при попадании в питьевую воду высокие концентрации нефтепродуктов могут оказывать наркотическое действие и вызывать острые отравления. Присутствие нефти и нефтепродуктов в сточных водах, поступающих на биологические очистные сооружения, может вмешиваться в аэробные и анаэробные биологические процессы и приводить к снижению эффективности очистки сточных вод. Согласно СанПиН 1.2.3685–21, ПДК нефтепродуктов в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования составляет 0,3 мг/дм^3, а для водоемов рыбохозяйственного значения – 0,05 мг/дм^3.

Нефть и нефтепродукты представляют собой сложную смесь предельных, непредельных и ациклических углеводородов и их производных, обладающих существенно различающимися между собой свойствами. Лишь незначительные количества углеводородов образуются в воде или поступают в природные воды в процессе жизнедеятельности и разложения растительных и животных организмов. Основными источниками поступления нефтепродуктов в природные воды являются аварийные разливы нефти при нефтедобыче, транспортировке и хранении нефти и нефтепродуктов, недостаточная очистка сточных вод нефтеперерабатывающих предприятий и предприятий, применяющих продукты переработки нефти. Попадая в природные воды, легкие нефтепродукты частично растворяются в воде, частично образуют с водой эмульсии, а тяжелые нефтепродукты, к которым, в частности, относятся минеральные масла и смазки, попадают на дно водоемов и накапливаются в донных отложениях. Распределение нефти и нефтепродуктов по миграционным формам одновременно сопровождается изменением их химического состава [1–2].

В связи с тем что присутствующие в природных водах нефтепродукты являются сложной, неопределенной и постоянно меняющейся смесью веществ, Комиссией по унификации методов анализа природных и сточных вод стран-членов СЭВ (1968), а также Международным симпозиумом в Гааге (1968) под «нефтепродуктами», присутствующими в водных объектах, было решено понимать сумму неполярных и малополярных соединений, растворимых в гексане и не сорбирующихся на оксиде алюминия, т. е. углеводородную фракцию. В международной практике содержание нефтепродуктов в воде определяется термином «углеводородный нефтяной индекс» (hydrocarbon oil index). В России в области экоаналитических измерений загрязненности природных, питьевых и сточных вод под показателем «содержание нефтепродуктов» также подразумевается содержание полярных и малополярных нефтепродуктов, извлекаемых из проб воды гексаном и другими неполярными растворителями. Эмпирический характер данного показателя связан также с тем, что за исключением методик измерений, основанных на гравиметрическом методе, при определении содержания нефтепродуктов косвенными методами (ИК-спектрометрией, флуориметрией и газовой хроматографией) необходимо установление градуировочной зависимости [3]. При этом состав градуировочных образцов является договорным и в значительной степени отличается от реального состава присутствующих в воде нефтепродуктов. Наиболее часто при определении содержания нефтепродуктов в пробах воды в качестве градуировочных

образцов используют растворы, приготовленные на основе смеси Симарда [4–5], состоящей из 37,5 % гексадекана, 37,5 % изооктана (2,2,4-триметилпентана) и 25 % бензола по массе. Проведенный анализ данных Государственного реестра утвержденных типов стандартных образцов, представленных в Федеральном информационном фонде, показал, что в России выпускаются несколько типов стандартных образцов СО такого состава: ГСО 7248–96, ГСО 7424–97, ГСО 7554–99, ГСО 8824–2006, ГСО 8828–2006 и др.

Показатель «содержание нефтепродуктов», как правило, входит в область аккредитации лабораторий, выполняющих анализ проб природных, питьевых и сточных вод. При этом большинство аккредитованных лабораторий при измерениях содержания нефтепродуктов используют метод ИК-спектрометрии [6–9]. Соответствующие методики измерений включают этапы выделения эмульгированных и растворенных нефтяных компонентов из воды экстракцией четыреххлористым углеродом, хроматографического отделения неполярных и малополярных нефтепродуктов от сопутствующих органических соединений других классов на колонке, заполненной оксидом алюминия, измерения интенсивности поглощения С-Н связей метильных и метиленовых групп в инфракрасной области спектра и определения содержания нефтепродуктов по градуировочной зависимости на основе растворов тройной смеси гексадекана, изооктана и бензола. Метрологические характеристики некоторых наиболее распространенных методик измерений содержания нефтепродуктов в питьевой воде, природных и очищенных сточных водах приведены в табл. 1.

Подтверждение способности лаборатории выполнять соответствующие измерения с требуемой точностью является одним из основных требований при аккредитации лаборатории в Национальной системе аккредитации.

В соответствии с Федеральным законом от 28.12.2013 г. № 412, критериями аккредитации, установленными Приказом Минэкономразвития № 707 от 26.10.2020 г., и требованиями ГОСТ ISO/IEC17025–2019 система менеджмента любой испытательной лаборатории должна предусматривать такие обязательные элементы, как внутрилабораторный контроль точности измерений и участие лаборатории в программах проверки квалификации или в других видах МСИ.

Наиболее удобным средством как внутрилабораторного, так и внешнего контроля точности измерений являются СО. В Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений зарегистрировано несколько типов СО, основным назначением которых является контроль точности измерений содержания нефтепродуктов в воде: ГСО 7117–94, ГСО 8646–2005 ÷ ГСО 8654–2005, ГСО 8826–2006, ГСО 8827–2006 и др.

Исходными веществами для перечисленных СО являются минеральные масла (турбинное, моторное, индустриальное). Аттестуемыми характеристиками СО выступают масса или массовая концентрация нефтепродуктов в матрице. Поскольку при установлении аттестованных значений данных СО не учитывается присутствие в исходном веществе полярных нефтепродуктов, это приводит к существенному отличию аттестуемой характеристики СО от определяемого показателя методик измерений, основанных на методе ИК-спектрометрии.

Цель настоящей работы состояла в разработке и аттестации стандартного образца, предназначенного для контроля точности результатов измерений при ИК-спектрометрическом определении нефтепродуктов, аттестованного на содержание неполярных нефтепродуктов в интервале допускаемых аттестованных значений СО (0,1–3,0) мг/см^3, допускаемой относительной расширенной неопределенностью аттестованного значения СО 5 % (при k=2) и установленой метрологической прослеживаемостью результатов измерений к единицам СИ. В отличие от вышеперечисленных СО, аттестуемой характеристикой которых является валовое содержание нефтепродуктов, разрабатываемый СО должен аттестоваться на массовую концентрацию только неполярных и малополярных нефтепродуктов, определяемых методом ИК-спектрометрии.

Материалы и методы

В качестве материала кандидата СО был выбран раствор масла турбинного по ГОСТ 32–74 в полярном органическом растворителе. Турбинное масло представляло собой смесь преимущественно неполярных и малополярных органических углеводородов и является одним из самых распространённых продуктов переработки нефти. Материал кандидата СО расфасовывали не менее чем по 2,5 см^3 в запаянные стеклянные ампулы с этикетками, помещенными в пластмассовые футляры.

Для выбора нормированных значений метрологических характеристик кандидата СО учитывали ПДК нефтепродуктов в воде водоемов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования, метрологические характеристики наиболее распространенных методик измерений

Таблица 1. Метрологические характеристики некоторых методик измерений массовой концентрации нефтепродуктов в природной воде методом ИК-спектрометрии

Table 1. Metrological characteristics of some procedures for measuring the mass concentration of petroleum products in natural water by IR spectrometry

Обозначение документа на методику измерений	Диапазон измерений, мг/дм^3	Интервал, мг/дм^3	Границы относительной погрешности при P=0,95, %
ГОСТ Р 51797–2001	0,05–50	0,05–0,5	50
		0,5–50	25
МУК 4.1.1013–01	0,02–2,00	0,02–0,05	50
		0,05–0,1	40
		0,1–2,0	25
ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000	0,020–2,0	0,020–0,025	48
		0,025–0,1	40
		0,1–2,0	24
ПНД Ф 14.1:2:4.5–95	0,05–50	0,05–0,1	42
		0,1–1,0	34
		1–25	26
		25–50	14
ПНД Ф 14.1.272-2012	0,05–1000	0,05–0,1	40
		0,1–0,5	35
		0,5–50	25
		50–100	12
		100–1000	10
ПНД Ф 14.1:2:4.273-2012	0,04–5	0,04–0,25	36
		0,25–0,50	28
		0,5–5	24
РД 52.24.476-2007	0,04–2	0,04–2	0,01+0,19X*

*Границы абсолютной погрешности результата измерений X при P=0,95, мг/дм^3

содержания нефтепродуктов (МУК 4.1.1013–01, ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000, ПНД Ф 14.1:2:4.5–95, ПНД Ф 14.1.272-2012, ПНД Ф 14.1:2:4.273-2012, РД 52.24.476–2007) и методику приготовления материала СО.

Выбранные нормируемые метрологические характеристики СО НПВ приведены в табл. 2.

Для применения СО при проведении контроля точности результатов измерений аликвоту объемом 1 см^3 материала СО разводили в 1 дм^3 дистиллированной

Таблица 2. Нормируемые метрологические характеристики СО НПВ
Table 2. Specified metrological characteristics of the CRM for petroleum products in water

Аттестуемая характеристика СО, единица величины	Интервал допускаемых аттестованных значений СО	Допускаемая относительная расширенная неопределенность аттестованного значения СО при k=2, %
Массовая концентрация неполярных нефтепродуктов, мг/см^3	0,1–3,0	5

воды. При этом числовое значение массовой концентрации нефтепродуктов в растворе материала СО в мг/дм^3 соответствовала аттестованному значению СО в мг/см^3. Таким образом, полученный раствор имитировал природную воду, содержащую нефтепродукты.

Прослеживаемость аттестованного значения СО обеспечивали прослеживаемостью к единице массы, воспроизводимой ГЭТ 3 путем использования поверенных весов и стандартного образца состава раствора нефтепродуктов (углеводородов) в четыреххлористом углероде (НП-Сиб) ГСО 7822–2000 с установленной прослеживаемостью, а также единице объема, воспроизводимой ГЭТ 216, путем использования при измерениях поверенной мерной посуды.

Результаты и обсуждения

Определение аттестованных значений СО

В процессе разработки СО было установлено, что в диапазоне допускаемых аттестованных значений СО, приведенных в табл. 2, материал СО представляет собой гомогенный раствор. Это позволяет принять равным нулю значение стандартной неопределенности от неоднородности материала СО.

Для подтверждения стабильности материала СО в течение предполагаемого срока годности (1 год) был проведен специальный эксперимент с использованием экземпляров опытной партии СО с массовой концентрацией нефтепродуктов 1,78 мг/см^3. Экземпляры СО, отобранные для проведения измерений, в течение эксперимента хранили в сухом, хорошо проветриваемом лабораторном помещении при температуре 15–25 °С. Источники загрязнения и интенсивный свет были исключены.

В течение 490 дней с интервалом в 2–3 месяца проводили измерения массовой концентрации нефтепродуктов в материале одного из экземпляров СО методом ИК-спектрометрии на концентратомере КН-3 производства ООО «СИБЭКОПРИБОР» в соответствии с аттестованной методикой измерений М.УНИИМ 251.2-2021.

Для каждого образца выполняли пять измерений в условиях повторяемости. Всего было получено 9 серий измерений на 9 экземплярах СО. Полученные результаты измерений приведены в табл. 3.

Таблица 3. Экспериментальные данные, полученные при исследованиях стабильности материала СО НПВ
Table 3. Experimental data obtained during the stability studies of the CRM for petroleum products in water

Номер экземпляра СО	Число дней от начала эксперимента	Результаты измерений, полученные в условиях повторяемости, мг/см^3					$\overline{Y}_i$
1	0	1,777	1,780	1,769	1,804	1,770	1,780
2	73	1,762	1,799	1,766	1,753	1,781	1,772
3	117	1,768	1,784	1,795	1,767	1,808	1,784
4	193	1,779	1,774	1,786	1,789	1,785	1,783
5	244	1,768	1,773	1,780	1,775	1,772	1,774
6	320	1,771	1,782	1,768	1,79	1,785	1,779
7	375	1,782	1,774	1,781	1,787	1,785	1,782
8	439	1,774	1,778	1,766	1,779	1,781	1,776
9	490	1,767	1,782	1,786	1,785	1,780	1,780

Обработку экспериментальных данных по исследованию стабильности с учетом рекомендаций ГОСТ ISO Guide 35–2015 выполняли методом линейного регрессионного анализа. В основе обработки лежало предположение о линейной зависимости значения массовой концентрации нефтепродуктов в материале СО от времени. Линейную зависимость представляли в виде:

$$Y = b_0 + b_1 (X - \bar{X}), \quad (1)$$

где Y – значение массовой концентрации нефтепродуктов в материале СО, мг/см³;

X – интервал времени от начала эксперимента по исследованию стабильности, дни;

$\bar{X}$– интервал времени от начала до середины продолжительности эксперимента, дни.

Стандартное отклонение повторяемости S, оцененное по результатам единичных измерений, оценки коэффициентов b_0 и b_1 и соответствующих стандартных отклонений $S(b_1)$ и $S(b_0)$ приведены в табл. 4.

Проверку стабильности материала СО выполняли путем оценивания значимости отклонения рассчитанного значения коэффициента b_1 от ноля по критерию Стьюдента.

Величину

$$t = \frac{|b_1|}{S(b_1)}, \quad (2)$$

сравнивали с квантилем распределения Стьюдента $t_{0.95}(f)$, соответствующим вероятности 0,95 и числу степеней свободы

$$f = nm - 2, \quad (3)$$

где m – число серий измерений (число использованных экземпляров СО), $m = 9$;

n – число единичных измерений в каждой серии, полученных в условиях повторяемости, $n = 5$.

Поскольку значение $t = 0{,}010$ не превышает величину $t_{0.95}(f = 43) = 1{,}675$, коэффициент b_1 был принят равным нулю. Это свидетельствует о стабильности материала СО в течение предполагаемого срока годности.

Относительную стандартную неопределенность от нестабильности в течение предполагаемого срока годности экземпляра СО ($X_T = 365$ дней) в процентах рассчитывали как относительное стандартное отклонение оценки величины Y по линии регрессии в точке по X_T формуле

$$u_{st} = \frac{100}{\bar{Y}_1}\sqrt{\frac{S^2}{mn} + S^2(b_1)\cdot(X_T - \bar{X})^2}, \quad (4)$$

где $\bar{Y}_1$ – результат измерений массовой концентрации нефтепродуктов в растворе экземпляра СО, полученный в начале эксперимента $(X_1 = 0)$, мг/см³.

Относительная стандартная неопределенность от нестабильности составила 0,131 %. Срок годности экземпляра СО при соблюдении условий хранения был установлен равным 1 году.

Определение аттестованного значения массовой концентрации неполярных нефтепродуктов в материале первой партии СО проводили по аттестованной методике измерений М.УНИИМ 251.2–2021, предназначенной для измерений массовой концентрации нефтепродуктов (неполярных углеводородов) в полярном органическом растворителе в диапазоне от 0,1 до 5,0 мг/см³. Метрологические характеристики методики измерений приведены в табл. 5.

Измерения проводили в условиях внутрилабораторной прецизионности. С интервалом в несколько дней измеряли массовую концентрацию нефтепродуктов в растворе одного из экземпляров СО. Подготовку СО к измерениям проводили в соответствии с инструкцией по применению СО. В соответствии с рекомендациями ГОСТ ISO Guide 35–2015 значение массовой концентрации неполярных нефтепродуктов в материале первой партии СО приняли равным среднему значению полученных результатов 5 измерений: $X_{CO} = 0{,}82$ мг/см³.

При расчете относительной расширенной неопределенности с коэффициентом охвата 2 аттестованного значения СО учитывали:

– неопределенность аттестованного значения СО от способа характеризации, u_{ch};

– неопределенность от возможной нестабильности материала СО, u_{st};

Таблица 4. Оценки параметров линейной зависимости массовой концентрации нефтепродуктов в материале СО НПВ от времени

Table 4. Parameter estimation of the linear dependence on time of the mass concentration of petroleum products in the CRM

$\bar{X}$	$\bar{\bar{Y}}$	b_0	b_1	$S(b_0)$	$S(b_1)$	S
250,1111	1,779	1,7788	0,00000011	0,010885	0,0000102	0,010885

Таблица 5. Метрологические характеристики методики измерений массовой концентрации нефтепродуктов в материале СО НПВ

Table 5. Metrological characteristics of the procedure for measuring the mass concentration of petroleum products in the CRM

Показатель, единица величины	Значение
Диапазон измерений массовой концентрации нефтепродуктов, мг/см³	0,1–5,0
Относительная стандартная неопределенность повторяемости, u_r, %	0,9
Относительная стандартная неопределенность внутрилабораторной прецизионности (при выполнении трех измерений в условиях повторяемости при каждом измерении), $u_{R_Л}$, %	2,25
Относительная стандартная неопределенность смещения u_θ, %	2,0

– неопределенность, связанную с приготовлением раствора материала СО в воде при применении СО, u_{use}.

Относительную расширенную неопределенность с коэффициентом охвата 2 аттестованного значения СО рассчитывали по формуле

$$U_{\text{CO}} = 2\sqrt{u_{ch}^2 + u_{st}^2 + u_{use}^2}. \quad (5)$$

Значение относительной расширенной неопределенности аттестованного значения массовой концентрации неполярных нефтепродуктов в материале первой партии СО составил 4,64 %, что соответствует требованиям технического задания на разработку СО НПВ.

Разработанный СО прошел метрологическую экспертизу на базе УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» и внесен в Государственный реестр утвержденных типов стандартных образцов Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений в качестве государственного стандартного образца массовой концентрации неполярных нефтепродуктов в полярном органическом растворителе ГСО 11733–2021.

Проведение межлабораторных сличительных испытаний с использованием СО

Для проверки квалификации лабораторий, выполняющих измерения массовой концентрации нефтепродуктов в пробах природной, питьевой и очищенной сточной воды методом ИК-спектрометрии, аккредитованным провайдером проведения межлабораторных сличительных испытаний (RA.RU.430158) УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», был проведен раунд МСИ с применением ГСО 11733-2021.

В раунде МСИ 251-МСВ НП-07/2021 с использованием материала первой партии СО НПВ с аттестованным значением массовой концентрации неполярных нефтепродуктов $X_{\text{CO}} =$ 0,82 мг/см³ приняли участие 8 аккредитованных лабораторий. В соответствии с инструкцией по применению образца для МСИ, в качестве которого был использован материал СО, каждый участник в процессе подготовки пробы к измерениям отбирал 1 см³ материала образца от предоставленного ему экземпляра и разводил в 1 дм³ дистиллированной воды. Всеми участниками МСИ были использованы аттестованные методики анализа воды, основанные на методе ИК-спектрометрии. Полученные в раунде МСИ экспериментальные данные представлены в табл. 6 и на рис. 1. Отклонение полученных участниками МСИ результатов измерений от установленного значения массовой концентрации нефтепродуктов в растворе материала СО не превышает границ погрешности этих результатов при P=0,95.

В аналогичном раунде МСИ 251-МСВ НП-08/2021 с использованием материала второй партии СО НПВ с аттестованным значением массовой концентрации неполярных нефтепродуктов $X_{\text{CO}} =$ 0,433 мг/см³ приняли участие 18 лабораторий, 13 из которых аккредитованы на измерение содержания нефтепродуктов в разных типах вод. 15 лабораторий проводили измерения методом ИК-спектрометрии, 3 – флуориметрическим методом. Полученные в раунде МСИ лабораториями-участниками результаты измерений массовой концентрации нефтепродуктов в растворе материала СО представлены в табл. 7 и на рис. 2.

Обработка результатов измерений, полученных в раунде МСИ 251-МСВ НП-08/2021, была выполнена в соответствии с ГОСТ ISO/IEC 17043–2013 по числу E_n. Для каждого результата измерений, полученного участником МСИ, число E_n рассчитывали по формуле

Таблица 6. Результаты измерений массовой концентрации нефтепродуктов в растворе материала СО, полученные участниками раунда МСИ 251-МСВ НП-07/2021

Table 6. The measurement results of the mass concentration of petroleum products in the solution of the CRM material obtained by the participants of the ILC round 251-МСВ НП-07/2021

Кодовый номер лаборатории	Результат измерения, мг/дм³	Границы погрешности результата измерений при P = 0,95, мг/дм³	Методика измерений
НПВ-7.1	0,72	0,17	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000
НПВ-7.2	1,01	0,24	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000
НПВ-7.3	0,80	0,19	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000
НПВ-7.4	0,77	0,16	РД 52.24.476-2007
НПВ-7.5	0,81	0,28	ПНД Ф 14.1:2:4.5–95
НПВ-7.6	0,90	0,21	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000
НПВ-7.7	0,66	0,16	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000
НПВ-7.8	0,87	0,17	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000

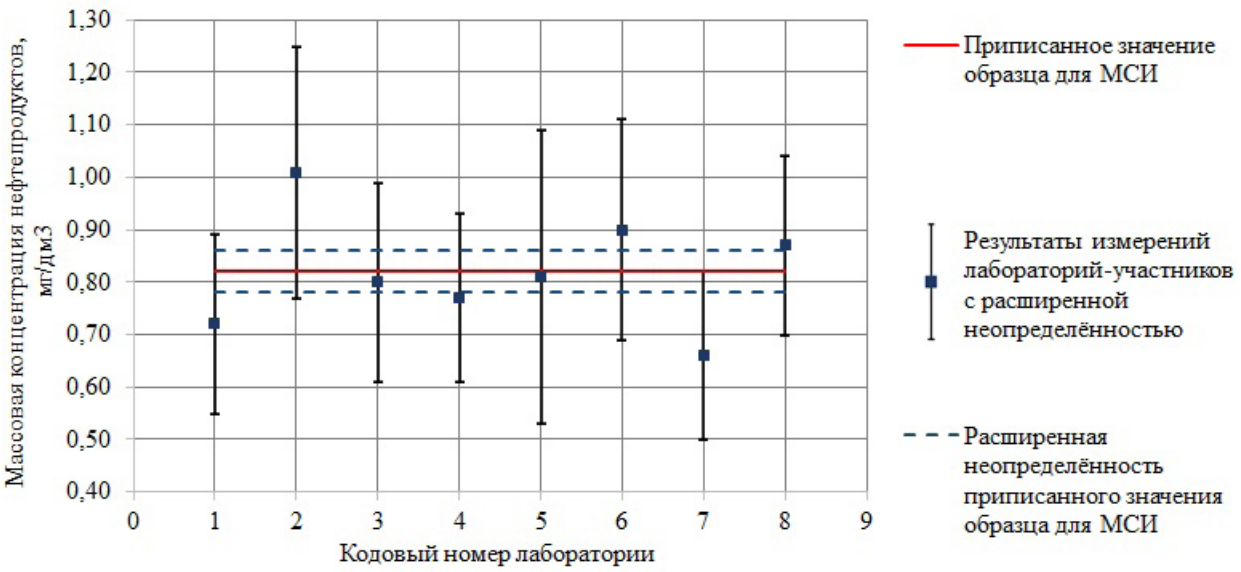


Рис. 1. Результаты измерения массовой концентрации нефтепродуктов в растворе материала СО, полученные в раунде МСИ 251МСВ НП-07/2021

Fig. 1. The measurement results of the mass concentration of petroleum products in a solution of CRM material obtained in the round of ILC 251 МСВ НП-07/2021

$$E_n = \frac{x - X}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}}, \qquad (6)$$

где x – результат измерений массовой концентрации нефтепродуктов, полученный лабораторией-участником, мг/дм³;

X – приписанное значение массовой концентрации нефтепродуктов в растворе стандартного образца, мг/дм³;

U_{lab} – расширенная неопределенность результата измерений при k=2 лаборатории-участника, мг/дм³;

U_{ref} – расширенная неопределенность приписанного значения раствора стандартного образца при k=2, мг/дм³.

В случае, если результат измерения предоставляется лабораторией-участником с указанием границ погрешности при доверительной вероятности P = 0,95,

Таблица 7. Результаты измерений массовой концентрации нефтепродуктов в растворе материала СО, полученные участниками раунда МСИ 251-МСВ НП-08/2021

Table 7. The measurement results of the mass concentration of petroleum products in the solution of the CRM material obtained by the participants of the ILC round 251-МСВ НП-08/2021

Кодовый номер лаборатории	Результат измерения, мг/дм³	Границы погрешности результата измерений при P=0,95, мг/дм³	Методика измерений
НПВ-8.1	0,40	0,10	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000
НПВ-8.2	0,46	0,11	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000
НПВ-8.3	0,46	0,11	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000
НПВ-8.4	0,52	0,17	ПНД Ф 14.1:2:4.5–95
НПВ-8.5	0,44	0,11	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000
НПВ-8.6	0,438	0,105	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000
НПВ-8.7	0,42	0,10	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000
НПВ-8.8	0,40**	0,14	ПНД Ф 14.1:2:4.128–98
НПВ-8.9	0,40	0,14	ПНД Ф 14.1:2:4.5–95
НПВ-8.10	0,35	0,08	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000
НПВ-8.11	0,45	0,15	ПНД Ф 14.1:2:4.5–95
НПВ-8.12	0,53	0,13	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000
НПВ-8.13	0,54	0,18	ПНД Ф 14.1:2:4.5–95
НПВ-8.14	0,46**	0,16	ПНД Ф 14.1:2:4.128–98
НПВ-8.15	0,48	0,16	ПНД Ф 14.1:2:4.5–95
НПВ-8.16	0,48	0,10	РД 52.24.476-2007
НПВ-8.17	0,49	0,17	ПНД Ф 14.1:2:4.5–95
НПВ-8.18	0,22**	0,08	ПНД Ф 14.1:2:4.128–98

** – Результаты, полученные флуориметрическим методом

то расширенная неопределенность результата лаборатории-участника при k=2 приравнена к верхней границе погрешности результата измерения. Число E_n интерпретировано согласно пункту В.3.1.3 Приложения В ГОСТ ISO/IEC 170432013: если $|E_n| \leq 1{,}0$, результат измерений признан удовлетворительным; если $|E_n| > 1{,}0$, результат измерений признан неудовлетворительным.

Для всех участников раунда МСИ 251-МСВ НП-08/2021, использовавших метод ИК-спектрометрии, отклонение результатов измерений от приписанного значения массовой концентрации нефтепродуктов в растворе материала СО не превышало границ погрешности этих результатов при $P = 0{,}95$. Поскольку все участники раунда МСИ предварительно были уведомлены о методе, в соответствии с которым должны были быть получены результаты измерений, целью участников, проводивших анализ образца флуориметрическим методом, вероятнее всего, было оценить наличие и величину систематического сдвига между двумя методами измерений. Результаты измерений, полученные флуориметрическим методом, также сравнивали с приписанным значением содержания нефтепродуктов в растворе материала СО (0,433 мг/дм³), и два из трех результатов были признаны удовлетворительными. Участник раунда МСИ под номером НПВ 8.18 получил неудовлетворительный результат. Неудовлетворительное качество полученного результата связано не только с методологическими различиями

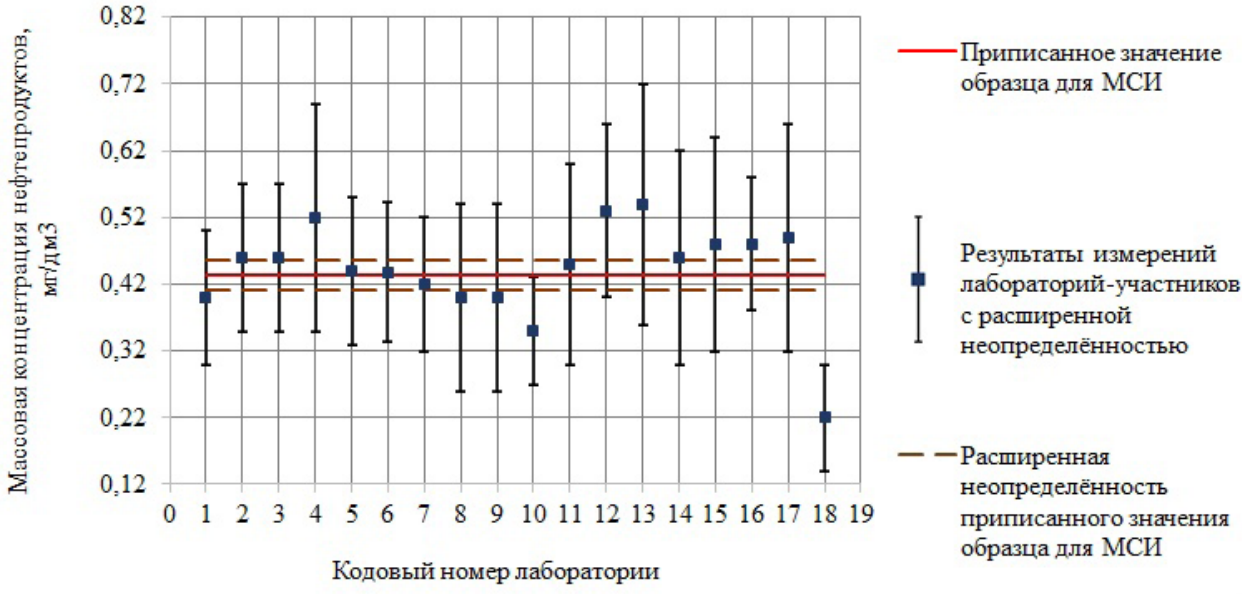


Рис. 2. Результаты измерения массовой концентрации нефтепродуктов в растворе материала СО, полученные в раунде МСИ 251МСВ НП-08/2021

Fig. 2. The measurement results of the mass concentration of petroleum products in the solution of the CRM material obtained in the round of ILC 251 MCB НП-08/2021

измерений содержания нефтепродуктов методами флуориметрии и ИК-спектрометрии, но и с возможными отклонениями от требований методики измерений и недостатками в проведении внутрилабораторного контроля точности.

Заключение

В ходе исследования завершена разработка стандартного образца массовой концентрации неполярных нефтепродуктов в полярном органическом растворителе ГСО 11733–2021. Установлены метрологические характеристики СО: интервал допускаемых аттестованных значений СО 0,1–3,0 мг/см^3, допускаемая относительная расширенная неопределенность аттестованного значения СО 5 % (при k=2). Прослеживаемость аттестованного значения СО обеспечена прослеживаемостью к единице массы, воспроизводимой ГЭТ 3, путем использования поверенных весов и ГСО 7822–2000 с установленной прослеживаемостью, а также единице объема, воспроизводимой ГЭТ 216, путем использования при измерениях поверенной мерной посуды.

По результатам проведённых раундов МСИ 251-МСВ НП-07/2021 с использованием материала первой партии СО с аттестованным значением массовой концентрации неполярных нефтепродуктов X_{CO} = 0,82 мг/см^3 и МСИ 251-МСВ НП-08/2021 с использованием материала второй партии СО НПВ с аттестованным значением массовой концентрации неполярных нефтепродуктов X_{CO} = 0,433 мг/см^3 экспериментально подтвержден интервал контролируемого показателя в образце массовой концентрации нефтепродуктов в диапазоне значений 0,05–2,00 мг/дм^3.

Подтверждено, что разработанный ГСО предназначен для контроля точности результатов измерений массовой концентрации неполярных нефтепродуктов в питьевых, природных поверхностных и очищенных сточных водах методом инфракрасной спектрометрии. ГСО может быть использован для аттестации методик измерений массовой концентрации неполярных нефтепродуктов в воде методом инфракрасной спектрометрии.

Область применения стандартного образца – охрана окружающей среды, контроль качества питьевой воды, природных поверхностных и очищенных сточных вод.

Благодарности: все измерения проводились с использованием оборудования УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Acknowledgments: All measurements were carried out using the equipment of UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology.

Вклад соавторов: Горяева Л. И. – разработка концепции исследования, программирование,

осуществление формального анализа, курирование данных, написание чернового варианта статьи, проверка и редактура текста статьи, руководство исследовательской деятельностью. Щукина Е. П.– проведение исследовательских работ, осуществление формального анализа, проверка и редактура текста статьи, подготовка визуальных материалов.

Author contribution: Goryaeva L. I.– development of the research concept, programming, formal analysis, data curation, preparation of the article draft, revision of the article, management of research activities. Shchukina Eu. P.– conducting research, formal analysis, revision of the text, preparing visual materials.

Конфликт интересов: Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Conflict of interest: The authors declare no conflicts of interests.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. О некоторых методических аспектах оценки нефтяного загрязнения водных объектов с учетом деградации нефтепродуктов во времени / З. А. Темердашев [и др.] // Аналитика и контроль. 2016. Т. 20, № 3. С. 225–235. https://doi.org/10.15826/analitika.2016.20.3.006
2. *Уланова Т. С., Макарова Ю. М.* Методы определения содержания нефтепродуктов в водной среде // Научные исследования и инновации. 2010. Т. 4. № 4. С. 120–127.
3. Модельная смесь углеводородов для ИК-спектрофотометрии и флуориметрии нефтепродуктов / А. А. Кудрявцев [и др.] // Вестник Тюменского государственного университета. Экология и природопользование. 2011. № 5. С. 63–70.
4. Infrared spectrometric determination of oil and phenol in water / R. G. Simard [et al.] // Analytical Chemistry. 1951. no. 23. P. 1384–1389.
5. Унифицированная смесь углеродов для определения нефтепродуктов инфракрасным и люминесцентным методами: пат. 2398004 РФ; заявл. 24.02.2009; опубл. 24.02.2009.
6. Методы определения нефтепродуктов в водах и других объектах окружающей среды (обзор) / Леоненко И. И. [и др.] // Методы и объекты химического анализа. 2010. Т. 5, № 2. С. 58–72.
7. *Бродский Е. С., Савчук С. А.* Определение нефтепродуктов в объектах окружающей среды // Журнал аналитической химии. 1998. Т. 53, № 12. С. 1238–1251.
8. *Коренман Я. И., Жилинская К. И., Фокин В. Н.* Хроматографическое определение нефтепродуктов в природных и минеральных водах // Химия и технология воды. 2005. Т. 27, № 2. С. 136–172.
9. *Федорова М. А., Усова С. В., Вершинин В. И.* Точность ИК-спектрометрических оценок суммарного содержания углеводородов в их модельных смесях при разных способах измерения обобщенного аналитического сигнала // Аналитика и контроль. 2014. Т. 18, № 1. С. 91–98.

REFERENCES

1. Temerdashev Z. A., Pavlenko L. Ph., Karpokova I. G., Ermakova Ya. S., Ekilik V. S. Some methodological aspects of oil pollution evaluation of water bodies based on the degradation of petroleum products over time. *Analytics and Control*. 2016;20(3):225–235. https://doi.org/10.15826/analitika.2016.20.3.006
2. Ulanova T. S., Makarova Yu. M. Methods for determining the content of petroleum products in the aquatic environment. *Scientific research and innovation*. 2010;4(4):120–127.
3. Kudryavtsev A. A., Znamenshchikov A. N., Volkova S. S., Panitcheva L. P. Model mixture of hidrocarbons for IR-spectrophotometry and fluorimetry of petroleum products. *Vestnik Tjumenskogo gosudarstvennogo universiteta. Jekologija i prirodopol'zovanie*. 2011;5:63–70. (In Russ.).
4. Simard R. G., Hasegawa J., Bandaruk W., Headindton C. E. Infrared spectrometric determination of oil and phenol in water. *Analytical Chemistry*. 1951;(23):1384–1389.
5. Pavlenko L. F., Anokhina N. S., Klimenko T. L., Skrypnik G. V., Larin A. A. *Unified mixture of carbons for the determination of petroleum products by infrared and luminescent methods*. Patent RF, no. 2398004, 2009. (In Russ.).
6. Leonenko I. I., Antonovich V. P., Andrianov A. M., Bezlutckaya I. V., Tsymbalyuk K. K. Methods for the determination of petroleum products in water and other environmental objects. *Methods and Objects of Chemical Analysis*. 2010;5(2):58–72. (In Russ.).
7. Brodsky E. S., Savchuk S. A. Determination of petroleum products in environmental objects. *Journal of Analytical Chemistry*. 1998;53(12):1238–1251. (In Russ.).
8. Korenman Ya. I., Zhilinskaya K. I., Fokin V. N. Chromatographic determination of petroleum products in natural and mineral waters. *Journal of Water Chemistry and Technology*. 2005;27(2):136–172. (In Russ.).
9. Fedorova M. A., Usova S. V., Vershinin V. I. The accuracy of IR-spectpometric estimations for total hydrocarbon concentration of model mixtures with different methods to measure the generalized analytical signal. *Analytics and Control*. 2014;18(1):91–98. (In Russ.).

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

ГОСТ 32-74 Масла турбинные. Технические условия = Turbine oils. Specifications : межгосударственный стандарт : утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22.03.74 № 663 : издание официальное : дата введения 1975.01.01. / разработан и внесен Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР. Москва : Стандартинформ, 2011. 4 с. Текст : непосредственный.

ГОСТ ISO Guide 35-2015. Стандартные образцы. Общие и статистические принципы сертификации (аттестации) = Reference materials. General and statistical principles for certification : межгосударственный стандарт : утвержден и введен в действие Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 июня 2019 г. N 55) : издание официальное : дата введения 2019.09.01. / разработан Уральским научно-исследовательским институтом метрологии (УНИИМ). Москва : Стандартинформ, 2017. 58 с. Текст : непосредственный.

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий = General requirements for the competence of testing and calibration laboratories : межгосударственный стандарт : утвержден и введен в действие Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 12 ноября 2015 г. № 82-П) : издание официальное : дата введения 2016.12.01. / переведен Белорусским государственным центром аккредитации. Москва : Стандартинформ, 2019. 25 с. Текст : непосредственный.

ГОСТ ISO/IEC 17043-2013 Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации = Conformity assessment. General requirements for proficiency testing : межгосударственный стандарт : утвержден и введен в действие Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке (протокол от 19 мая 2013 г. N 56-П) : издание официальное : дата введения 2015.03.01. / подготовлен и переведен Белорусским государственным институтом метрологии (БелГИМ), Уральским научно-исследовательским институтом метрологии (УНИИМ). Москва : Стандартинформ, 2016. 32 с. Текст : непосредственный.

ГОСТ Р 51797-2001 Вода питьевая. Метод определения содержания нефтепродуктов = Drinking water. Method for determination of oil products content : Государственный стандарт РФ : утвержден и введен в действие Постановлением Госстандарта России от 21 августа 2001 г. № 339-ст : издание официальное : дата введения 2002.07.01. / разработан Техническим комитетом по стандартизации ТК 343 Качество воды (НПФ Люмэкс, ГУП ЦИКВ) / внесен Управлением продукции сельскохозяйственного производства, пищевой, легкой и химической промышленности Госстандарта России. Москва : Стандартинформ, 2010. 15 с. Текст : непосредственный.

ГСО 7117-94 Стандартный образец содержания нефтепродуктов в водорастворимой матрице. Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/392648 (дата обращения: 01.11.2021).

ГСО 7248-96 Стандартный образец состава раствора нефтепродуктов (углеводородов) в четыреххлористом углероде. Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/392564 (дата обращения: 01.11.2021).

ГСО 7424-97 Стандартный образец состава раствора нефтепродуктов (смесь гексадекана, изооктана и бензола) в четыреххлористом углероде (НП-1). Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/392444 (дата обращения: 01.11.2021).

ГСО 7554-99 Стандартный образец состава раствора нефтепродуктов в четыреххлористом углероде. Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/392330 (дата обращения: 01.11.2021).

ГСО 7822-2000 Стандартный образец состава раствора нефтепродуктов (углеводородов) в четыреххлористом углероде (НП-Сиб). Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/392152 (дата обращения: 01.11.2021).

ГСО 8646-2005 ÷ ГСО 8654-2005 Набор стандартных образцов состава раствора нефтепродуктов в водорастворимой матрице (НВМ-1-ЭК ÷ НВМ-9-ЭК). Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/391538 (дата обращения: 01.11.2021).

ГСО 8824-2006 Стандартный образец состава раствора нефтепродуктов в углероде четыреххлористом (комплект 33НП). Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/391361 (дата обращения: 01.11.2021).

ГСО 8826-2006 Стандартный образец содержания нефтепродуктов в водорастворимой матрице (комплект 35НП). Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/391359 (дата обращения: 01.11.2021).

ГСО 8827-2006 Стандартный образец содержания нефтепродуктов в водорастворимой матрице (комплект 35НП). Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/391358 (дата обращения: 01.11.2021).

ГСО 8828-2006 Стандартный образец состава раствора нефтепродуктов в углероде четыреххлористом (комплект 60 АН-2). Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/391357 (дата обращения: 01.11.2021).

ГСО 11733-2021 Стандартный образец массовой концентрации неполярных нефтепродуктов в полярном органическом растворителе (НПВ). Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1392011 (дата обращения: 01.11.2021).

ГЭТ 3-2020 Государственный первичный эталон единицы массы – килограмма / институт хранитель ВНИИМ им. Д. И. Менделеева. Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/1385582 (дата обращения: 01.11.2021).

ГЭТ 216 Государственный первичный эталон единицы объема жидкости от 1,0·10-9 м3 до 1,0 м3 / институт хранитель ВНИИМ им. Д. И. Менделеева. Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397905 (дата обращения: 01.11.2021).

МУК 4.1.1013-01 Методы контроля. Химические факторы. Определение массовой концентрации нефтепродуктов в воде. = Control methods. chemical factors. Determination of the mass concentration of oil products in water : Методические указания : утвержден и введен в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем министра здравоохранения Российской Федерации 25 января 2001 года / разработан авторским коллективом в составе: В. Б. Скачков [и др.]. Москва : ФЦГиЭ Роспотребнадзора, 2001. 15 с. Текст : непосредственный.

М.УНИИМ 251.2-2021 Методика измерений массовой концентрации нефтепродуктов (неполярных углеводородов) в полярном органическом растворителе методом ИК-спектрометрии = Method for Measuring the Mass Concentration of Oil Products (Non-Polar Hydrocarbons) in a Polar Organic Solvent by IR Spectrometry : Свидетельство об аттестации № 251.0052/RA.RU.31188/2021 от 25.05.2021 / разработано УНИИМ – филиалом ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». Екатеринбург : УНИИМ филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», 2021. 15 с. Текст : непосредственный.

Об аккредитации в национальной системе аккредитации: Федеральный закон от 28 декабря 2013 г. № 412-ФЗ (в редакции от 11 июня 2021 г. № 496-ФЗ) : [принят Государственной думой 23 декабря 2013 года : одобрен Советом Федерации 25 декабря 2013 года] // Российская газета. 2021. 17 июня.

Об утверждении критериев аккредитации и перечня документов, подтверждающих соответствие заявителя, аккредитованного лица критериям аккредитации: приказ Миэкономразвития от 26 октября 2020 года № 707 (в редакции от 30 декабря 2020 г. № 877) // Российская газета. 2021. 1 февраля.

Об утверждении нормативов качества воды водных объектов рыбохозяйственного значения, в том числе нормативов предельно допустимых концентраций вредных веществ в водах водных объектах рыбохозяйственного значения: приказ Министерства сельского хозяйства от 13 декабря 2016 года № 552 (в редакции от 10 марта 2020 г. № 118) // Российская газета. 2020. 17 июня.

Об утверждении санитарных правил и норм СанПиН 1.2.3685-21 Гигиенические нормативы и требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания : постановление Главного государственного санитарного врача от 28 января 2021 года № 2 (в редакции от 14 декабря 2021 г. № 37) // Российская газета. 2021. 31 декабря.

ПНД Ф 14.1.272-2012 Количественный химический анализ вод. Методика (метод) измерений массовой концентрации нефтепродуктов в пробах сточных вод методом ИК-спектрофотометрии с применением концентратомеров серии КН : Методические указания : издание официальное : рассмотрена и одобрена Федеральным центром анализа и оценки техногенного воздействия : введен впервые : дата введения 2012.12.28 / разработчик Производственно – экологическое предприятие СИБЭКОПРИБОР. Москва : СИБЭКОПРИБОР, 2017. 27 с. Текст непосредственный.

ПНД Ф 14.1:2:4.5-95 Количественный химический анализ вод. Методика измерений массовой концентрации нефтепродуктов в питьевых, поверхностных и сточных водах методом ИК-спектрометрии : Методические указания : издание официальное : рассмотрена и одобрена Федеральным центром анализа и оценки техногенного воздействия : введен впервые : дата введения 2011.03.23 / разработчик Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия. Москва : ФЦАО, 2011. 15 с. Текст непосредственный.

ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000 Количественный химический анализ вод. Методика (метод) измерений массовой концентрации нефтепродуктов в пробах питьевых, природных и очищенных сточных вод методом ИК-спектрофотометрии с использованием концентратомеров серии КН : Методические указания : издание официальное : рассмотрена и одобрена Федеральным центром анализа и оценки техногенного воздействия : введен впервые : дата введения 2017.03.24 / разработчик Производственно – экологическое предприятие СИБЭКОПРИБОР. Москва : СИБЭКОПРИБОР, 2017. 26 с. Текст непосредственный.

ПНД Ф 14.1:2:4.273-2012 Количественный химический анализ вод. Методика (метод) измерений массовой концентрации нефтепродуктов и жиров (при их совместном присутствии) в пробах питьевых, природных и очищенных сточных вод методом ИК-спектрофотометрии с применением концентратомеров серии КН: Методические указания : издание официальное : рассмотрена и одобрена Федеральным центром анализа и оценки техногенного воздействия : введен впервые : дата введения 2017.03.24 / разработчик Производственно – экологическое предприятие СИБЭКОПРИБОР. Москва : СИБЭКОПРИБОР, 2017. 25 с. Текст непосредственный.

РД 52.24.476-2007 Руководящий документ. Массовая концентрация нефтепродуктов в водах. Методика выполнения измерений ИК-фотометрическим методом: Руководящий документ : издание официальное : утвержден Заместителем Руководителя Росгидромета : введен взамен РД 52.14.476-95 : дата введения 2007.02.20 / разработчик Гидрохимический институт, Ростов-на-Дону : Росгидромет, 2007. 31 с. Текст непосредственный.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Горяева Людмила Ивановна – канд. хим. наук, ведущий научный сотрудник Уральского научно-исследовательского института метрологии – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».
Россия, 620075, г. Екатеринбург,
ул. Красноармейская, 4
e-mail: gorieva@uniim.ru

Щукина Евгения Павловна – инженер Уральского научно-исследовательского института метрологии – филиала ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева».
Россия, 620075, г. Екатеринбург,
ул. Красноармейская, 4
e-mail: ShchukinaEP@uniim.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Lyudmila I. Goryaeva – Cand. Sci. (Chem.), Leading Researcher, UNIIM – Affiliated Branch of the D.I. Mendeleyev Institute for Metrology
4 Krasnoarmeyskaya str., Ekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: gorieva@uniim.ru

Eugenia P. Shchukina – Engineer, UNIIM – Affiliated Branch of the D.I. Mendeleyev Institute for Metrology
4 Krasnoarmeyskaya str., Ekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: ShchukinaEP@uniim.ru

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Научная статья
УДК 543.51; 669.1
https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-1-39-50

Стандартный образец для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16

Ф. Н. Карачевцев ✉, С. Г. Ерошкин, А. Н. Мосолов

Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов
Национального исследовательского центра «Курчатовский институт»
(НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ), Москва, Россия
✉ kara4ev@viam.ru

Аннотация: Контроль химического состава катодов из сплава на алюминиевой основе марки ВСДП требует на производстве больших временных затрат, а также наличия дорогостоящего инструментального оборудования, что не подходит для контроля состава сплава в процессе проведения его выплавки. Цель настоящего исследования состояла в разработке технологии изготовления материала стандартного образца (СО) для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16, отвечающего требованиям стабильности и однородности по химическому составу. Аттестованные значения СО должны охватывать интервал легирования сплава для построения корректных градуировок при калибровки спектрометров.

Технология изготовления материала СО включала: выплавку слитков шихтовых заготовок из сплава ВСДП-16 в вакуумно-индукционной печи; атомизацию заготовок до алюминиевого порошка; горячее прессование полученного порошка в графитовой пресс-форме на установке горячего прессования при температуре спекания 600 °С и давлении 20 МПа (62 кН); механическую обработку полученных заготовок. В ходе исследования проведена отработка технологических режимов выплавки материала СО путем введения основных легирующих элементов и примесей. Для материала СО проведено исследование однородности, установлено, что характеристика однородности Sн для легирующих элементов менее 1 % от аттестованного значения. Это позволяет говорить о хорошем распределении элементов в объеме материала. Проведенное исследование химического состава материала СО показало, что содержание элементов имеет разброс и позволяет применять СО для градуировки спектрального оборудования. Построены градуировочные зависимости на оптико-эмиссионном и рентгенофлуоресцентном анализаторах. Зависимости имеют линейный вид, что позволяет использовать СО для калибровки спектрального оборудования. Созданный таким образом СО подходит для оптико-эмиссионного метода анализа, в котором не используется растворение проб в кислотах, что позволяет снижать трудоемкость по сравнению с атомно-эмиссионным с индуктивно связанной плазмой методом анализа примерно в 3 раза и энергозатраты примерно в 3,5 раза.

В результате исследования был разработан комплект стандартных образцов утвержденного типа для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16 ГСО 11696–2021, имеющий прослеживаемость аттестуемых значений к единице массовой доли методом прямых измерений на Государственном первичном эталоне единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов ГЭТ 196-2015.

Ключевые слова: контроль химического состава алюминиевого сплава, стандартный образец, спектральный анализ, стабильность, однородность, градуировка, калибровка, поверка средств измерений, никель, иттрий, железо

Используемые сокращения: Ме – металл (никель или кобальт); ВГО – высокотемпературная газостатическая обработка; СО – стандартный образец.

Ссылка при цитировании: Карачевцев Ф. Н., Ерошкин С. Г., Мосолов А. Н. Стандартный образец для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16 // Эталоны. Стандартные образцы. 2022. Т. 18, № 1. С. 39–50. https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-1-39-50

Статья поступила в редакцию 02.02.2022; одобрена после рецензирования 17.02.2022; принята к публикации 15.03.2022.

REFERENCE MATERIALS

Scientific article

Reference material for the spectral analysis of the VSDP-16 aluminum alloy

Fedor N. Karachevtsev ✉, Sergej G. Eroshkin, Aleksei N. Mosolov

National Research Center «Kurchatov Institute» – VIAM, Moscow, Russia
✉ kara4ev@viam.ru

Abstract: The control of the chemical composition of aluminum-based cathodes of the VSDP brand requires a lot of production time, as well as the availability of expensive equipment, which is not suitable for the control of the alloy composition during its smelting. The purpose of this study is to develop a technology for reference material (RM) production for spectral analysis of the VSDP-16 aluminum alloy, which meets the requirements for stability and chemical homogeneity. The RM certified values should cover the alloying range of the alloy for constructing correct calibrations in the calibration of spectrometers.

The RM production technology included: melting of ingots of charge bars from the VSDP-16 alloy in a vacuum induction furnace; atomization of bars to aluminum powder; hot pressing of the resulting powder in a graphite mold on a hot pressing unit at a sintering temperature of 600C and a pressure of 20 MPa (62 kN); mechanical processing of the obtained bars. In the course of the study, the processing methods of RM melting were tested by introducing the main alloying elements and impurities. The RM homogeneity study was carried out, and it was found that the homogeneity characteristic of S_H for alloying elements is less than 1 % of the certified value, which suggests a good distribution of elements in the bulk. The study of the RM chemical composition showed that the content of elements varies and allows the RM application for calibration of spectral equipment. Calibration dependences are constructed based on optical-emission and X-ray fluorescence analyzers. Dependences are linear, which makes it possible to apply RM for calibration of spectral equipment. The developed RM is appropriate for the optical-emission method of analysis, which does not include the dissolution of samples in acids. This allows to reduce labor intensity compared to the inductively coupled plasma atomic emission method by ~3 times and energy consumption by ~3.5 times.

As a result of the study, a set of certified reference materials was developed for the spectral analysis of the VSDP-16 aluminum alloy GSO 11696–2021, the certified values of which are traceable to the unit of mass fraction by direct measurements on the State Primary Standard of units of mass (molar) fraction and mass (molar) concentration of components in liquid and solid substances and materials based on spectral methods GET 196-2015.

Keywords: control of the chemical composition of aluminum alloy, reference material, spectral analysis, stability, homogeneity, graduation, calibration, instrument calibration, nickel, yttrium, iron

Abbreviations used in the article: RM – reference material; Me – metals (nickel or cobalt); VGO – high-temperature gasostatic processing.

For citation: Karachevtsev F. N., Eroshkin S. G., Mosolov A. N. Reference material for the spectral analysis of the VSDP-16 aluminum alloy. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2022;18(1): 39–50. https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-1-39-50 (In Russ.).

The article was submitted 02.02.2022; approved after reviewing 17.02.2022; accepted for publication 15.03.2022.

Введение

Контроль химического состава катодов из сплава на алюминиевой основе марки ВСДП-16 требует на производстве больших временных затрат, а также наличия дорогостоящего инструментального оборудования, что не подходит для контроля состава сплава в процессе проведения его выплавки. Серийный катодный сплав на алюминиевой основе ВСДП-16 широко применяется при нанесении диффузионных слоев в составе жаростойких покрытий на промышленных ионно-плазменных установках типа МАП-2. Установка предназначена для нанесения защитных и упрочняющих покрытий толщиной от 3 мкм до 120 мкм из чистых металлов (Ti, Zr, Cr, Al, Cu и др.), многокомпонентных сплавов различного легирования, в том числе сплавов состава MeCrAlY (Me: Ni; Ni–Co; Co–Ni) и др., а также для ионного травления и насыщения поверхности деталей из конструкционных сталей и сплавов ионами металлов в плазме вакуумного дугового разряда. Применяемые образцы из сплавов ВЖМ4, ВЖМ5У с комплексными теплозащитными покрытиями, содержащими диффузионные слои из сплава ВСДП-16, обеспечивают длительную защиту при температурах 1150 °C и 1200 °C на базе испытаний 500 и 100 часов соответственно [1].

Для контроля химического состава катодов из сплава на алюминиевой основе ВСДП-16 применяются методики измерений, в основе которых лежат физико-химические и химические методы, такие как атомно-абсорбционная спектроскопия, спектрофотометрия и атомно-эмиссионная спектроскопия с индуктивно-связанной плазмой. Данные методы требуют растворения пробы в кислотах с последующей подготовкой и измерением полученных растворов. Применение указанных методов требует больших временных затрат, а также наличия дорогостоящего инструментального оборудования, что не подходит для контроля состава сплава в процессе проведения его выплавки. В этом случае должны применяться экспрессные методы анализа: искровой оптико-эмиссионный или рентгенофлуоресцентный. Для калибровки оптико-эмиссионных или рентгенофлуоресцентных спектрометров необходимы стандартные образцы сплава ВСДП-16 в виде комплектов с различным содержанием легирующих элементов и примесей. Однако проведенный анализ литературных источников и анализ Государственного реестра утвержденных типов стандартных образцов, представленных в Федеральном информационном фонде России, показал, что стандартные образцы сплава ВСДП-16, а также близкие по химическому составу алюминиевые сплавы отсутствовали [2–5].

Цель настоящего исследования состоит в разработке технологии изготовления материала СО для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП16, отвечающего требованиям стабильности и однородности по химическому составу, аттестованные значения которого должны охватывать интервал легирования сплава для построения корректных градуировок при калибровке оптико-эмиссионных или рентгенофлуоресцентных спектрометров.

Основной задачей при изготовлении СО является разработка технологии выплавки материала, которая обеспечивала бы получение однородного материала заданного химического состава, а также изготовление и выпуск комплектов СО с аттестованной характеристикой массовой доли никеля, иттрия и железа с целью утверждения типа.

Работа проводилась в контексте реализации комплексной научной задачи 2.1. «Фундаментальные исследования» («Стратегические направления развития материалов и технологий их обработки на период до 2030 года») [6].

Материалы и методы

Объектами исследования являются образцы сплава на алюминиевой основе ВСДП-16. Измерения массовой доли компонента в материале СО проводили методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП) на спектрометрах эмиссионных с индуктивно-связанной плазмой Ultima 2 и Agilent 5100 с аксиальным обзором плазмы согласно методикам измерений МИ 1.2.064-2014, МИ 1.2.069-2015. Измерения массовой доли железа в материале СО методом атомно-абсорбционной спектроскопии проводили на спектрометре Varian 240FS по ГОСТ 11739.6–82. Исследование однородности распределения элементов в материале СО проводили на спектрометре Magellan Q8 оптико-эмиссионным методом анализа по ГОСТ 7727–81. Исследование микроструктуры проводили на растровом электронном микроскопе

Hitachi SU8010. Изображения получали в режиме вторичных электронов при ускоряющем напряжении 15 кВ.

Результаты исследований и обсуждение

Катоды из сплава на алюминиевой основе ВСДП-16 выпускаются в виде труб длиной 350 мм с внешним диаметром 200 мм и внутренним диаметром 130 мм [7]. Изготавливаются катоды литейным методом в формы с последующей механической обработкой, при этом в материале допускаются раковины, поры глубиной не более 4 мм и поперечным размером не более 15 мм. Данная технология не подходит для изготовления однородных и бездефектных стандартных образцов цилиндрической формы диаметром 40 мм, высотой 30 мм с двумя рабочими плоскостями. Поэтому в данной работе была разработана технология изготовления нового материала.

Тщательным образом был произведен выбор и расчет шихтовых составов для выплавки материала СО, особое внимание уделяли подбору охвата диапазона содержания никеля и иттрия в сплаве ВСДП-16, а также присутствию железа в качестве примеси. Таким образом, был запланирован выпуск пяти экземпляров СО с разным химическим составом, позволяющих обеспечить калибровку оптико-эмиссионных спектрометров. В табл. 1 приведен расчетный шихтовой состав плавок материала СО сплава ВСДП-16.

На первом этапе работы была проведена выплавка материала кандидата СО в вакуумных индукционных печах типа ВИУ. Выплавку металла осуществляли в корундовом тигле с использованием смеси LUKORMA 10 V6 SM для изготовления тигля. Загрузку в тигель шихтовых материалов проводили следующим образом: на дно тигля – алюминий, далее закладывали никель и железо в количестве, соответствующем расчетному по табл. 1. После полного расплавления шихты (отсутствие кусков шихты на поверхности жидкого металла) расплав нагревали до температуры от 1180 °С до 1240 °С, выдерживали с перемешиванием расплава за счет электромагнитного перемешивания периодически повышая температуру, при этом понижая мощность индуктора. Далее в плавильную камеру напускали аргон до значений от 75 мм рт. ст. до 85 мм рт. ст. и присаживали иттрий в виде лигатуры никель-иттрий с учетом его «угара». Далее проводилось перемешивание расплава. Температура слива металла составляла от 720 °С до 740 °С. Полученные расплавы заливали в чугунные изложницы размером 100×130 мм. После охлаждения металла от полученных слитков отрезали донную и прибыльную части. На рис. 1 представлен внешний вид отливок материала СО для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16.

Полученные отливки имели усадочную раковину и пористость до середины отливки по высоте, а также неравномерное распределение никеля и иттрия по сечению слитка. Никель концентрировался в центре слитка, при этом разница достигала 30–40 % относительных, иттрий концентрировался по краям слитка – разница достигала 15–20 %. Повторный переплав с применением кристаллизатора скольжения диаметром 90 мм позволил получить плотный материал без раковин и пор, но распределение элементов по объему слитка получилось также неравномерным. Данный эффект связан с большой разностью температур кристаллизации

Таблица 1. Шихтовой состав для проведения выплавки материала стандартных образцов для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16

Table 1. The charge composition for smelting the material of reference materials for the spectral analysis of the VSDP-16 aluminum alloy

Индекс в комплекте материалов стандартных образцов для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16	Элемент		
	Ni	Y	Fe
	Массовая доля элемента, %		
ВСДП-16–1	13,5	1,3	0,05
ВСДП-16–2	15,5	0,7	0,005
ВСДП-16–3	13,0	1,0	0,01
ВСДП-16–4	15,5	1,8	0,3
ВСДП-16–5	17,0	2,0	0,6

Рис. 1. Внешний вид отливок материала стандартных образов для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16

Fig. 1. The appearance of castings of reference materials for the spectral analysis of the VSDP-16 aluminum alloy

никеля и алюминия, а также с превышением предела растворимости никеля в алюминии. Авторами сделан вывод, что получаемый литейным способом материал не подходит для изготовления материала СО.

Для получения однородного материала СО был опробован другой способ изготовления материала СО – из порошка с последующим компактированием. Для получения порошка проводили процесс атомизации отливок материалов СО на установке HERMIGA [8]. Полученный порошок никелевого сплава рассеивали по фракциям на ситах, отделяя скраб, чешуйки и крупные зерна.

Для компактирования порошка алюминиевого сплава использовали высокотемпературную газостатическую обработку (ВГО), которую проводили в газостате «Quintus-16», имеющем молибденовый двухзонный нагреватель. Материал капсул – сталь 12Х18Н10Т, режим ВГО – трехчасовая выдержка при температуре солидуса 600 °С. Рабочее давление составляло из расчета 90 %–95 % от максимального допустимого давления в газостате.

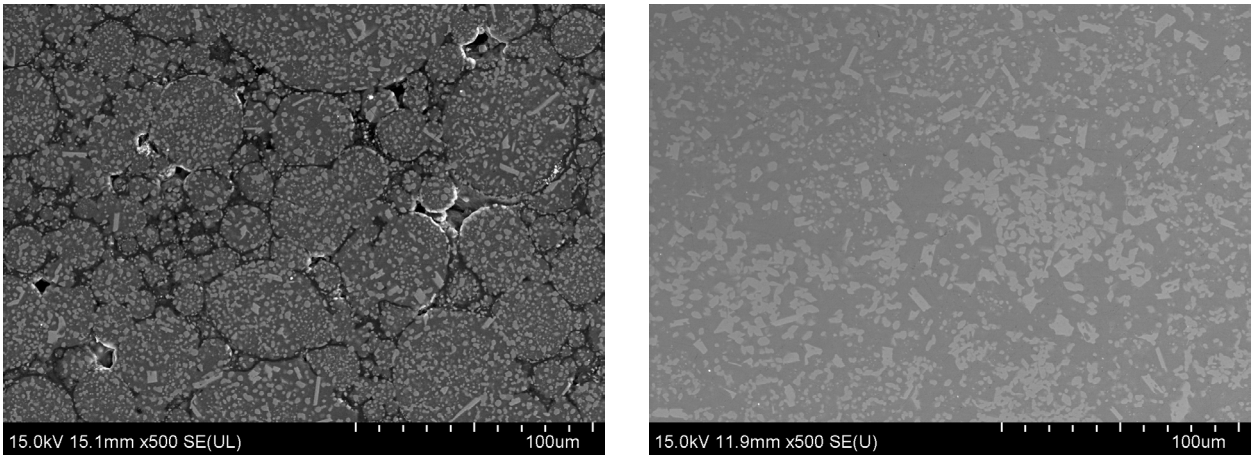
Порошок помещали в капсулы, утрясали и утрамбовывали, затем заваривали крышку капсулы в вакууме. Капсулы с порошком помещали в рабочем пространстве печи газостата. Далее силовой контейнер закрывали и с помощью компрессора создавали необходимое давление аргона около 50 МПа, что позволяло при нагреве газа до рабочих температур создавать требуемое давление в контейнере. Затем включали нагрев газостата. По окончании выдержки капсулы материала СО для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16 охлаждали в газостате до комнатной температуры без принудительного охлаждения.

Рис. 2. Внешний вид капсул материала стандартных образцов для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16: а) до высокотемпературной газостатической обработки; б) после высокотемпературной газостатической обработки

Fig. 2. The appearance of capsules of reference materials for the spectral analysis of the VSDP-16 aluminum alloy: a) before high-temperature gasostatic processing; b) after high-temperature gasostatic processing

Стальные капсулы после ВГО имеют существенную деформацию, что свидетельствует о протекании процесса деформации. Исследования методом растровой электронной микроскопии показали, что полученный методом ВГО материал имеет существенную пористость. На изображении отчетливо видны формы исходных гранул, которые окружены окисленным слоем, возникшим в ходе механической обработки материала и изготовлении шлифа (рис. 3а). При проведении измерений на оптико-эмиссионном спектрометре получаются прожоги нехарактерного для сплавов на алюминиевой основе вида, что указывает на некорректное протекание процесса искрового возбуждения спектра (рис. 4а). Полученный таким способом материал также не может быть использован в качестве СО.

Способом компактирования порошка является горячее прессование. Порошок фракционного состава 100–200 мкм прессовали в графитовую пресс-форму с внутренним диаметром 41 мм на установке горячего прессования FCT HPW 100/150–2200–50-LA при температуре



а) б)

Рис. 3. Микроструктура материала стандартного образца для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16 при увеличении в 500 раз: а) после ВГО; б) после горячего прессования

Fig.3. The microstructure of the reference material for the spectral analysis of the VSDP-16 aluminum alloy at ×500 magnification: a) after high-temperature gasostatic processing; b) after hot pressing

а) б)

Рис. 4. Вид прожогов материалов стандартного образца для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16: а) после ВГО; б) после горячего прессования

Fig. 4. The type of burn-through of the reference material for the spectral analysis of the VSDP-16 aluminum alloy: a) after high-temperature gasostatic processing; b) after hot pressing

спекания 600 °С и давлении 20 МПа (62 кН), выдерживали при 600 °С и давлении 20 МПа, затем остужали с минимальным давлением 5 кН. После полного охлаждения доставали пресс-форму и проводили распрессовку. Получали заготовки диаметром 41 мм и высотой 31–32 мм.

Структура полученного материала СО практически не имеет пор (рис. 3б). Прожоги на оптико-эмиссионном спектрометре получаются характерного для сплавов на алюминиевой основе вида (рис. 4б). Таким образом, авторами сделан вывод, что данный материал пригоден для изготовления СО.

Заготовки СО после прессования обтачивали на токарном станке до цилиндров диаметром 40 мм и высотой 30 мм и наносили маркировку. Общий вид комплекта стандартных образцов для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16 приведен на рис. 5.

Исследование однородности СО проводили совместно с определением аттестованных значений в соответствии с РМГ 53–2002. Характеристика однородности Sh рассчитывается по алгоритму, приведенному в РМГ 53–2002. Результаты характеристики однородности СО представлены в табл. 2.

Рис. 5. Комплект стандартных образцов для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16

Fig.5. The set of reference materials for the spectral analysis of the VSDP-16 aluminum alloy

Таблица 2. Результаты расчетов характеристики однородности стандартных образцов для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16

Table 2. The calculation results of the homogeneity characteristics of reference materials for the spectral analysis of the VSDP-16 aluminum alloy

Элемент	Характеристики однородности стандартных образцов для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16				
	ВСДП-16-1	ВСДП-16-2	ВСДП-16-3	ВСДП-16-4	ВСДП-16-5
	Массовая доля элемента, %				
Ni	0,0218	0,0307	0,0125	0,0259	0,0241
Y	0,0022	0,0011	0,0016	0,0046	0,0024
Fe	0,0002	0,0003	0,0002	0,0005	0,0029

Характеристика однородности $S_{H^{отн}}$ для легирующих элементов – менее 0,2 % от аттестованного значения, что свидетельствует о равномерном распределении элементов в объеме материала и возможности его использования в качестве СО.

Аттестованные значения массовых долей никеля, иттрия и железа в СО определяли методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой [9–13].

Проводили растворение проб материалов СО, отобранных в виде стружки, в смесях соляной и азотной кислот. После этого растворы переносили в мерные колбы и доводили до метки дистиллированной водой. Затем, согласно методикам измерений, отбирали, аликвотные части анализируемых растворов, добавляли раствор индия в качестве внутреннего стандарта и доводили объем раствора в колбе дистиллированной водой до метки.

Установление градуировочных характеристик спектрометра проводили непосредственно перед проведением измерений. Для каждого градуировочного раствора выполняли не менее пяти измерений (реплик) интенсивностей аналитических линий определяемого элемента. Время реплики составляло 5 с. Растворы анализируемых проб последовательно вводили в источник возбуждения и измеряли интенсивности аналитических линий определяемых элементов. В соответствии с программой, управляющей спектрометром, для каждого раствора выполняли по три параллельных измерения интенсивности и вычисляли среднее значение. С помощью градуировочной зависимости находили содержание определяемого элемента в растворе пробы.

Дополнительно определение железа проводили методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой.

Прослеживаемость аттестованных значений СО обеспечена с применением Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких

и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов ГЭТ 196-2015.

Погрешность аттестованных значений СО рассчитывали по формуле:

$$D_{атт} = (D_М^2 + 4 \cdot S_Н^2)^{0,5}, \quad (1)$$

где: $D_м$ – погрешность метода, используемого для установления аттестованного значения, рассчитанная в соответствии с РМГ 53–2002;

$S_н$ – характеристика однородности, рассчитанная в соответствии с РМГ 53–2002.

Результаты определения метрологических характеристик комплекта стандартных образцов для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16 приведены в табл. 3, 4.

С использованием разработанных СО были построены градуировочные зависимости на оптико-эмиссионном и рентгенофлуоресцентном анализаторах (рис. 6). Зависимости имеют линейный вид, что позволяет использовать СО для калибровки спектрального оборудования.

Оформлен пакет документов в соответствии с ГОСТ 8.315-2019. Документы представлены на испытания в аккредитованную организацию.

Выпущено 8 комплектов утвержденного типа ГСО 11696–2021 СО для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16 с описанием типа и паспортом, которые имеют метрологические характеристики, приведенные в табл. 3, 4.

Таблица 3. Результаты расчетов аттестованных значений массовой доли элементов Ni, Y, Fe в комплекте стандартных образцов для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16

Table 3. The calculation results of the certified values of the mass fraction of the elements Ni, Y, Fe in the set of reference materials for the spectral analysis of the VSDP-16 aluminum alloy

Индекс стандартного образца в комплекте	Элемент		
	Ni	Y	Fe
	Массовая доля элемента, %		
ВСДП-16–1	13,8	1,38	0,042
ВСДП-16–2	15,4	0,71	0,0030
ВСДП-16–3	13,1	1,00	0,015
ВСДП-16–4	15,5	1,87	0,322
ВСДП-16–5	17,2	2,11	0,64

Таблица 4. Границы абсолютной погрешности аттестованных значений СО (при доверительной вероятности 0,95), ±Δ, %

Table 4. Limits of the absolute error of the RM certified values (at a confidence level of 0.95), ±Δ, %

Индекс стандартного образца в комплекте	Элемент		
	Ni	Y	Fe
	Массовая доля элемента, %		
ВСДП-16–1	0,3	0,05	0,006
ВСДП-16–2	0,4	0,03	0,0016
ВСДП-16–3	0,3	0,04	0,006
ВСДП-16–4	0,3	0,05	0,022
ВСДП-16–5	0,5	0,04	0,04

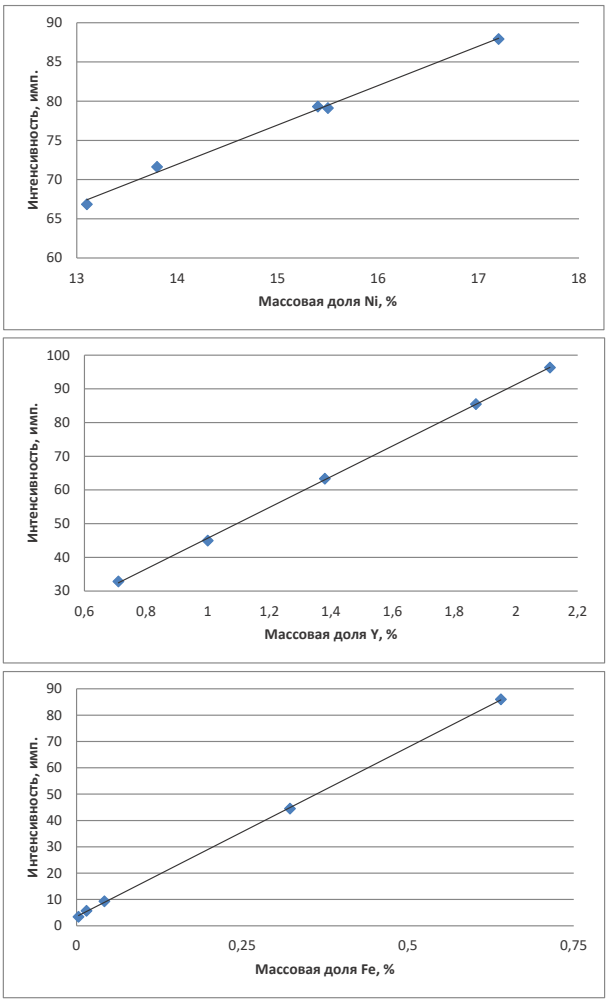


Рис. 6. Градуировочные зависимости, полученные на рентгенофлуоресцентном спектрометре S8 Tiger с использованием разработанного комплекта стандартных образцов для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16

Fig. 6. Calibration dependencies obtained on the X-ray fluorescence spectrometer S8 Tiger using the developed set of reference materials for the spectral analysis of the VSDP-16 aluminum alloy

Заключение

В результате проведенного исследования создан и утвержден комплект с различным содержанием легирующих элементов и примесей утвержденных типов стандартных образцов для спектрального анализа сплава алюминиевого ВСДП-16 ГСО 11696–2021, имеющих прослеживаемость аттестованных значений к единице массовой доли методом прямых измерений на ГЭТ 196-2015. Нормируемые метрологические характеристики в описании типа СО интервал, аттестованные значения массовой доли Ni 13,8–17,2 %, Y 1.38–2.11 %, Fe 0,042–0,64 %.

Комплект состоит из пяти монолитных образцов. СО изготовлены в виде цилиндров из алюминиевого сплава типа ВСДП-16, диаметром 40 мм, высотой 30 мм. Образцы имеют две рабочие плоскости, маркировка нанесена на образующие цилиндров. Образцы промаркированы следующим образом: первая строка – индекс СО; вторая строка – номер комплекта. Комплект СО упакован в картонную коробку с этикеткой.

В ходе исследования разработана технология изготовления материала СО, которая состоит из следующих основных этапов: выплавка слитков шихтовых заготовок из сплава ВСДП-16 в вакуумно-индукционной печи с заливкой в разборный чугунный кокиль; проведение процесса атомизации на установке HERMIGA; рассев порошка сплава ВСДП-16; горячее прессование порошка в графитовой пресс-форме на установке горячего прессования при температуре спекания 600 °C и давлении 20 МПа (62 кН); механическая обработка полученных заготовок.

В ходе исследования проведена отработка технологических режимов выплавки материала СО путем введения основных легирующих элементов и примесей. Для материала СО проведено исследование однородности. Установлено, что характеристика однородности Sн для легирующих элементов менее 1 % от аттестованного значения, что позволяет говорить о хорошем распределении элементов в объеме материала. Проведенное исследование химического состава материала СО показало, что содержание элементов имеет разброс и позволяет применять СО для градуировки спектрального оборудования. Построены градуировочные зависимости на оптико-эмиссионном и рентгенофлуоресцентном анализаторах. Зависимости имеют линейный вид, что позволяет использовать СО для калибровки спектрального оборудования. Материал сплава ВСДП-16 дает возможность проводить анализ оптико-эмиссионным методом, в котором не используется растворение проб в кислотах. Это позволяет снижать трудоемкость по сравнению с атомно-эмиссионным с индуктивно связанной плазмой методом анализа примерно в 3 раза и энергозатраты примерно в 3,5 раза.

Разработанная технология изготовления материала СО обеспечивает получение однородных СО заданного химического состава и может быть применена для получения однородного и бездефектного материала из сплавов и лигатур на основе алюминия.

Благодарности: работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 2.1 «Фундаментально-ориентированные

исследования» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года»). Исследование проведено на оборудовании НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ. Авторы выражают признательность рецензенту статьи за ценные замечания и предложения по тексту.

Acknowledgments: the work was carried out as part of the implementation of the complex scientific direction 2.1. «Fundamentally oriented research» («The strategic directions of development of materials and technologies of their processing for the period till 2030»). The study was carried out on the equipment of the National Research Center «Kurchatov Institute» – VIAM. The authors express their gratitude to the reviewer of the article for valuable comments and suggestions for improving the text of the article.

Вклад соавторов: Карачевцев Ф. Н. – разработка концепции и координация работ проведения исследования; составление технического задания; сбор литературных данных; отбор исходного материала; анализ экспериментальных данных; определение замысла и методологии статьи; критический анализ материалов статьи. Ерошкин С. Г. – организация экспериментальных работ, отбор исходного материала; сбор и обработка экспериментальных данных; оформление документов по испытаниям СО в целях утверждения типа. Мосолов А. Н. – организация экспериментальных работ, сбор и обработка экспериментальных данных.

Author Contribution: Karachevtsev F. N. – development of the research concept and coordination of work; preparation of technical specifications; collection of literature data; selection of starting material; analysis of experimental data; development of the concept and methodology of the article; critical analysis of the article materials. Eroshkin S. G. – organization of experimental work; selection of starting material; collection and processing of experimental data; preparation of documents for testing of RMs for type approval. Mosolov A. N. – organization of experimental work; collection and processing of experimental data.

Конфликт интересов: Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Conflict of interest: The authors declare no conflicts of interests.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Разработка теплозащитных покрытий для лопаток ТВД из никелевых монокристаллических сплавов ВЖМ4, ВЖМ5У / А. А. Смирнов [и др.] // Труды ВИАМ. 2016. № 1. https://doi.org/18577/2307-6046-2016-0-1-17-24
2. Разработка стандартных образцов состава магниевых сплавов марок ВМЛ20 и ВМД16 / Ф. Н. Карачевцев [и др.] // Труды ВИАМ. 2021. № 5. https://doi.org/10.18577/2307-6046-2021-0-5-4-1
3. Разработка и применение стандартных образцов перспективных сплавов авиационного назначения / Ф. Н. Карачевцев [и др.] // Труды ВИАМ. 2016. № 10. https://doi.org/10.18577/2307-6046-2016-0-10-8-8
4. Оценка соответствия новых материалов с использование СО и МИ высокого уровня / Е. Н. Каблов [и др.] // Компетентность. 2017. № 2. С. 40–46.
5. *Луценко А. Н., Перов Н. С., Чабина Е. Б.* Новые этапы развития Испытательного центра // Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. С. 460–468. https://doi.org/10.18577/2071–9140–2017–0-S-460–468
6. *Каблов Е. Н.* Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года»// Авиационные материалы и технологии. 2015. № 1(34). С. 3–33. https://doi.org/10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33
7. *Каблов Е. Н., Оспенникова О. Г., Вершков А. В.* Редкие металлы и редкоземельные элементы – материалы современных и будущих высоких технологий // Авиационные материалы и технологии. 2013. № S2. С. 3–10.
8. *Алишин М. И., Князев А. Е.* Производство металлопорошковых композиций высокой чистоты титановых сплавов методом индукционной газовой атомизации для аддитивных технологий // Труды ВИАМ. 2017. № 11. https://doi.org/10.18577/2307-6046-2017-0-11-31-38
9. *Карпов Ю. А., Барановская В. Б.* Аналитический контроль – неотъемлемая часть диагностики материалов // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2017. Т. 83. № 1-I. С. 5–12.
10. Аналитический контроль металлургического производства : Учеб. для вузов по направлению «Металлургия» / Ю. А. Карпов [и др.]. М.: Металлургия, 1995. 339.
11. *Отто М.* Современные методы аналитической химии. В 2 т. Т. 1. : Пер. с нем. под ред. А. В. Гармаша. М. : Техносфера, 2003. 416 с.
12. Determination of rare earth and concomitant elements in magnesium alloys by inductively coupled plasma optical emission spectrometry / J. C. Fariñas et all. // Talanta. 2016. № 154. P. 53–62. http://dx.doi.org/10.1016/j.talanta.2016.03.047
13. Определение редкоземельных металлов в магниевых сплавах методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой / Р. М. Дворецков [и др.] // Измерительная техника. 2019. № 4. С. 62–66. http://dx.doi.org/10.32446/0368–1025it.2019-4-62-66

REFERENCE

1. Smirnov A. A., Budinovskiy S. A., Matveev P. V., Chubarov D. A. The development of thermal barrier coatings for turbine blades of single-crystal nickel alloys VZHM4, VZHM5U. *Proceedings of VIAM*. 2016;1. (In Russ.). https://doi.org/18577/2307-6046-2016-0-1-17-24
2. Karachevtsev F. N., Eroshkin S. G., Mostyaev I. V., Akinina M. V., Slavin A. V. Development of standard samples of magnesium alloys VML20 AND VMD16. *Proceedings of VIAM*. 2021;5. (In Russ.). https://doi.org/10.18577/2307-6046-2021-0-5-4-1
3. Karachevtsev F. N., Letov A. F., Protsenko O. M., Yakimova M. S. Development and application of certified reference materials of airborne advanced alloys. 2016;10. (In Russ.). https://doi.org/10.18577/2307-6046-2016-0-10-8-8
4. Kablov E. N., Chabina E. B., Morozov G. A., Murav-skaya N. P. Conformity assessment of new materials using high-level RM and MI. *Kompetentnost*. 2017;2(143):40–46. (In Russ.).
5. Lutsenko A. N., Perov N. S., Chabina E. B. The new stages of development of testing center. *Aviacionnye materialy and tehnologii*. 2017; S:460–468. (In Russ.). https://doi.org/10.18577/2071–9140–2017–0-S-460–468
6. Kablov E. N. Innovative developments of FSUE «VIAM» SSC of RF on realization of «Strategic directions of the development of materials and technologies of their processing for the period until 2030». *Aviacionnye materialy and tehnologii*. 2015;1(34):3–33. (In Russ.). https://doi.org/10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33
7. Kablov E. N., Ospennikova O. G., Vershkov A. V. Rare metals and rare-earth elements – materials for modern and future high technologies. *Aviacionnye materialy and tehnologii*. 2013; S2:3–10. (In Russ.).
8. Alishin M. I., Knyazev A. E. Production of metal-powder high-purity titanium alloy compositions by induction gas atomization for application in additive manufacturing. *Proceedings of VIAM*. 2017;11. (In Russ.). https://doi.org/10.18577/2307-6046-2017-0-11-31-38
9. Karpov Yu. A., Baranovskaya V. B. Analytical control is an integral part of the diagnostics of materials. *Industrial laboratopy. Materials diagnostics*. 2017;83(1-I):5–12. (In Russ.).
10. Karpov Iu. A., Gimel'farb F. A., Savostin A. P., Sal'nikov V. D. Analytical control of metallurgical production : Textbook for universities. Moscow: Metallurgy Publ.; 1995. 339 p. (In Russ.).
11. Otto M. Modern methods of analytical chemistry. In 2 vol. of vol. 1. Moscow: Tekhnosfera Publ.; 2003. 416 p. (In Russ.).
12. Fariñas J. C., Rucandio I., Pomares-Alfonso M. S., Villanueva-Tagle M. E., Larrea M. T. Determination of rare earth and concomitant elements in magnesium alloys by inductively coupled plasma optical emission spectrometry. *Talanta*. 2016;154:53–62. http://dx.doi.org/10.1016/j.talanta.2016.03.047
13. Dvoretskov R. M., Baranovskaya V. B., Karachevtsev F. N., Letov A. F. Determination of rare earth metals in magnesium alloys by atomic emission spectrometry with inductively coupled plasma. *Measurement Techniques*. 2019;4:62–66. http://dx.doi.org/10.32446/0368–1025it.2019-4-62-66

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

ГОСТ 8.315-2019 Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения = The registry of interstate reference samples of composition and properties of substance and materials. Main principles : утвержден и введен в действие Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке (протокол N 119-П от 24 мая 2019 г.) : издание официальное : дата введения 2000.09.01 / разработан и внесен Федеральным государственным унитарным предприятием «Уральский научно-исследовательский институт метрологии». Москва : Стандартинформ, 2020. с. 33. Текст : непосредственный.

ГОСТ 32–74 Масла турбинные. Технические условия = Turbine oils. Specifications : межгосударственный стандарт : утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22.03.74 N 663 : издание официальное : дата введения 1975.01.01 / разработан и внесен Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР. Москва : Издательство стандартов, 2011. Текст : непосредственный.

ГОСТ 7727–81 Сплавы Алюминиевые. Методы спектрального анализа = Aluminium alloys. Methods of spectral analysis : утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.06.81 г N 2942 : издание официальное : дата введения 1982.07.01/ разработан и внесен Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР Министерством авиационной промышленности СССР. Москва : Издательство стандартов, 2004. с. 11. Текст : непосредственный.

ГОСТ 11739.6–82. Сплавы алюминиевые литейные и деформированные. Методы определения железа = Aluminium casting and wrought alloys. Methods for determination of iron : утвержден и введен в действие Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол N 16 от 8 октября 1999 г.) : издание официальное : дата введения 2020.06.01 / разработан ОАО «Всероссийский институт легких сплавов» (ОАО ВИЛС), Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 297 «Материалы и полуфабрикаты из легких сплавов». Москва : Стандартинформ, 1989. с. 44. Текст : непосредственный.

ГЭТ 196-2015 Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов. Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2015. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/1385582 (дата обращения: 01.11.2021).РМГ 53–2002 Стандартные образцы. Оценивание

метрологических характеристик с использованием эталонов и образцовых средств измерений = State system for ensuring the uniformity of measurements. Reference materials. Evaluation of metrological characteristics with the use of measurement standards and reference devices : утвержден и введен в действие Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол N 22 от 6 ноября 2002 г.) : издание официальное : дата введения 2004.07.01 / разработан и внесен Уральским научно-исследовательским институтом метрологии Госстандарта России. Москва : ИПК Издательство стандартов, 2004. с. 8. Текст : непосредственный.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Карачевцев Федор Николаевич – канд. хим. наук, начальник лаборатории НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.
Россия, 105005, Москва, ул. Радио, д. 17
e-mail: kara4ev@viam.ru
https://orcid.org/0000–0001–9541–932X

Ерошкин Сергей Геннадьевич – начальник сектора НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.
Россия, 105005, Москва, ул. Радио, д. 17
https://orcid.org/0000-0003-3617-8719

Мосолов Алексей Николаевич – ведущий инженер НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.
Россия, 105005, Москва, ул. Радио, д. 17

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Fedor N. Karachevtsev – Cand. Sci. (Chem.), Head of Laboratory, National Research Center «Kurchatov Institute» – VIAM.
17 Radio str., Moscow, 105005, Russia
e-mail: kara4ev@viam.ru
https://orcid.org/0000–0001–9541–932X

Sergej G. Eroshkin – Head of Laboratory, National Research Center «Kurchatov Institute» – VIAM.
17 Radio str., Moscow, 105005, Russia
https://orcid.org/0000-0003-3617-8719

Aleksei N. Mosolov – Lead Engineer, National Research Center «Kurchatov Institute» – VIAM.
17 Radio str., Moscow, 105005, Russia

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Научная статья
УДК
https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-1-51-67

Современное состояние метрологического обеспечения испытаний на статическое растяжение

В. В. Толмачев, И. Н. Матвеева

УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
Екатеринбург, Россия
sertif@uniim.ru

Аннотация. В статье представлен обзор и сопоставление требований международного стандарта ISO 6892-1:2019 «Metallic materials – Tensile testing – Part 1: Method of test at room temperature» и межгосударственного стандарта ГОСТ 1497-84 «Металлы. Методы испытаний на растяжение», устанавливающих метод измерений механических свойств металлов при статическом растяжении.
В ходе исследования проведен сравнительный анализ требований к метрологическому обеспечению испытаний на статическое растяжение для параметров, оказывающих влияние на результаты измерений механических свойств, в том числе условий испытаний. Выделены основные проблемы применения ГОСТ 1497-84, требующие его гармонизации с международным стандартом ISO 6892-1:2019 и совершенствования системы метрологического обеспечения испытаний на статическое растяжение в РФ. Рассмотрена схема обеспечения метрологической прослеживаемости результатов измерений механических свойств при испытании на статическое растяжение к первичной референтной методике измерений, требующая разработки стандартных образцов для различных объектов испытаний.
Авторы считают, что предложенный системный подход обеспечения единства измерений характеристик механических свойств, с использованием первичной референтной методики в качестве основы для сравнения, позволит лабораториям обеспечить достоверность результатов измерений механических свойств, с учетом не только показателей промежуточной прецизионности, но и показателей правильности.

Ключевые слова: механические свойства, статическое растяжение, метрологическая прослеживаемость, метрологическое обеспечение, первичная референтная методика, стандартный образец

Используемые сокращения: СО – стандартный образец, СКО – среднеквадратичное отклонение.

Ссылка при цитировании: Толмачев В. В., Матвеева И. Н. Современное состояние метрологического обеспечения испытаний на статическое растяжение // Эталоны. Стандартные образцы. 2022. Т. 18, № 1. С. 51–67. https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-1-51-67

Статья поступила в редакцию 27.01.2022; одобрена после рецензирования 14.02.2022; принята к публикации 15.03.2022.

MODERN METHODS OF ANALYZING SUBSTANCES AND MATERIALS

Research Article

The current state of metrological support for static tension

Vladimir V. Tolmachev, Ilona N. Matveeva ✉

UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology
Ekaterinburg, Russia
✉ sertif@uniim.ru

Abstract. The article presents a review and comparison of the requirements of the International Standard ISO 6892-1:2019 and the Interstate Standard GOST 1497-84 establishing a method for measuring the mechanical properties of metals under static tension.

A comparative analysis of the requirements for metrological support of static tension tests for parameters that affect the measuring results of mechanical properties, including test conditions, was carried out.

The main problems of applying GOST 1497-84 are highlighted, which require its harmonization with the International Standard ISO 6892-1:2019 and improvement of the metrological support system for static tension tests in the Russian Federation.

The scheme for ensuring the metrological traceability during static tension testing of the measuring results of mechanical properties to the primary reference measurement procedure, which requires the development of certified reference materials (CRMs) for various test units, was considered.

The authors believe that the proposed systematic approach to ensuring the uniformity of measurements of the characteristics of mechanical properties, using the primary reference methodology as a basis for comparison, will allow laboratories to ensure the reliability of the measuring results of mechanical properties, using not only intermediate precision measures, but also the correctness.

Keywords: mechanical properties, static tension, metrological traceability, metrological support, primary reference procedure, reference material

Abbreviations used in the article: RM – reference material, SD – standard deviation.

For citation: Tolmachev V. V., Matveeva I. N. The current state of metrological support for static tension tests. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2022;18(1): 51–67. https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-1-51-67 (In Russ.).

The article was submitted 27.01.2022; approved after reviewing 14.02.2022; accepted for publication 15.03.2022.

Введение

Испытание на статическое растяжение применяется для определения важнейших механических свойств конструкционных материалов: упругости, пластичности и прочности [1, 2]. Упругие свойства материала характеризуют модулем упругости, свойство пластичности характеризуют величинами «относительное удлинение» и «относительное сужение», прочность характеризуют пределом прочности (временным сопротивлением) и одним из пределов текучести в зависимости от материала. Искомые характеристики материала определяют путем приложения растягивающего усилия к изготовленным из материала пропорциональным образцам до их разрушения. Результаты зависят от измеренных значений усилия в ключевых точках диаграммы деформации, форм-фактора образца (вида продукции), линейных размеров образца до и после разрушения, скорости растяжения, температуры образца, оператора и (или) алгоритмов вычисления характеристик.

Для иллюстрации совместного влияния факторов, связанных с выполнением требований достоверности и воспроизводимости результатов испытаний

на статическое растяжение, в [3] вводится понятие «доверительная область». На рис. 1 [3] представлена доверительная область, иллюстрирующая то, что при измерениях и испытании необходимо обеспечить надежную прослеживаемость как применяемого усилия, так и результирующего измеряемого эффекта, а также любых других величин, которые могут повлиять на конечный результат. На конечный результат могут повлиять методика измерения, температура и состояние образца. Важно понимать, что различия в результатах измерений часто будут включать неоднородность материала, а также неопределенности, связанные с методом испытаний или изменчивостью оператора. Все неопределенности должны быть приняты во внимание в бюджете неопределенности.

Целью настоящего исследования является сравнение метрологических аспектов обеспечения достоверности и воспроизводимости результатов испытаний, заложенных в межгосударственном стандарте ГОСТ 1497–84 и международном стандарте ISO 6892–1:2019 и обсуждение возможной основы для сравнения результатов испытаний на статическое растяжение для применения в России.

Ключевые различия в методах испытаний на статическое растяжение по ГОСТ 1497-84 и ISO 6892-1:2019

Межгосударственный стандарт ГОСТ 1497-84, утвержденный и введенный в действие постановлением Государственного комитета СССР по стандартам в 1984 г., учитывал требования международного стандарта ISO 6892:1984 по сущности метода, проведению испытаний и обработке результатов испытаний металлов и изделий из них наименьшим размером в поперечном сечении 3,0 мм и более. За 38 лет международный стандарт ISO 6892 пересматривался 4 раза: в 1998, 2009, 2016 и 2019 гг., в него был внесено множество изменений с целью повышения достоверности результатов испытаний, основанных на проведенных научных исследованиях, межлабораторных сравнительных испытаниях. Однако данные изменения не вносились в ГОСТ 1497-84. Таким образом, в настоящее время Россия и страны СНГ фактически проводят определение механических свойств металлов при статическом растяжении по методу, отличающемуся от установленного международным стандартом ISO 6892-1:2019.

Рис. 1. Доверительная область измерений при испытании для определения свойств материала [3]
Fig. 1. The confidence measurement interval during testing to determine the material properties [3]

Подготовка к испытанию

Международный стандарт ISO 6892-1:2019 предусматривает, что датчик измерения усилия должен быть обнулен после присоединения испытательных захватов, но до фактического захвата испытуемого образца с обоих концов. После установки нулевой точки датчика силы система измерения усилия никоим образом не должна изменяться во время испытания.

Разработчики ISO 6892-1:2019 считают, что использование этого метода гарантирует, что, с одной стороны, вес испытательного захвата не влияет на измеряемое усилие, а с другой стороны, любое усилие, возникающее в результате операции зажима, не будет влиять на результат испытания.

В стандарте ISO 6892-1:2019 предусмотрено указание, что испытательные образцы должны быть закреплены с помощью захватов, соответствующих типу образцов, например, клиновых захватов, резьбовых захватов, параллельных поверхностей губок или плечевых держателей.

Оператор должен обеспечить, чтобы испытываемый образец был соосен прикладываемому усилию для минимизации изгиба. Это особенно важно при испытании хрупких материалов или при определении предела текучести условного с допуском на величину остаточной деформации (пластическое растяжение), предела текучести условного с допуском на величину полной деформации (общее растяжение) или предела текучести (физического).

Стандарт ISO 6892-1:2019 рекомендует для обеспечения выравнивания испытуемого образца и устройства захвата приложить предварительное усилие при условии, что оно не превышает значения, соответствующего 5 % от заданного или ожидаемого предела текучести. Следует провести коррекцию по удлинению, чтобы учесть влияние предварительного усилия, т. е. экстензометр должен быть установлен на образец или обнулен после приложения предварительного усилия. ГОСТ 1497-84 содержит указание о моменте установки тензометра только в подп. 4.1 и 4.3, которые касаются определения предела пропорциональности и модуля упругости соответственно. Тензометр или измеритель деформации устанавливают на образец после приложения к нему начального усилия, соответствующего напряжению, равному 5–10 % от предполагаемого предела пропорциональности.

В п. 8.3 ISO 6892-1:2019 рекомендуется, чтобы длина базы экстензометра Le охватывала как можно больше рабочую длину испытуемого образца. Как минимум размер Le должен быть больше 0,5 расчетной длины образца, но меньше 0,9 рабочей длины образца. Это должно гарантировать, что экстензометр обнаружит все события текучести, которые происходят в испытуемом образце. Кроме того, для измерения параметров «при достижении» или «после достижения» максимального усилия размер Le должен быть приблизительно равен расчетной длине образца. ГОСТ 1497-84 содержит примечание к п. 3.2, устанавливающее, что если для определения относительного удлинения после разрыва применяется тензометр, то начальная расчетная длина по тензометру Le должна быть равна начальной расчетной длине образца.

Согласно разделу 7 ISO 6892-1:2019, размеры испытуемого образца должны быть измерены минимум в трех поперечных сечениях, перпендикулярных продольной оси, в центральной области рабочей длины испытуемого образца. Начальная площадь поперечного сечения представляет собой среднюю площадь поперечного сечения и должна быть рассчитана на основе измерений соответствующих размеров. Согласно п. 3.2 ГОСТ 1497-84, измерение размеров образцов до испытания проводят не менее, чем в трех местах: в средней части и на границах рабочей длины. За начальную площадь поперечного сечения образца в его рабочей части принимают наименьшее из полученных значений на основании произведенных измерений.

Условия испытаний

Важным фактором, влияющим на достоверность результатов испытаний, является скорость воздействия на образец с целью его деформации [4, 5]. Стандарт ISO 6892-1:2019 предусматривает воздействие на образец либо способом «A1», либо способом «A2», либо способом «B» в зависимости от возможностей разрывной машины. Способ «A1» предназначен для воздействия с возможностью управлять скоростью деформации с использованием канала обратной связи от экстензометра. Способ «A2» используется, если канал обратной связи отсутствует; скорость движения траверсы задается формулой:

$$v_c = l \cdot \dot{e}_L,$$

где $\dot{e}_L$ – скорость деформирования рабочей длины образца,

l – рабочая длина образца.

Считается, что способы воздействия на образец «A1» и «A2» обеспечивают лучшее практическое применение метода и более сопоставимые результаты [6]. В ISO 6892-1:2019 предполагается, что если имеющаяся в наличии испытательная машина не может

реализовать способ воздействия «А1», то использование способа воздействия «А2» с фиксированной скоростью траверсы обеспечит минимальную изменчивость результатов и повысит сопоставимость.

Целью способа воздействия «В» является задание скорости перемещения траверсы, соответствующей величине изменения напряжения в единицу времени (скорость нагружения) в области упругости, а не поддержание постоянной скорости нагружения или регулирование скорости нагружения с помощью управления усилием с замкнутым контуром при определении характеристик текучести. Когда испытываемый образец достигает эффекта текучести, скорость напряжения уменьшается и может даже стать отрицательной в случае образца с прерывистой текучестью. Попытка поддерживать постоянную скорость напряжения в процессе текучести образца требует, чтобы испытательная машина работала на чрезвычайно высоких скоростях, и в большинстве случаев это невозможно и нежелательно. Способ воздействия «В» остался из предыдущих версий стандарта ISO 6892-1:2019 и необходим в случае, если разрывная машина не может обеспечить требуемую скорость деформирования.

Сравнение рекомендуемых стандартами ГОСТ 1497-84 и ISO 6892-1:2019 способов воздействия на образец приведено в табл. 1. Очевидно, что основным способом воздействия на образец при статическом растяжении по ГОСТ 1497-84 является способ воздействия «В», который был характерен для аналоговых разрывных машин. Особенностью способов «А1» и «А2» является не только нормирование скоростей испытаний в более узком диапазоне, чем это предусмотрено способом «В», но и установление двух-трех альтернативных скоростей испытаний, одна из которых является рекомендуемой. Рекомендуемые стандартом ISO 6892-1:2019 скорости испытания выделены в таблице жирным шрифтом. Следует отметить, что рекомендуемая ISO 6892-1:2019 скорость испытания 0,00025 $с^{-1}$ для ГОСТ 1497-84 является нижним пределом допускаемого диапазона скоростей и практически не используется в повседневных испытаниях в лабораториях, т. к. испытания одного образца на данной скорости деформирования длятся 30–40 минут.

Цифровизация разрывных машин

Межгосударственный стандарт ГОСТ 1497-84 разработан без учета требований к цифровизации

Таблица 1. Рекомендуемые скорости испытания для определения прочностных характеристик металлов при статическом растяжении различными способами

Table 1. Recommended test speeds for determining the strength characteristics of metals under static tension by various methods

Измеряемая величина	Скорость нагружения, Н/(мм²·с)		Скорость деформирования, $с^{-1}$			
	ГОСТ 1497	ISO 6892-1 метод В	ГОСТ 1497	ISO 6892-1 метод А1	ISO 6892-1 метод А2	ISO 6892-1 метод В
Предел текучести верхний	от 3 до 30	от 6 до 60	–	0,00007±20 % или 0,00025±20 %	–	(от 0,00025 до 0,000025)[1]
Предел текучести нижний (физический)	(от 3 до 30)[2]	–	от 0,00025 до 0,000025	–	0,00025±20 % или 0,002±20 %	от 0,00025 до 0,000025
Предел текучести условный	от 3 до 30	–	–	0,00007±20 % или 0,00025±20 %	–	не более 0,0025
Временное сопротивление	–	–	0,0083	–	0,00025±20 % или 0,002±20 % или 0,0067±20 %	не более 0,008

[1] Если предел текучести верхний и предел текучести нижний определяют по одному графику.
[2] Если скорость деформирования не может быть обеспечена разрывной машиной.

измерительных процессов при испытании на растяжение, обусловленные применением разрывных машин с компьютерным управлением [7, 8]. Приложение A ISO 6892-1:2019 содержит рекомендации по использованию разрывных машин с компьютерным управлением, в том числе рекомендации, которые следует учитывать при разработке программного обеспечения и условий испытаний. Эти рекомендации касаются требований к конструкции, программному обеспечению машины и его валидации, а также правила обработки информации при испытании на растяжение для основных показателей.

Полоса пропускания каждого из измерительных каналов и частота дискретизации данных должны быть достаточными для регистрации изменчивости характеристик материала, подлежащих измерению. Например, для определения верхнего предела текучести для определения минимальной частоты дискретизации f_{min} стандарт ISO 6892-1:2019 рекомендует использовать формулу:

$$f_{min} = \frac{\dot{e} \cdot E}{\sigma_{\text{ТВ}} \cdot q},$$

где $\dot{e}$ – скорость деформации, с$^{-1}$;

E – модуль упругости, Н/мм^2;

$\sigma_{\text{ТВ}}$ – верхний предел текучести, Н/мм^2;

q – относительная погрешность измерения усилия испытательной машины, %.

Определение модуля упругости

Приложение G ISO 6892-1:2019 содержит переработанную по сравнению с ГОСТ 1497-84 методику определения модуля упругости на основе работ [9–14].

Так как для определения условного предела текучести испытуемого материала оба стандарта предусматривают построение прямой линии с заданным смещением, параллельным линейной области кривой напряжения-деформации, то большинство пользователей обычно предполагают, что наклон линейной упругой области кривой напряжения-деформации соответствует модулю упругости испытуемого материала, поскольку модуль упругости E определяется соотношением E = напряжение/деформация. Однако экстензометр класса 1, необходимый для испытания на статическое растяжение, недостаточно точен для измерения очень малых деформаций в области упругости для получения значений модуля с приемлемым уровнем неопределенности.

Точность экстензометра должна соответствовать классу точности 0,5 по ISO 9513:2012 в диапазоне упругости. Деформация должна измеряться на противоположных сторонах испытательного образца. ISO 6892-1:2019 рекомендует использовать экстензометр с большой базой (например, равной 50 мм). Разрешение измерительных систем усилия и деформации должно быть достаточным для получения не менее 50 различных дискретных измеренных значений в диапазоне оценки, в отличие от 5–12 точек по ГОСТ 1497-84.

Метрологическое обеспечение измерений при испытании на статическое растяжение

Требования к метрологическому обеспечению измерений площади поперечного сечения содержатся в п. 3.1 ГОСТ 1497-84. Для определения начальной площади поперечного сечения необходимые геометрические размеры образцов измеряют с погрешностью не более ±0,5 %.

Аналогичное требование содержит международный стандарт ISO 6892-1:2019. Средства измерения, используемые для определения исходной площади поперечного сечения, должны быть откалиброваны с учетом соответствующих стандартов с обеспечением прослеживаемости в национальной системе измерений. Измерительное устройство должно быть способно гарантировать точность измеренных данных более ±0,5 % от измеренного значения.

Метрологическое обеспечение измерений деформации сформулировано как требования к метрологическим характеристикам тензометров в п. 2.3 ГОСТ 1497-84. При определении предела пропорциональности и пределов текучести условных с допусками на величину пластической или полной деформации при нагружении или остаточной деформации при разгружении до 0,1 % относительная цена деления шкалы тензометра не должна превышать 0,005 % от начальной расчетной длины по тензометру; при определении предела текучести условного с допуском на величину деформации от 0,1 до 1 % – не должна превышать 0,05 % от начальной расчетной длины по тензометру.

Стандарт ISO 6892-1:2019 устанавливает требования к метрологическим характеристикам экстензометра в разделе 9. Для определения предела текучести условного (с допуском на величину пластической или полной деформации) используемый экстензометр должен соответствовать стандарту ISO 9513:2012, класс точности 1 или выше, в соответствующем диапазоне. Для других свойств (при деформации более 5 %) может использоваться экстензометр класса точности 2 ISO 9513:2012 в соответствующем диапазоне.

Следует отметить, что в ISO 6892-1:2019 сформулированы более жесткие требования к средствам измерения деформации (класс точности 0,5 по ISO 9513:2012), используемым при определении модуля упругости, чем в ГОСТ 1497-84 (специальные требования отсутствуют).

Согласно п. 2.1 ГОСТ 1497-84, разрывные и универсальные испытательные машины должны соответствовать требованиям ГОСТ 28840-90. Среди нормируемых метрологических характеристик должны быть «предел допускаемой погрешности измерения нагрузки при прямом ходе», «предел допускаемой погрешности измерения деформации (удлинения)», «предел допускаемой погрешности измерения и записи деформации», «предел допускаемой погрешности записи перемещения активного захвата». Сравнительный анализ измеряемых характеристик по ГОСТ 1497-84 и нормируемых метрологических характеристик по ГОСТ 28840-90 позволяет сделать вывод, что показатели «скорость нагружения» / «скорость деформирования» могли остаться не охваченными метрологическим обеспечением разрывных машин. Анализ данных испытаний с целью утверждения типа разрывных и универсальных испытательных машин, представленный в табл. 2, подтверждает это предположение. Характеристика «скорость нагружения» имеется только у одного типа разрывных машин, но у нее отсутствует нормированная погрешность. Характеристика «скорость деформирования» отсутствует у всех машин, вместо нее нормируют разнообразные характеристики «скорость перемещения штока гидроцилиндра», «скорость перемещения подвижной траверсы», «скорость перемещения активного захвата»,– не соответствующие ни ГОСТ 28840-90, ни ГОСТ 1497–84.

Существенным является требование ISO 6892-1:2019, чтобы разрывные машины имели выходы с аналоговыми сигналами, не обработанными программным обеспечением. Если такие выходные данные не предусмотрены, изготовитель машины должен предоставить необработанные цифровые данные с информацией о том, как эти необработанные цифровые данные были получены и обработаны программным обеспечением. Они должны быть указаны в основных единицах измерения СИ, относящихся к усилию, удлинению, движению траверсы, времени и размерам испытуемого образца. Аналогичное требование в ГОСТ 1497-84 относится только к передаче информации машинами с электрическим силоизмерителем на ЭВМ или цифропечатающее устройство.

Как правило, изготовители машин не предоставляют информацию об алгоритмах расчетов механических

Таблица 2. Метрологические характеристики машин для испытания металлов на растяжение утвержденных типов

Table 2. Metrological characteristics of approved types of metal tensile testing machines

Утвержденные типы разрывных машин (Изготовитель, страна, рег. номер, организация-испытатель типа)	**Наименование измеряемой характеристики согласно методу измерений по ГОСТ 1497-84**			**Нормируемая характеристика разрывной машины по ГОСТ 28840-90**
	Усилие	**Скорость нагружения / скорость деформирования**	**Деформация**	**Запись перемещения активного захвата**
	Наименование метрологической характеристики согласно описанию типа разрывной машины, диапазон значений, погрешность			
«ZwickRoell GmbH & Co. KG», Германия	Сила от 1 до 3000 кН	Скорость перемещения штока гидроцилиндра от 0,1 до 500,0 мм/мин	Удлинение (по датчику деформации) от 0,5 до 1000,0 мм	Перемещение штока гидроцилиндра от 50 до 1000 мм
67805–17 ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»	Пределы допускаемой относительной погрешности ±0,5 %	Пределы допускаемой относительной погрешности ±1 %	Пределы допускаемой абсолютной погрешности ±3 мкм (в диапазоне от 0,02 до 0,30 мм) ±1 мкм (в диапазоне св. 0,30 мм)	Пределы допускаемой относительной погрешности ±1 %

Продолжение табл. 2
Continuation of Tabl. 2

Утвержденные типы разрывных машин (Изготовитель, страна, рег. номер, организация-испытатель типа)	Наименование измеряемой характеристики согласно методу измерений по ГОСТ 1497–84			Нормируемая характеристика разрывной машины по ГОСТ 28840–90
	Усилие	Скорость нагружения / скорость деформирования	Деформация	Запись перемещения активного захвата
	Наименование метрологической характеристики согласно описанию типа разрывной машины, диапазон значений, погрешность			
Фирма «MTS Systems (China) Co., Ltd.», Китай 68869-17 ООО «ТестИнТех»	Сила от 3 до 2000 кН Пределы допускаемой относительной погрешности ±0,5 %	–	–	Перемещение от 0 до 815 мм Пределы допускаемой абсолютной погрешности ±0,1 мм (в диапазоне от 0 до 10 мм) Пределы допускаемой относительной погрешности ±1 % мм (в диапазоне св. 10 мм)
ООО «Метротест» 69898-17 ФБУ «Ростест-Москва»	Сила от 2 до 1000 кН Пределы допускаемой относительной погрешности ±0,5 % / ±1 %	–	–	Перемещение от 2 до 75 мм Пределы допускаемой относительной погрешности ±1 %
ООО «Тестсистемы» 72200–18 ФГУП «УНИИМ»	Нагрузка от 0 до 100 кН (сила от 0 до 100000 Н) Пределы допускаемой относительной погрешности ±1 %	–	Деформация (по экстензометру) ±900,000 мкм Пределы допускаемой относительной погрешности ±1 % База измерения 10, 25, 50 мм	Перемещение подвижной траверсы от 0,02 до 150,00 мм Пределы допускаемой абсолютной погрешности ±0,02 мм (в диапазоне от 0,02 до 2 мм) Пределы допускаемой относительной погрешности ±1 % (в диапазоне св. 1 мм)

Продолжение табл. 2
Continuation of Tabl. 2

Утвержденные типы разрывных машин (Изготовитель, страна, рег. номер, организация-испытатель типа)	Наименование измеряемой характеристики согласно методу измерений по ГОСТ 1497–84			Нормируемая характеристика разрывной машины по ГОСТ 28840–90
	Усилие	Скорость нагружения / скорость деформирования	Деформация	Запись перемещения активного захвата
	Наименование метрологической характеристики согласно описанию типа разрывной машины, диапазон значений, погрешность			
«Instron, A Division of Illinois Tool Works, Inc.», США 56404–14 ФГУП «УНИИМ»	Сила от 0 до 100 кН Пределы допускаемой относительной погрешности ±1 %	Скорость перемещения подвижной траверсы до 500 мм/мин Пределы допускаемой относительной погрешности ±1 %	–	–
«Instron – division of Illinois Tool Works «Inc.», США 81645–21	Сила От 0,6 до 2000 кН Пределы допускаемой относительной погрешности ±0,5 %	–	–	Перемещение подвижной траверсы от 0 до 610 мм Пределы допускаемой абсолютной погрешности ±0,13 мм (в диапазоне от 0 до 26 мм) Пределы допускаемой относительной погрешности ±0,5 % (в диапазоне св. 26 мм)
ООО «ГОСТ», Россия 82572–21	Сила от 0,01 до 2000 кН Пределы допускаемой относительной погрешности ±1 %	Скорость перемещения подвижной траверсы от 0,001 до 1500 мм/мин Пределы допускаемой абсолютной погрешности ±0,01 мм/мин	Перемещение (деформация) от -10 до 3000 мм Пределы допускаемой абсолютной погрешности ±0,01 мм (в диапазоне от 0 до 25 мм) Пределы допускаемой относительной погрешности ±0,1 % (в диапазоне св. 25 мм)	Перемещение подвижной траверсы от 0 до 3000 мм Пределы допускаемой абсолютной погрешности ±0,01 мм (в диапазоне от 0 до 25 мм) Пределы допускаемой относительной погрешности ±0,1 % (в диапазоне св. 25 мм)

Продолжение табл. 2
Continuation of Tabl. 2

Утвержденные типы разрывных машин (Изготовитель, страна, рег. номер, организация-испытатель типа)	Наименование измеряемой характеристики согласно методу измерений по ГОСТ 1497–84			Нормируемая характеристика разрывной машины по ГОСТ 28840–90
	Усилие	Скорость нагружения / скорость деформирования	Деформация	Запись перемещения активного захвата
	Наименование метрологической характеристики согласно описанию типа разрывной машины, диапазон значений, погрешность			
ФГУП «Точмашприбор», Россия 16610–97 ФГУ «Краснодарский ЦСМ»	Нагрузка до 1000 кН Пределы допускаемой относительной погрешности ±1 %	Скорость перемещения активного захвата от 3 до 100 мм/мин Скорость нагружения от 1 до 100 кН/с	–	Перемещение активного захвата от 0,1 до 340 мм Пределы допускаемой абсолютной погрешности ±0,03 мм (в диапазоне от 0,1 до 1,5 мм) Пределы допускаемой относительной погрешности ±2 % (в диапазоне св. 1,5 мм)
ООО «МАШПЛАСТ», Россия 41946–09 ФГУ «Ростест-Москва»	Нагрузка от 1 до 1000 Н Пределы допускаемой относительной погрешности ±1 %	Скорость активной траверсы от 0,01 до 500 мм/мин Пределы допускаемой абсолютной погрешности ±0,1 мм/мин	–	Перемещение подвижной траверсы (деформация) от 0,1 до 1200 мм Пределы допускаемой относительной погрешности ±2 %
АО «Точприбор», Россия 71168–18 ФБУ «Ивановский ЦСМ»	Сила от 2 до 100 кН Пределы допускаемой относительной погрешности ±2 % / ±1 %	Скорость перемещения активного захвата от 0,01 до 200,00 мм/мин Пределы допускаемой относительной погрешности: ±20 % (в диапазоне от 0,5 до 1 мм/мин) ±5 % (в диапазоне св.1 до 5 мм/мин) ±1 % (в диапазоне св.5 до 50 мм/мин)	–	Перемещение активного захвата от 0,5 до 500 мм Пределы допускаемой абсолютной погрешности: ±0,1 мм (в диапазоне от 0,5 до 10 мм) ±0,3 мм (в диапазоне св. 10 мм)

Окончание табл. 2
End of Table 2

Утвержденные типы разрывных машин (Изготовитель, страна, рег. номер, организация-испытатель типа)	Наименование измеряемой характеристики согласно методу измерений по ГОСТ 1497-84			Нормируемая характеристика разрывной машины по ГОСТ 28840-90
	Усилие	Скорость нагружения / скорость деформирования	Деформация	Запись перемещения активного захвата
	Наименование метрологической характеристики согласно описанию типа разрывной машины, диапазон значений, погрешность			
ООО «ИТС», Россия 40156–08 ФГУ «Ивановский ЦСМ»	Нагрузка от 0,5 до 500 Н Пределы допускаемой относительной погрешности ±1 %	Скорость активной траверсы от 7,5 до 250 мм/мин Пределы допускаемой относительной погрешности ±5 %	–	Перемещение подвижной траверсы не менее 530 мм Пределы допускаемой абсолютной погрешности: ±0,1 мм (в диапазоне от 0 до 10 мм) ±0,5 мм (в диапазоне св. 10 мм)

свойств материалов (упругости, пластичности и прочности), поэтому ISO 6892–1:2019 рекомендует проводить процедуру проверки программного обеспечения для определения свойств при растяжении.

Эффективность алгоритмов, используемых встроенным программным обеспечением машины для определения различных характеристик материалов, ISO 6892–1:2019 рекомендует проверять: путем сравнения с результатами, полученными традиционным способом путем построения или расчета на основе графиков аналоговых или цифровых данных.

Если различия между средними значениями, определенными программным обеспечением, и значениями, определенными вручную на пяти аналогичных испытанных образцах, для каждого соответствующего свойства находится в пределах, указанных в табл. 3, то можно быть уверенным в достоверности обработки программным обеспечением машины.

Таблица 3. Максимально допустимые расхождения между результатами, полученными с помощью программного обеспечения, и результатами, полученными вручную
Table 3. Maximum permissible discrepancies between software and manual results

Характеристика материала	Среднее значение		Стандартное отклонение	
	Допускаемое относительная погрешность, %	Допускаемая абсолютная погрешность, Н/мм²	Допускаемая относительная погрешность, %	Допускаемая абсолютная погрешность, Н/мм²
Условный предел текучести с допуском 0,2 % на величину пластической деформации	≤0,5	2	≤0,35	2
Верхний предел текучести	≤1	4	≤0,35	2
Нижний предел текучести	≤0,5	2	≤0,35	2
Временное сопротивление	≤0,5	2	≤0,35	2

Результаты межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ)

Типичный разброс результатов испытаний на растяжение для различных материалов, о которых сообщалось во время МСИ, которые включают как неоднородность материалов, так и погрешность измерений, приведены в приложении L стандарта ISO 6892-1:2019. Уральский научно-исследовательский институт метрологии проводил раунды МСИ в 2017–2021 гг. по ГОСТ 1497-84, ГОСТ 10006-80, ГОСТ 10446-80. Обработанные результаты проведенных раундов представлены на рис. 2–5.

Результаты воспроизводимости на графиках выражены в процентах, рассчитанных путем умножения на 2 стандартного отклонения (СКО) соответствующего параметра, например, и деления результата на среднее значение параметра, тем самым давая значения воспроизводимости, которые представляют 95 %-ный уровень достоверности в соответствии с рекомендациями, приведенными в ГОСТ 34100.3-2017, и которые могут быть непосредственно сопоставлены с расширенными значениями неопределенности, рассчитанными альтернативными методами. Сравнение результатов, приведенных в ISO 6892–1:2019 и на рис. 2–5 (ГОСТ 1497-84) позволяет сделать вывод о похожести результатов по показателям $\sigma_в$, ψ и большем разбросе результатов по показателю $\sigma_{0,2}$, δ, что можно объяснить большей неопределенностью, связанной с алгоритмом расчета $\sigma_{0,2}$, отсутствием процедуры верификации программного обеспечения разрывных машин в большинстве лабораторий РФ.

Обсуждение и заключение

Схема метода проведения испытаний на статическое растяжение по ГОСТ 1497-84 или ISO 6892-1:2019 для определения механических характеристик технического объекта приведена на рис. 6 с указанием необходимых прямых измерений [3].

Рис. 2. Результаты раундов МСИ по показателю «временное сопротивление» ($\sigma_в$)

Fig. 2. The results of rounds of interlaboratory comparisons (ILCs) for the «tensile strength» ($\sigma_в$)

Рис. 3. Результаты раундов МСИ по показателю «предел текучести» ($\sigma_{0,2}$)

Fig. 3. The results of rounds of interlaboratory comparisons (ILCs) for the «yield strength» ($\sigma_{0,2}$)

Рис. 4. Результаты раундов МСИ по показателю «относительное удлинение» (δ)

Fig. 4. The results of rounds of interlaboratory comparisons (ILCs) for the «percentage elongation after fracture» (δ)

Рис. 5. Результаты раундов МСИ по показателю «относительное сужение» (ψ)

Fig. 5. The results of rounds of interlaboratory comparisons (ILCs) for the «percentage reduction of area» (ψ)

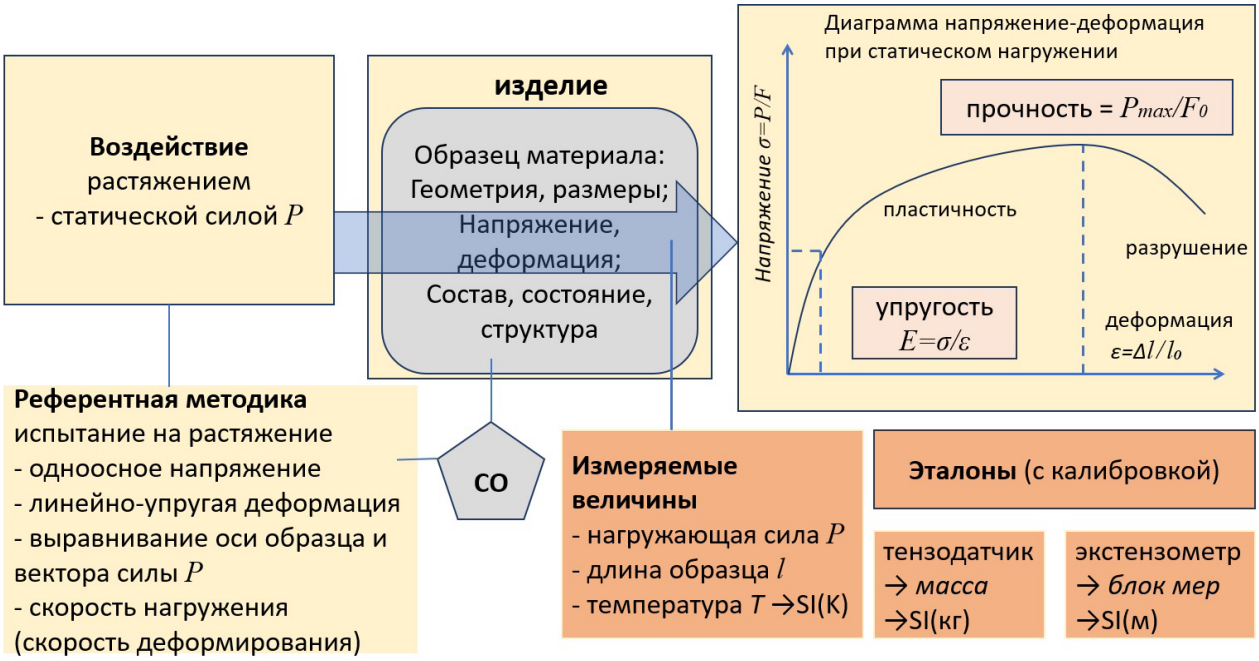


Рис. 6. Комбинация измерений и испытания для определения механических характеристик изделия

Fig. 6. A combination of measurements and tests to determine the mechanical characteristics of the product

Известно, что механические свойства материалов характеризуют реакцию образца материала на нагрузку. Механическое нагружающее воздействие на материалы для инженерных целей классифицируют как растяжение, сжатие, изгиб, сдвиг или кручение, которые могут быть статическими или динамическими. Кроме того, при нагружении могут возникать термомеханические эффекты. Испытание для определения механических свойств состоит из измерения механического напряжения при нагружении (сила/площадь поперечного сечения) и измерения соответствующего отклика материалов (деформация, удлинение) для построения кривой вида «напряжение–деформация». Режимы нагружения и точки данных характеризуют механическое поведение материалов.

Рассмотрим, например, свойство упругости, которая является важной характеристикой любого проектируемого оборудования. Модуль упругости (E) описывает отношение между напряженным состоянием материала (σ), и деформационным (ε) откликом материала или наоборот. Если при испытании используется экстензометр, то воздействие принимает форму приложенной нагрузки, а измеряемый эффект – это удлинение образца. Прослеживаемость к единице механического напряжения должна обеспечиваться измерением усилия с помощью калиброванного тензодатчика и измерением площади поперечного сечения образца с помощью калиброванного микрометра, в то время как прослеживаемость деформации обеспечивается путем измерения изменения длины от первоначально измеренной опорной длины, обычно с помощью калиброванного тензодатчика. Однако этого недостаточно для обеспечения правильности результата, если не использовать на идентично подготовленных образцах референтную методику испытаний или сертифицированный стандартный образец (референтный материал).

Чтобы убедиться в этом, следует разделить метрологические и методические аспекты испытания:

• метрологически для определения характеристик прочности (временное сопротивление, предел текучести, относительное удлинение) измеряемыми величинами являются усилие (P), площадь поперечного сечения (F) и изменение длины (l) образца, причем все это при нормальной температуре (T);

• методически на механические характеристики, определяемые по диаграмме «напряжение-деформация», оказывают влияние по меньшей мере следующие группы параметров, которые должны быть соотнесены с соответствующими основами для сравнения:

– технология изготовления объекта, от которой зависит химическая и физическая природа объекта: химический состав, состояние и свойства, связанные

со структурой, такие как кристаллографические эффекты памяти формы; размер зерен (мелкий/крупный), упрочняющая обработка и др.;

– величина механического нагружения и зависимость от величины деформации: упругая зона, зона текучести, зона пластичности;

– вид временной зависимости режима испытания (используется скорость нагружения или скорость деформирования, важна ее величина).

Поэтому представляется логичным в качестве основы для сравнения выбрать первичную референтную методику, разработанную на основе гармонизированного ГОСТ 1497-84 (со стандартом ISO 6892-1:2019), которая измеряет механические свойства с максимально возможной точностью для разных типов образцов, различающихся технологией изготовления: проволоки, сегментов труб, проката сортового и листового, тонких листов и лент. Единицу механических напряжений $\sigma_в$, $\sigma_{0,2}$ передавать методикам ГОСТ 10006-80, ГОСТ 11701-84, ГОСТ 10446-80, ГОСТ 1497-84, использующимся в испытательных лабораториях, с помощью стандартных образцов утвержденного типа для материала соответствующей технологии изготовления. Предлагаемая схема обеспечения метрологической прослеживаемости результатов испытаний на одноосное статическое растяжение приведена на рис. 7.

Использование стандартных образцов характеристик механических свойств утвержденного типа обеспечит метрологическую прослеживаемость результатов измерений характеристик механических свойств к референтной методике измерений как к основе для сравнения и позволит обеспечить достоверность результатов измерений механических свойств с учетом не только показателей промежуточной прецизионности, но и показателей правильности при аттестации методик измерений механических свойств, применяемых в лабораториях при установленных значениях влияющих параметров. Разработанные УНИИМ – филиалом ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» в 2021 г. методики измерений МИ 222-581-2021, МИ 222-583-2021, МИ 222-584-2021 были аттестованы только на основе показателей промежуточной прецизионности в связи с отсутствием соответствующих стандартных образцов для оценки показателей правильности.

В рамках предложенного подхода разработан и утвержден тип стандартного образца механических свойств стали марки 20 – ГСО 11854-2021, предназначенный для обеспечения прослеживаемости результатов испытаний на статическое растяжение сортового проката.

Благодарности: авторы выражают благодарность инженеру лаборатории 265 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» Ченцовой Юлии

Рис. 7. Схема обеспечения метрологической прослеживаемости результатов испытаний на одноосное статическое растяжение

Fig. 7. The scheme for ensuring the metrological traceability of the results of tests for static uniaxial tension

Сергеевне за предоставленные отчеты МСИ; инженеру лаборатории 265 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» Забелиной Анастасии Андреевне за проведенные расчеты.

Acknowledgments: The authors express their gratitude to the engineer of the laboratory 265 of the UNIIM Julia S. Chentsova for the results of interlaboratory experiments; the engineer of the laboratory 265 of the UNIIM Anastasia A. Zabelina for the calculations.

Вклад соавторов: Толмачев В. В. – разработка концепции исследования, проведение исследовательских работ, осуществление формального анализа. Матвеева И. Н. – осуществление формального анализа, создание визуальных материалов.

Author Contribution: V. V. Tolmachev – development of the research concept, research work, formal analysis. I. N. Matveeva – formal analysis, creation of visual materials.

Конфликт интересов: Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Conflict of interest: The authors declare no conflicts of interests.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. *Фридман Я. Б.* Механические свойства металлов. 3-е изд. В 2 ч. М.: Машиностроение, 1974. 471 с.
2. *Бернштейн М. Л., Займовский В. А.* Механические свойства металлов. 2-е изд. М.: Металлургия, 1979. 495 с.
3. *Czichos H., Saito T., Smith L.* Springer Handbook of Metrology and Testing. Berlin: Springer, 2011. 1229 p. https://doi.org/10.1007/978-3-642-16641-9
4. *Aegerter J., Bloching H., Sonne H. M.* Influence of the testing speed on the yield/proof strength – Tensile testing in compliance with EN10002–1 // Materials Testing. 2001. Vol. 43. № 10. P. 393–403.https://doi.org/10.1515/mt-2001–431006
5. *McEnteggart I., Lohr R. D.* Mechanical testing machine criteria // Dyson B. G., Loveday M. S., Gee M. G. Materials metrology and standards for structural performance. London: Chapman & Hall, 1995. P. 19–33. https://doi.org/10.1007/978-94-011-1264-2_2
6. Understanding ISO 6892–1:2016 and the Most Notable Changes // AZO Materials. 25 Jule 2016. URL: https://www.azom.com/article.aspx? ArticleID=13017
7. *Rides M., Lord J.* TENSTAND final report: Computer-controlled tensile testing according to EN10002–1: Results of a comparison test programme to validate a proposal for an amendment of the standard. Teddington: National Physical Laboratory, 2005. 44 p.
8. *Loveday L. J., Rides M. S., McEntaggart M.* TENSTAND WP2 final report: Digital tensile software evaluation: Computer-controlled tensile testing machines validation of European Standard EN10002–1. Teddington: National Physical Laboratory, 2005.
9. Aspects of modulus measurement / G. D. Dean [et all.] // Materials metrology and standards for structural performance. London: Chapman & Hall, 1995. P. 150–209.
10. *Roebuck B., Lord J. D., Cooper P. M., McCartney L. N.* Data Acquisition and Analysis of Tensile Properties for Metal Matrix Composites // Journal of Testing and Evaluation. 1994. № 22. P. 63–69. https://doi.org/10.1520/JTE12634J
11. *Sonne H. M., Hesse B. B.* Determination of Young's modulus on steel sheet by computerized tensile test – Comparison of different evaluation concepts // Proceedings of Werkstoffprüfung [Materials testing]. Berlin: DVM, 1993.
12. *Rides L. J., Loveday M.* Modulus Measurement Methods TENSTAND WP3 Final Report NPL REPORT DEPC MPE, 2005.
13. *Aegerter J., Frenz H., Kühn H.-J., Weissmüller C.* EN ISO 6892–1:2009 Tensile Testing: Initial Experience from the Practical Implementation of the New Standard // Materials Testing. 2011. Vol. 53. № 10. P. 595–603. https://doi.org/10.3139/120.110269
14. *Weissmüller C., Frenz H.* Measurement Uncertainty for the Determination of Young's Modulus on Steel // Materials Testing. 2013. Vol. 55. № 9. P. 643–647.

REFERENCES

1. Friedman J. B. Mechanical properties of metals. 3th ed. In 2 vol. Moscow: Mashinostroenie Publ.; 1974: 471 p. (In Russ.).
2. Bernstein M. L., Zaimovsky V. A. Mechanical properties of metals. 2nd ed. Moscow: Metallurgy Publ.; 1979: 495 p. (In Russ.).
3. Czichos H., Saito T., Smith L. Springer Handbook of Metrology and Testing. Berlin: Springer; 2011. 1229 p. https://doi.org/10.1007/978-3-642-16641-9
4. Aegerter J., Bloching H., Sonne H. M. Influence of the testing speed on the yield/proof strength – Tensile testing in compliance with EN10002–1. *Materials Testing*. 2001;43(10):393–403. https://doi.org/10.1515/mt-2001–431006
5. McEnteggart I., Lohr R. D. Mechanical testing machine criteria. In: Dyson B. G., Loveday M. S., Gee M. G. (eds.) Materials metrology and standards for structural performance. London: Chapman & Hall; 1995. P. 19–33. https://doi.org/10.1007/978-94-011-1264-2_2
6. Understanding ISO 6892–1:2016 and the Most Notable Changes. *AZO Materials*. 25 Jule 2016. Available at: https://www.azom.com/article.aspx? ArticleID=13017
7. Rides M., Lord J. TENSTAND final report: Computer-controlled tensile testing according to EN10002–1: Results of a comparison test programme to validate a proposal for an amendment of the standard. Teddington: National Physical Laboratory; 2005. 44 p.
8. Loveday L. J., Rides M. S., McEntaggart M. TENSTAND WP2 final report: Digital tensile software evaluation: Computer-controlled tensile testing machines validation of European Standard EN10002–1. Teddington: National Physical Laboratory; 2005.

9. Dean G. D., Loveday M. S., Cooper P. M., Read B. E., Roebuck B., Morrell. R. Aspects of modulus measurement. In: *Materials metrology and standards for structural performance*. London: Chapman & Hall; 1995. P. 150–209.
10. Roebuck, B., Lord, J.D., Cooper, P.M., McCartney, L. N. Data Acquisition and Analysis of Tensile Properties for Metal Matrix Composites. *Journal of Testing and Evaluation*. 1994;(22):63–69. https://doi.org/10.1520/JTE12634J
11. Sonne H. M., Hesse B. B. Determination of Young's modulus on steel sheet by computerized tensile test – Comparison of different evaluation concepts. In: Proceedings of Werkstoffprüfung [Materials testing]. Berlin: DVM; 1993.
12. Rides L. J., Loveday M. Modulus Measurement Methods TENSTAND WP3 Final Report NPL REPORT DEPC MPE, 2005.
13. Aegerter J., Frenz H., Kühn H.-J., Weissmüller C. EN ISO 6892–1:2009 Tensile Testing: Initial Experience from the Practical Implementation of the New Standard. *Materials Testing*. 2011;53(10):595–603. https://doi.org/10.3139/120.110269
14. Weissmüller C., Frenz H. Measurement Uncertainty for the Determination of Young's Modulus on Steel. *Materials Testing*. 2013;55(9):643–647.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

ISO 6892–1:2019 Metallic materials – Tensile testing – Part 1: Method of test at room temperature. Available at: https://www.iso.org/ru/standard/78322.html

ISO 9513:2012 Metallic materials – Calibration of extensometer systems used in uniaxial testing. Available at: https://www.iso.org/ru/standard/41619.html

ГОСТ 1497–84 Металлы. Методы испытаний на растяжение = Metals. Methods of tension test: межгосударственный стандарт: утвержден и введен в действие постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 31.03.80 N1464: издание официальное: дата введения 1980.07.01. / разработан и внесен Министерством черной металлургии СССР. Москва: Стандартинформ, 2008. Текст: непосредственный.

ГОСТ 10006–80 (ИСО 6892–84) Трубы металлические. Метод испытания на растяжение = Metal tubes. Tensile test method: межгосударственный стандарт: утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.07.84 N2515: издание официальное: дата введения 1986.01.01. / разработан и внесен Министерством металлургии СССР. Москва: Стандартинформ, 2010. Текст: непосредственный.

ГОСТ 10446–80 (ИСО 6892–84) Проволока. Метод испытания на растяжение = Wire. Tensile test method: межгосударственный стандарт: утвержден и введен в действие Постановлением Государственного Комитета СССР по стандартам от 03.06.80 N2515: издание официальное: дата введения 1982.01.01. / разработан и внесен Министерством металлургии СССР. Москва: Стандартинформ, 2010. Текст: непосредственный.

ГОСТ 11701–84 Металлы. Методы испытаний на растяжение тонких листов и лент = Metals. Methods of tensile testing of thin sheets and strips: межгосударственный стандарт: утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.07.84 N2514: издание официальное: дата введения 1986.01.01. / разработан и внесен Министерством черной металлургии СССР. Москва: Стандартинформ, 1986. Текст: непосредственный.

ГОСТ 28840–90 Машины для испытания материалов на растяжение, сжатие и изгиб. Общие технические требования = Machines for tension, compression and bending testing of materials. General technical requirements: межгосударственный стандарт: утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 29.12.90 N3530: издание официальное: дата введения 1993.01.01. / разработан и внесен Министерством электротехнической промышленности и приборостроения СССР. Москва: Издательство стандартов, 1993. Текст: непосредственный.

ГСО 11854–2021 Стандартный образец механических свойств стали марки 20. Текст: электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. 2021. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1395637

ГЭТ 2–2021 Государственный первичный эталон единицы длины – метра / институт хранитель ВНИИМ им. Д. И. Менделеева. Текст: электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. 2021. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/1387037

ГЭТ 32–2011 Государственный первичный эталон единицы силы / институт хранитель ВНИИМ им. Д. И. Менделеева. Текст: электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. 2021. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397917

МИ 222-581-2021 Методика измерений механических свойств сталей при статическом нагружении: Свидетельство об аттестации № 265.0044/RA.RU.311866/2021 от 26.04.2021 / разработано ООО «ТК «ОМЗ-Ижора», УНИИМ – филиалом ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева». Екатеринбург: УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», 2021. Текст: непосредственный.

МИ 222-583-2021 Методика измерений механических свойств стальных труб при статическом растяжении: Свидетельство об аттестации № 265.0154/RA.RU.311866/2021 от 01.12.2021 / разработано ООО «ТК «ОМЗ-Ижора», УНИИМ – филиалом ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева». Екатеринбург: УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», 2021. Текст: непосредственный.

МИ 222-584-2021 Методика измерений механических свойств тонких стальных листов и лент при статическом растяжении: Свидетельство об аттестации № 265.0156/RA.RU.311866/2021 от 01.12.2021 / разработано ООО «ТК «ОМЗ-Ижора», УНИИМ – филиалом ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева». Екатеринбург: УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», 2021. Текст: непосредственный.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Матвеева Илона Николаевна – научный сотрудник лаборатории менеджмента риска и метрологического обеспечения безопасности технологических систем УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»,
Россия, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: sertif@uniim.ru

Толмачев Владимир Валерьянович – канд. физ-мат. наук, заведующий отделом метрологии механических и геометрических величин и характеристик Уральского научно-исследовательского института метрологии – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».
Россия, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: sertif@uniim.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Ilona N. Matveeva – Researcher, Laboratory for Risk Management and Metrological Safety Assurance of Technological Systems, UNIIM – Affiliated Branch of the D.I. Mendeleyev Institute for Metrology.
4 Krasnoarmeyskaya str., Ekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: sertif@uniim.ru

Vladimir V. Tolmachev – Cand. Sci. (Physical and Mathematical Sciences), Head of the Department of metrology of mechanical and geometric quantities and characteristics, UNIIM – Affiliated Branch of the D.I. Mendeleyev Institute for Metrology.
4 Krasnoarmeyskaya str., Ekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: sertif@uniim.ru

II ВСЕРОССИЙСКАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ УЧАСТНИКОВ ГССО

В апреле 2022 г. в Москве прошла II Всероссийская конференция участников Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов (ГССО). Организатором при поддержке Минпромторга России и Росстандарта выступил ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», реализующий функции научного методического центра ГССО.

Конференция собрала 80 специалистов из 40 организаций-участниц ГССО. В их числе представители государственных научных метрологических институтов и региональных центров метрологии, специалисты предприятий фармацевтической промышленности, учреждений здравоохранения и ветеринарии, центров экологического мониторинга, предприятий сельского хозяйства, черной и цветной металлургии, газовой, химической промышленности, минералогии и др.

Участникам конференции были представлены 14 докладов – в первую очередь, по законодательному обеспечению работы со стандартными образцами в РФ. Представители органов государственной власти, а также производителей стандартных образцов, метрологических институтов на конференции обсудили проблемные

вопросы, совместное решение которых послужит дальнейшему развитию системы обеспечения единства измерений в стране.

Следует отметить, что особое внимание на конференции было уделено вопросу разработки стандартных образцов для фармацевтической промышленности. Это явилось результатом многолетней работы в рамках межведомственного взаимодействия метрологов и специалистов здравоохранения по выработке и пониманию общих подходов к созданию и применению стандартных образцов фармацевтических субстанций. Такие образцы необходимы для сравнения действующих веществ фармпрепаратов из перечня жизненно необходимых и важнейших лекарственных средств (ЖНВЛП) на всех стадиях производства. Создание их базы поможет преодолеть зависимость от импорта стандартных образцов. Благодаря господдержке уже в этом году планируется разработать не менее 300 образцов лекарственных средств из перечня ЖНВЛП.

«Задачи создания и применения стандартных образцов как одной из ключевых составляющих метрологического обеспечения сегодня требуют особого внимания с учетом потребностей промышленного сектора и научной деятельности. В условиях нарастающего санкционного давления необходима мобилизация научных, производственных и регуляторных усилий для принятия своевременных и перспективных решений»,– отметил в приветственном слове к участникам конференции заместитель министра промышленности и торговли РФ Алексей Ученов.

Как отметил руководитель НМЦ ГССО Сергей Медведевских, перед российскими разработчикам и производителями стоит задача не только создания новых отечественных стандартных образцов, но и бесперебойного обеспечения производства уже утвержденных типов. При этом разработчикам, испытателям, производителям стандартных образцов необходимо обеспечить достоверную прослеживаемость до эталонов единиц величин. В то же время важно и далее развивать эталонную базу страны, обеспечивать рабочие эталоны и средства измерения стандартными образцами высшей степени точности.

www.analystscongress.ru

IV СЪЕЗД АНАЛИТИКОВ РОССИИ

25/IX–01/X 2022, г. Москва

К ЮБИЛЕЮ АКАДЕМИКА Ю.А. ЗОЛОТОВА

ПРОГРАММА СЪЕЗДА

1. Конференция «Аналитика России»:
   - *Спектроскопические методы (без рентгеновских)*
   - *Масс-спектрометрические методы*
   - *Электрохимические методы*
   - *Биохимические методы*
   - *Анализ конкретных объектов (без экологических) и определение важнейших аналитов*
   - *Общие вопросы аналитической химии (метрология, хемометрика, наноаналитика, проточный анализ, автоматизация и др.).*
2. Конференция по рентгеновским методам анализа
3. Конференция «Хроматография: теория и аналитическое применение» (к 150-летию со дня рождения М.С. Цвета)
4. Конференция «Экоаналитика»
5. Конференция «Нефть и нефтепродукты как объекты аналитического контроля и научных исследований»
6. Симпозиум по преподаванию аналитической химии и подготовке кадров высшей квалификации
7. Симпозиум по аналитическому приборостроению
8. Симпозиум «Актуальные вопросы качества химического анализа и аккредитации лабораторий»
9. Годичная сессия Научного совета РАН по аналитической химии
10. Круглые столы, выставки приборов и книг, лекции, конкурсы, культурная программа

ОРГКОМИТЕТ СЪЕЗДА

Колотов В.П., д.х.н., чл.-корр. РАН – сопредседатель
Цизин Г.И., д.х.н. – сопредседатель
Шпигун О.А., д.х.н., чл.-корр. РАН– сопредседатель
Широкова В.И., к.х.н. – ученый секретарь
Апяри В.В., д.х.н.
Барановская В.Б., д.х.н.
Большов М.А., д.ф.-м.н.
Буряк А.К, чл.-корр. РАН
Вершинин В.И., д.х.н
Григорович К.В., д.т.н., академик РАН
Дзантиев Б.Б., д.х.н.
Евтюгин Г.А., д.х.н.
Залетина М.М., к.х.н.
Карцова Л.А., д.х.н.
Киселева И.Н., к.х.н.
Кучменко Т.А., д.х.н., профессор РАН
Лосев В.Н., д.х.н.
Майстренко В.Н., д.х.н., чл.-корр. АН РБ
Москвин Л.Н., д.х.н.
Мясоедов Б.Ф., д.х.н., академик РАН
Проскурнин М.А., д.х.н., профессор РАН
Спиваков Б.Я., д.х.н., чл.-корр. РАН
Стожко Н.Ю., д.х.н.
Темердашев З.А., д.х.н.
Филиппов М.Н., д.ф.-м.н.
Хамизов Р.Х., д.х.н.
Шеховцова Т.Н., д.х.н.
Штыков С.Н., д.х.н.

ПРЕЗИДЕНТ СЪЕЗДА – д.х.н., академик РАН Золотов Ю.А.

ПРОГРАММНЫЙ КОМИТЕТ

Золотов Ю.А., д.х.н., академик РАН – председатель
Колотов В.П., д.х.н., чл.-корр. РАН – зам. председателя
Залетина М.М., к.х.н.
Проскурнин М.А., д.х.н., профессор РАН
Филиппов М.Н., д.ф.-м.н.
Цизин Г.И., д.х.н.
Шеховцова Т.Н., д.х.н.
Шпигун О.А., д.х.н., чл.-корр. РА

Научный совет РАН по аналитической химии
Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова
Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН
Ассоциация аналитических центров (ААЦ «Аналитика»)
Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН

КОНТАКТЫ

Широкова Валентина Ивановна:
analystscongress@geokhi.ru
Тел. (495) 939-70-13

ИНФОРМАЦИОННАЯ ПОДДЕРЖКА И КЛЮЧЕВЫЕ ДАТЫ

- *15 февраля 2022 г. – начало регистрации участников съезда и приема тезисов докладов*
- *15 июня 2022 г. – окончание приема тезисов докладов*
- *30 июля 2022 г. – программа съезда*

Регистрация участников и прием тезисов будет проводиться в электронном виде в личном кабинете участника съезда.

Приглашаем Вас и Ваших коллег принять участие в работе съезда!

ПРЕДЛОЖЕНИЯ ДЛЯ КОМПАНИЙ

Если Ваша компания хотела бы стать спонсором четвертого Съезда аналитиков России, принять участие в выставке продукции, оборудования, литературы, выступить с презентацией, разместить информацию и рекламные материалы на страницах сайта съезда, в сборнике материалов съезда, разложить печатные материалы в портфели участников и др. Добро пожаловать!
Предусмотрено несколько уровней спонсорского участия, подразумевающего различный перечень условий. Пожалуйста, обращайтесь в Организационный комитет.

Приглашаем заинтересованные компании принять участие в работе съезда!

Размер оргвзноса составляет 5 тыс. руб.
Для молодых сотрудников – 3 тыс. руб.

Оргвзнос включает расходы на аренду помещений и технических средств, типографские расходы, «портфель участника» и др.

МЕСТО ПРОВЕДЕНИЯ СЪЕЗДА

Съезд будет проведен в Научно-методическом Центре (НМЦ) профсоюза работников АПК, г. Москва, поселение Московский, Новомосковского административного округа. Проживание в гостинице НМЦ, примерная стоимость номера 4/2 тыс. руб. (одно/двухместное размещение). Питание заказывается и оплачивается отдельно.
Проезд до НМЦ на метро до станции «Филатов луг» далее авт. 189 до остановки «Школа профсоюзов» (около 10-15 мин.).

Вместе в будущее!

МЕЖДУНАРОДНАЯ
НАУЧНАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ В ИЗМЕРЕНИЯХ И ТЕХНОЛОГИЯХ

Конференция проходит в рамках
180-летия ВНИИМ и 80-летия УНИИМ

13–16 сентября 2022 года,
Екатеринбург, Россия

Уважаемые коллеги!

Приглашаем Вас принять участие в работе V Международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях». Мероприятие проходит в юбилейный год 180-летия Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им Д.И. Менделеева и приурочено к 80-летию Уральского научно-исследовательского института метрологии.

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

· теории и практики создания, производства, распространения и применения стандартных образцов;
· метрологическое обеспечение измерений в различных областях экономики;
· первичные референтные методики измерений и референтные методики измерений;
· метрологическая прослеживаемость измерений;
· межлабораторные сличительные испытания;
· международное сотрудничество в области стандартных образцов;
· вопросы общеметрологического характера.

ФОРМАТ ПРОВЕДЕНИЯ: очное, online. Организаторы конференции надеются, что большинство представителей конференции примут участие в очном формате, обезопасив себя прививками с соблюдением эпидемиологических мер противоэпидемиологической безопасности.

Конференция предполагает проведение пленарных и стендовых секций, а также возможность организации тематических дискуссий в формате Круглого стола, посвященных актуальным проблемам в области стандартных образцов.

К участию в конференции приглашаем всех, кто заинтересован в развитии и определении направлений научных и прикладных исследований по вопросам стандартных образцов, а также их популяризации как технической и нормативно-методической основы, необходимой для обеспечения единства и точности измерений.

ВЕБ-СТРАНИЦА КОНФЕРЕНЦИИ
www.conference.gsso.ru

РЕГИСТРАЦИОННАЯ ФОРМА
доступна на сайте конференции.

РЕГИСТРАЦИОННЫЙ ВЗНОС
Регистрационный взнос за участие в конференции составляет ***29 000 руб.*** (кроме того НДС 20%). Стоимость участия включает расходы на организацию мероприятия, подготовку методических материалов и приглашение с докладами авторитетных зарубежных специалистов в области метрологии и смежных наук, социально-культурные мероприятия, организацию и техническую поддержку online-связи. Расходы, связанные с проездом, проживанием, питанием (завтрак и ужин) участники оплачивают самостоятельно.

Регистрационный взнос online участия составляет ***10 000 руб.*** (кроме того НДС 20 %), включает организацию мероприятия по удаленной связи, подготовку и рассылку методических материалов и сертификатов.

ИНФОРМАЦИОННАЯ ПОДДЕРЖКА
Сборник тезисов докладов готовится на русском и английском языках, входит в комплект участника конференции.

Прошедшие рецензию материалы конференции в формате статьи планируются к публикации на английском языке в книге “Reference materials in measurement and technology 2022” (издательство Springer, индексируется Scopus); на русском языке в журнале «Эталоны. Стандартные образцы» (входит в перечень ВАК, RSCI).

КЛЮЧЕВЫЕ ДАТЫ
1 июня 2022 г. — Прием регистрационных форм на очное участие в конференции

30 июня 2022 г. — Оплата организационного взноса за участие в конференции

30 июля 2022 г. — Прием регистрационных форм на online участие без доклада

30 июля 2022 г. — Прием тезисов докладов

ОРГАНИЗАЦИОННЫЙ КОМИТЕТ
Председатель: Медведевских Сергей Викторович
Сопредседатель: Собина Егор Павлович
Тел.: +7 343 350-25-33
E-mail: uniim@uniim.ru

Учёный секретарь: Кремлева Ольга Николаевна
Тел.: +7 343 350-60-68

Члены секретариата:
Тараева Наталия Сергеевна
Баратова Наталия Степановна
Сушкевич Валерия Александровна
Тел.: +7 343 350-72- 42
Тел.: + 7 343 350-22-45
E-mail: rmconference@yandex.ru; taraeva@uniim.ru

▪ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РЕЕСТР УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СО ПРЕДСТАВЛЕННЫЙ В РАЗДЕЛЕ ФИФ

Государственный реестр утвержденных типов стандартных образцов предназначен для регистрации стандартных образцов, типы которых утверждены Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии, и представлен в разделе Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений «Утвержденные типы стандартных образцов».

Ведение Федерального информационного фонда, включая предоставление содержащихся в нем документов и сведений, организует Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии.

Ведение раздела Фонда по стандартным образцам состава и свойств веществ и материалов в соответствии с частью 9 статьи 21 Федерального закона от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» (далее – Федеральный закон № 102-ФЗ) осуществляет Государственная служба стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов.

Фонд создается с целью обеспечения потребности граждан, общества и государства в получении объективной и достоверной информации согласно части 1 статьи 20 Федерального закона № 102-ФЗ, используемой в целях защиты жизни и здоровья граждан, охраны окружающей среды, животного и растительного мира, обеспечения обороны и безопасности государства, в том числе экономической безопасности.

СВЕДЕНИЯ О НОВЫХ ТИПАХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

В. В. Суслова

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
e-mail: gosreestr_so@uniim.ru

В этом разделе продолжается публикация сведений о типах стандартных образцов, которые были утверждены Приказами Росстандарта на конец 2021 г. в соответствии с Административным регламентом, в который были внесены изменения согласно Приказу Росстандарта N 1404 от 17.08.2020 г. «О внесении изменений в Административный регламент по предоставлению Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии государственной услуги по утверждению типа стандартных образцов или типа средств измерений» (утв. приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 ноября 2018 г. N 2346). Изменения внесены в целях реализации Федерального закона от 27 декабря 2019 г. N 496-ФЗ «О внесении изменений в Федеральный закон «Об обеспечении единства измерений».

Начиная с 01.01.2021 г. типы стандартных образцов утверждаются Приказами Росстандарта в соответствии с вступившим в силу Приказом Минпромторга России № 2905 от 28 августа 2020 г. «Об утверждении порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, порядка утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений, внесения изменений в сведения о них, порядка выдачи сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, формы сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений и порядка их нанесения».

В свободном доступе более подробные сведения об утвержденных типах СО также можно посмотреть в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений на сайте ФГИС Росстандарта – https://fgis.gost.ru/ в разделе «Утвержденные типы стандартных образцов».

ГСО 11763–2021
СО СОСТАВА ЗОЛОТА АФФИНИРОВАННОГО (Зл4аК3)

СО предназначен для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений, аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли элементов в золоте аффинированном.
СО может быть использован: для поверки средств измерений при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах, методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений; для калибровки средств измерений при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках калибровки средств измерений; для испытаний средств измерений и стандартных образцов в целях утверждения типа при условии соответствия его метрологических и технических характеристик требованиям, установленным в программах испытаний соответствующих средств измерений и стандартных образцов.
Область применения: металлургия, научные исследования, испытания и контроль качества продукции.
Способ аттестации – межлабораторный эксперимент
Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов, %
Материал СО изготовлен методом плавления материала экземпляра СО Зл4а-5 из ГСО 10588–2015 СО состава золота аффинированного Зл4а (комплект) и золота марки ЗлА-1 (ГОСТ 28058–2015) с массовой долей золота не менее 99,99 %. Выпущен в виде ленты толщиной (0,20±0,05) мм и толщиной (1,00±0,05) мм. Экземпляр СО упакован в бумажный пакет с этикеткой. Масса экземпляра СО от 1 до 100 г по требованию потребителя.

ГСО 11764–2021
СО ЙОДНОГО ЧИСЛА НЕФТЕПРОДУКТОВ (ИЧ-СХ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений йодного числа нефтепродуктов по ГОСТ 2070–82 и другим методикам измерений йодного числа нефтепродуктов, при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям этих методик; установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений.
СО может быть использован для: калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик калибровки; поверки средств измерений, при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в методиках поверки средств измерений; контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям программ испытаний.
Область применения: нефтехимическая и нефтеперерабатывающая промышленность.
Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: йодное число, %
СО представляет собой смесь непредельного углеводорода с изопропиловым спиртом, расфасованную в стеклянные ампулы или в стеклянные или полимерные флаконы, снабженные полиэтиленовыми пробками, завинчивающимися крышками и этикетками. Объем материала в ампуле составляет не менее 3 см^3, объем материала во флаконе составляет не менее 10 см^3.

ГСО 11765–2021
СО ТЕМПЕРАТУР ТЕКУЧЕСТИ И ЗАСТЫВАНИЯ НЕФТЕПРОДУКТОВ (ТТЗ-01-СХ)

СО предназначен для контроля точности (прецизионности) результатов измерений температур текучести и застывания нефтепродуктов по ГОСТ 20287–91, ASTM D97–17b, ГОСТ 32463–2013, ГОСТ 32393–2013, ГОСТ 33910–2016, аттестации методик измерений температур текучести и застывания нефтепродуктов, контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа, при условии соответствия СО обязательным требованиям, установленным в программах испытаний.
СО может применяться для поверки средств измерений, при условии соответствия стандартного образца обязательным требованиям, установленным в методиках поверки средств измерений.
Область применения: нефтяная, нефтеперерабатывающая, нефтехимическая, химическая отрасли промышленности и другие производства.
Способ аттестации – межлабораторный эксперимент
Аттестованная характеристика СО: температура текучести и температура застывания, °С
СО представляет собой смесь, состоящую из индустриальных масел и парафина, расфасованную во флаконы из темного стекла с завинчивающейся крышкой и этикеткой, объем материала СО во флаконе не менее 20 см^3.

ГСО 11766-2021
СО ТЕМПЕРАТУР ТЕКУЧЕСТИ И ЗАСТЫВАНИЯ НЕФТЕПРОДУКТОВ (ТТЗ-02-СХ)

СО предназначен для контроля точности (прецизионности) результатов измерений температур текучести и застывания нефтепродуктов по ГОСТ 20287–91, ASTM D97–17b, ГОСТ 32463–2013, ГОСТ 32393–2013, ГОСТ 33910–2016, аттестации методик измерений температур текучести и застывания нефтепродуктов, контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа, при условии соответствия СО обязательным требованиям, установленным в программах испытаний.

СО может применяться для поверки средств измерений, при условии соответствия стандартного образца обязательным требованиям, установленным в методиках поверки средств измерений.

Область применения: нефтяная, нефтеперерабатывающая, нефтехимическая, химическая отрасли промышленности и другие производства.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: температура текучести и температура застывания, °С

СО представляет собой смесь, состоящую из индустриальных масел и парафина, расфасованную во флаконы из темного стекла с завинчивающейся крышкой и этикеткой, объем материала СО во флаконе не менее 20 см^3.

ГСО 11767-2021
СО ТЕМПЕРАТУР ТЕКУЧЕСТИ И ЗАСТЫВАНИЯ НЕФТЕПРОДУКТОВ (ТТЗ-03-СХ)

СО предназначен для контроля точности (прецизионности) результатов измерений температур текучести и застывания нефтепродуктов по ГОСТ 20287–91, ASTM D97–17b, ГОСТ 32463–2013, ГОСТ 32393–2013, ГОСТ 33910–2016, аттестации методик измерений температур текучести и застывания нефтепродуктов, контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа, при условии соответствия СО обязательным требованиям, установленным в программах испытаний.

СО может применяться для поверки средств измерений, при условии соответствия стандартного образца обязательным требованиям, установленным в методиках поверки средств измерений.

Область применения: нефтяная, нефтеперерабатывающая, нефтехимическая, химическая отрасли промышленности и другие производства.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: температура текучести и температура застывания, °С

СО представляет собой смесь, состоящую из индустриальных масел и парафина, расфасованную во флаконы из темного стекла с завинчивающейся крышкой и этикеткой, объем материала СО во флаконе не менее 20 см^3.

ГСО 11768-2021
СО ТЕМПЕРАТУР ТЕКУЧЕСТИ И ЗАСТЫВАНИЯ НЕФТЕПРОДУКТОВ (ТТЗ-03-СХ)

СО предназначен для контроля точности (прецизионности) результатов измерений температур текучести и застывания нефтепродуктов по ГОСТ 20287–91, ASTM D97–17b, ГОСТ 32463–2013, ГОСТ 32393–2013, ГОСТ 33910–2016, аттестации методик измерений температур текучести и застывания нефтепродуктов, контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа, при условии соответствия СО обязательным требованиям, установленным в программах испытаний.

СО может применяться для поверки средств измерений, при условии соответствия стандартного образца обязательным требованиям, установленным в методиках поверки средств измерений.

Область применения: нефтяная, нефтеперерабатывающая, нефтехимическая, химическая отрасли промышленности и другие производства.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: температура текучести и температура застывания, °С

СО представляет собой смесь, состоящую из индустриальных масел и парафина, расфасованную во флаконы из темного стекла с завинчивающейся крышкой и этикеткой, объем материала СО во флаконе не менее 20 см^3.

ГСО 11769-2021
СО ТЕМПЕРАТУР ТЕКУЧЕСТИ И ЗАСТЫВАНИЯ НЕФТЕПРОДУКТОВ (ТТЗ-05-СХ)

СО предназначен для контроля точности (прецизионности) результатов измерений температур текучести и застывания нефтепродуктов по ГОСТ 20287–91, ASTM D97–17b, ГОСТ 32463–2013, ГОСТ 32393–2013, ГОСТ 33910–2016, аттестации методик измерений температур текучести и застывания нефтепродуктов, контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях

утверждения типа, при условии соответствия СО обязательным требованиям, установленным в программах испытаний.

СО может применяться для поверки средств измерений, при условии соответствия стандартного образца обязательным требованиям, установленным в методиках поверки средств измерений.

Область применения: нефтяная, нефтеперерабатывающая, нефтехимическая, химическая отрасли промышленности и другие производства.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: температура текучести и температура застывания, °С

СО представляет собой смесь, состоящую из индустриальных масел и парафина, расфасованную во флаконы из темного стекла с завинчивающейся крышкой и этикеткой, объем материала СО во флаконе не менее 20 см^3.

ГСО 11770-2021
СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ФАКТИЧЕСКИХ СМОЛ В НЕФТЕПРОДУКТАХ (КФСН-СХ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой концентрации фактических смол в нефтепродуктах по ГОСТ 1567–97, ГОСТ 32404–2013, ГОСТ Р 53714–2009, ГОСТ 8489–85 и ASTM D381–19.

Область применения: нефтехимическая, нефтеперерабатывающая, химическая промышленности.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: массовая концентрация фактических смол, мг/см^3

СО представляет собой смесь полистирола «ПСЭ-1» первый сорт по ГОСТ 20282–86 в бензоле по ГОСТ 5955–75, расфасованную в стеклянные или полимерные флаконы с уплотнительной пробкой и герметичной крышкой объемом не менее 50 см^3.

ГСО 11771-2021
СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ ЗОЛОТОГО ПОКРЫТИЯ НА МЕДИ МАРКИ М1 (комплект СО УНИИМ З/М 1 – СО УНИИМ З/М 5)

СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений поверхностной плотности и толщины гальванических покрытий; поверки и калибровки средств измерений поверхностной плотности и толщины покрытий, контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа.

Область применения: электротехническая промышленность.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: поверхностная плотность покрытия, г/м^2; толщина покрытия, мкм

Основание СО изготовлено из меди марки М1 по ГОСТ 859-2014 в виде диска диаметром (30,0±0,1) мм, высотой (10,0±0,1) мм. Золотое покрытие из сплава золото-никель (с массовой долей золота не менее 98,5 % и никеля не более 1,5 %) нанесено способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. Количество экземпляров СО в комплекте – 5. Аттестованное значение поверхностной плотности покрытия установлено в центре образца на рабочей площади, ограниченной окружностью диаметром 10 мм. На нерабочую сторону СО наклеена этикетка, на которой указан индекс СО в комплекте и номер СО в Госреестре СО. СО уложены в футляр с гнездами и этикеткой, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

ГСО 11772-2021
СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ СЕРЕБРЯНОГО ПОКРЫТИЯ НА МЕДИ МАРКИ М1 (комплект СО УНИИМ С/М 1 – СО УНИИМ С/М 5)

СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений поверхностной плотности и толщины гальванических покрытий; поверки и калибровки средств измерений поверхностной плотности и толщины покрытий, контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа.

Область применения: электротехническая промышленность.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: поверхностная плотность покрытия, г/м^2; толщина покрытия, мкм

Основание СО изготовлено из меди марки М1 по ГОСТ 859-2014 в виде диска диаметром (30,0±0,1) мм, высотой (10,0±0,1) мм. Серебряное покрытие из сплава серебро-сурьма (с массовой долей серебра не менее 99,5 % и сурьмы не более 0,5 %) нанесено способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. Количество экземпляров СО в комплекте – 5. Аттестованное значение поверхностной плотности покрытия установлено в центре образца на рабочей площади, ограниченной окружностью диаметром 10 мм. На нерабочую сторону СО наклеена

этикетка, на которой указан индекс СО в комплекте и номер СО в Госреестре СО. СО уложены в футляр с гнездами и этикеткой, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

ГСО 11773-2021
СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ НИКЕЛЕВОГО ПОКРЫТИЯ НА СТАЛИ МАРКИ 40Х13 (комплект СО УНИИМ Н/Ст 1 – СО УНИИМ Н/Ст 4)

СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений поверхностной плотности и толщины гальванических покрытий; поверки и калибровки средств измерений поверхностной плотности и толщины покрытий, контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа.

Область применения: электротехническая промышленность.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: поверхностная плотность покрытия, г/м^2; толщина покрытия, мкм

Основание СО изготовлено из стали марки 40Х13 по ГОСТ 5949–2018 в виде диска диаметром (25,0±0,1) мм, высотой (10,0±0,1) мм. Никелевое покрытие нанесено из никеля марки НПА-1 по ГОСТ 2132–2015 способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. Количество экземпляров СО в комплекте – 4. Аттестованное значение поверхностной плотности покрытия установлено в центре образца на рабочей площади, ограниченной окружностью диаметром 10 мм. На нерабочую сторону СО наклеена этикетка, на которой указан индекс СО в комплекте и номер СО в Госреестре СО. СО уложены в футляр с гнездами и этикеткой, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

ГСО 11774-2021
СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ ОЛОВЯННОГО ПОКРЫТИЯ НА МЕДИ МАРКИ М1 (комплект СО УНИИМ О/М 1 – СО УНИИМ О/М 4)

СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений поверхностной плотности и толщины гальванических покрытий; поверки и калибровки средств измерений поверхностной плотности и толщины покрытий, контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа.

Область применения: электротехническая промышленность.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: поверхностная плотность покрытия, г/м^2; толщина покрытия, мкм

Основание СО изготовлено из меди марки М1 по ГОСТ 859-2014 в виде диска диаметром (30,0±0,1) мм, высотой (10,0±0,1) мм. Оловянное покрытие из сплава олово-висмут (с массовой долей олова не менее 99,5 % и висмута не более 0,5 %) нанесено способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. Количество экземпляров СО в комплекте – 4. Аттестованное значение поверхностной плотности покрытия установлено в центре образца на рабочей площади, ограниченной окружностью диаметром 10 мм. На нерабочую сторону СО наклеена этикетка, на которой указан индекс СО в комплекте и номер СО в Госреестре СО. СО уложены в футляр с гнездами и этикеткой, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

ГСО 11775-2021
СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ КАДМИЕВОГО ПОКРЫТИЯ НА СТАЛИ МАРКИ 40Х13 (комплект СО УНИИМ К/Ст 1 – СО УНИИМ К/Ст 4)

СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений поверхностной плотности и толщины гальванических покрытий; поверки и калибровки средств измерений поверхностной плотности и толщины покрытий, контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа.

Область применения: электротехническая промышленность.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: поверхностная плотность покрытия, г/м^2; толщина покрытия, мкм

Основание СО изготовлено из стали марки 40Х13 по ГОСТ 5949–2018 в виде диска диаметром (25,0±0,1) мм, высотой (10,0±0,1) мм. Кадмиевое покрытие нанесено из кадмия марки Кд0 по ГОСТ 1468–90 способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. Количество экземпляров СО в комплекте – 4. Аттестованное значение поверхностной плотности покрытия установлено в центре образца на рабочей площади, ограниченной окружностью диаметром 10 мм. На нерабочую сторону СО наклеена

этикетка, на которой указан индекс СО в комплекте и номер СО в Госреестре СО. СО уложены в футляр с гнездами и этикеткой, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

ГСО 11776–2021
СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ ЦИНКОВОГО ПОКРЫТИЯ НА СТАЛИ МАРКИ 40Х13 (комплект СО УНИИМ Ц/Ст 1 – СО УНИИМ Ц/Ст 5)

СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений поверхностной плотности и толщины гальванических покрытий; поверки и калибровки средств измерений поверхностной плотности и толщины покрытий, контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа.

Область применения: электротехническая промышленность.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: поверхностная плотность покрытия, г/м^2; толщина покрытия, мкм

Основание СО изготовлено из стали марки 40Х13 по ГОСТ 5949–2018 в виде диска диаметром (25,0±0,1) мм, высотой (10,0±0,1) мм. Цинковое покрытие нанесено из цинка марки Ц0 по ГОСТ 3640–94 способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. Количество экземпляров СО в комплекте – 5. Аттестованное значение поверхностной плотности покрытия установлено в центре образца на рабочей площади, ограниченной окружностью диаметром 10 мм. На нерабочую сторону СО наклеена этикетка, на которой указан индекс СО в комплекте и номер СО в Госреестре СО. СО уложены в футляр с гнездами и этикеткой, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

ГСО 11777–2021
СО МАССОВОЙ ДОЛИ ВОДОРОДА, КИСЛОРОДА И АЗОТА В МАТЕРИАЛЕ НА ОСНОВЕ ТИТАНА (ИСО 1)

СО предназначен для аттестации, валидации и верификации методик измерений, контроля точности результатов измерений, установления и контроля стабильности градуировочных характеристик при определении химического состава материалов на основе титана физико-химическими методами.

СО может применяться: для поверки средств измерений при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений; для калибровки средств измерений при условии соответствия его метрологических и технических характеристик требованиям методик калибровки; для испытаний средств измерений и стандартных образцов в целях утверждения типа при условии соответствия его метрологических характеристик требованиям программ испытаний.

Область применения: металлургия, машиностроение, металлообработка, горнодобывающая промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов, %

Материал СО приготовлен из титана или титанового сплава, марка которого регламентирована ГОСТ 19807–91, ГОСТ 27265–87, в виде цилиндров высотой не более 15 мм или в виде прутков длиной не более 200 мм. Материал расфасован в полиэтиленовые пакеты с этикетками по (20–100) г или в банки, на которые наклеены этикетки, по (5–50) г. Банки упакованы в коробки с этикетками.

ГСО 11778–2021
СО СОСТАВА ВИТАМИНА А (РЕТИНОЛА ПАЛЬМИТАТА)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли витамина А (ретинола пальмитата) в субстанциях, лекарственных препаратах, ветеринарных препаратах и кормах, биологически активных добавках и пищевой продукции методом жидкостной хроматографии. Стандартный образец (далее – СО) может применяться для установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических и технических характеристик СО требованиям методики измерений.

Область применения: фармацевтическая промышленность, пищевая промышленность, сельское хозяйство, научные исследования.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: массовая доля витамина А (ретинола пальмитата), %

СО представляет собой чистое вещество витамин А (ретинол пальмитат), в виде светло-желтой вязкой маслянистой жидкости, расфасованное не менее чем по 1,5 см^3 во флаконы из темного стекла с завинчивающимися крышками. На каждый флакон наклеена этикетка.

ГСО 11779–2021
СО СОСТАВА ВИТАМИНА D3 (ХОЛЕКАЛЬЦИФЕРОЛА)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли витамина D3 (холекальциферола) в субстанциях, лекарственных препаратах, ветеринарных препаратах и кормах, биологически активных добавках и пищевой продукции методом жидкостной хроматографии.

Стандартный образец (далее – СО) может применяться для установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических и технических характеристик СО требованиям методики измерений.

Область применения: фармацевтическая промышленность, пищевая промышленность, сельское хозяйство, научные исследования.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: массовая доля витамина D3 (холекальциферола), %

СО представляет собой витамин D3 (холекальциферол) в виде маслянистой жидкости светло-желтого цвета, расфасованный не менее чем по 1,5 см^3 во флаконы из темного стекла с завинчивающимися крышками. На каждый флакон наклеена этикетка.

ГСО 11780–2021
СО СОСТАВА ВИТАМИНА Е (АЛЬФА-ТОКОФЕРОЛА АЦЕТАТА)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли витамина Е (альфа-токоферола ацетата) в субстанциях, лекарственных препаратах, ветеринарных препаратах и кормах, биологически активных добавках и пищевой продукции методом жидкостной хроматографии.

Стандартный образец (далее – СО) может применяться для установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических и технических характеристик СО требованиям методики измерений.

Область применения: фармацевтическая промышленность, пищевая промышленность, сельское хозяйство, научные исследования

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: массовая доля витамина Е (альфа-токоферола ацетата), %

СО представляет собой чистое вещество витамин Е (альфа-токоферол ацетат), в виде светло-желтой вязкой маслянистой жидкости, расфасованной не менее чем по 1,5 см^3 во флаконы из темного стекла с завинчивающимися крышками. На каждый флакон наклеена этикетка.

ГСО 11781–2021
СО СОСТАВА АЦЕТИЛСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТЫ (НЦСО-Ацетилсалициловая кислота)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли основного вещества в субстанции ацетилсалициловой кислоты, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит ацетилсалициловая кислота.

СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики калибровки.

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля ацетилсалициловой кислоты, %

СО представляет собой субстанцию ацетилсалициловой кислоты (2-(Ацетилокси)бензойная кислота, $C_9H_8O_4$), белый или почти белый кристаллический порошок или бесцветные кристаллы, расфасованные по 500 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 11782–2021
СО СОСТАВА ДИКЛОФЕНАКА НАТРИЯ (НЦСО-Диклофенак)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли основного вещества в субстанции диклофенака натрия, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит диклофенак натрия.

СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики калибровки.

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля диклофенака натрия, %

СО представляет собой субстанцию диклофенака натрия ([2-(2,6-Дихлоранилино)фенил]ацетат натрия, $C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$), белый или белый с желтоватым оттенком кристаллический порошок, расфасованный по 200 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 11783–2021

СО СОСТАВА ИНОЗИНА (НЦСО-Инозин)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли основного вещества в субстанции инозина, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит инозин.

СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики калибровки.

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля инозина, %

СО представляет собой субстанцию инозина (1,9-Дигидро-9-бета-D-рибофуранозил-6Н-пурин-6-он, $C_{10}H_{12}N_4O_5$), белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 200 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 11784–2021

СО СОСТАВА КЕТОПРОФЕНА (НЦСО-Кетопрофен)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли основного вещества в субстанции кетопрофена, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит кетопрофен.

СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики калибровки.

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля кетопрофена, %

СО представляет собой субстанцию кетопрофена ((2RS)-2-(3-Бензоилфенил)пропановая кислота), $C_{16}H_{14}O_3$), белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 200 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 11785–2021

СО СОСТАВА ЛОРАТАДИНА (НЦСО-Лоратадин)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли основного вещества в субстанции лоратадина, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит лоратадин.

СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики калибровки.

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля лоратадина, %

СО представляет собой субстанцию лоратадина (этил[4-(8-хлор-5,6-дигидро-11Н-бензо[5,6]циклогепта[1,2-b]пиридин-11-илиден)пиперидин-1-карбоксилат], $C_{22}H_{23}ClN_2O_2$), белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 200 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 11786–2021
СО СОСТАВА МЕТРОНИДАЗОЛА (НЦСО-Метронидазол)
СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли основного вещества в субстанции метронидазола, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит метронидазол.
СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики калибровки.
Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.
Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин
Аттестованная характеристика СО: массовая доля метронидазола, %
СО представляет собой субстанцию метронидазола (2-(2-Метил-5-нитро-1Н-имидазол-1-ил)этанол, $C_6H_9N_3O_3$), от белого до светло-желтого цвета кристаллический порошок, расфасованный по 100 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 11787–2021
СО СОСТАВА ТИАМИНА ГИДРОХЛОРИДА (НЦСО-Тиамин)
СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли основного вещества в субстанции тиамина гидрохлорида, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит тиамина гидрохлорид.
СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики калибровки.
Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.
Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин
Аттестованная характеристика СО: массовая доля тиамина гидрохлорида, %
СО представляет собой субстанцию тиамина гидрохлорида (3-[(4-Амино-2-метилпиримидин-5-ил)метил]-5-(2-гидроксиэтил)-4-метил-1,3-тиазол-3-й хлорида гидрохлорид (1:1), $C_{12}H_{17}ClN_4OS{\cdot}HCl$), белый или почти белый кристаллический порошок или бесцветные кристаллы, расфасованные по 500 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 11788–2021
СО СОСТАВА ЦИАНОКОБАЛАМИНА (НЦСО-Цианокобаламин)
СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли основного вещества в субстанции цианокобаламина, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит цианокобаламин.
СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики калибровки.
Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.
Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин
Аттестованная характеристика СО: массовая доля цианокобаламина, %
СО представляет собой субстанцию цианокобаламина (Co^{α}-[α-(5,6-Диметилбензимидозол)-Co^{β}-цианокобомид, $C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$), кристаллы или кристаллический порошок темно-красного цвета, расфасованный по 150 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 11789–2021
СО МАССОВОЙ ДОЛИ АСФАЛЬТЕНОВ, СМОЛ И ПАРАФИНА В НЕФТИ (СО АСПН-ПА)
СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности ре-зультатов измерений массовой доли асфальтенов, смол и парафина в нефти по ФР.1.31.2012.11918, ФР.1.31.2004.00985, ФР.1.31.2016.23887, ФР.1.31.2015.22217, ГОСТ 11851–85 (Метод А), ASTM D6560–17, а также по другим методикам измерений при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца установленным требованиям.

Область применения: нефтехимическая, нефтеперерабатывающая, химическая промышленности.
Способ аттестации – межлабораторный эксперимент
Аттестованная характеристика СО: массовая доля асфальтенов, смол и парафина, %
СО представляет собой очищенную от механических примесей, обезвоженную и стабилизированную нефть, разлитую в стеклянную ампулу с этикеткой, объем материала в ампуле не менее 5 см^3 или 10 см^3.

ГСО 11790–2021
СО МАССОВОЙ ДОЛИ И МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ МЕТАЛЛОВ (ЖЕЛЕЗО, СВИНЕЦ, МАРГАНЕЦ) В НЕФТЕПРОДУКТАХ (МНП-СХ)
СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли и массовой концентрации металлов (железо, свинец, марганец) в нефтепродуктах; установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений.
СО может применяться для: поверки средств измерений, при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в методиках поверки средств измерений; контроль метрологических характеристик средств измерений, при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа.
Область применения: нефтедобывающая и нефтеперерабатывающая промышленности.
Способ аттестации – расчетно-экспериментальный
Аттестованная характеристика СО: массовая доля металла, мг/кг (млн$^{-1}$); массовая концентрация металла, мг/дм^3
СО представляет собой смесь изооктана и трех растворов металлорганических соединений (Fe, Pb и Mn), расфасованную в стеклянные ампулы или в стеклянные или полимерные флаконы, снабженные уплотнительными пробками, завинчивающимися крышками и этикетками. Объем материала в ампуле составляет не менее 3 см^3, объем материала во флаконе составляет не менее 10 см^3.

ГСО 11791–2021
СО МАССОВОЙ ДОЛИ ТИТАНА В ТВЕРДОЙ МАТРИЦЕ (Ti-ТМ СО УНИИМ)
СО предназначен для поверки и калибровки средств измерений; установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик измерений; испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли титана в твердых и жидких веществах и материалах рентгенофлуоресцентным методом, методами неразрушающего контроля и другими методами.
Область применения: охрана окружающей среды, химическая промышленность, горнодобывающая промышленность.
Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин
Аттестованная характеристика СО: массовая доля титана, %
СО представляет собой диск диаметром от 20 мм до 40 мм, высотой (4,5±0,5) мм, изготовленный прессованием смеси оксида титана (IV) по ТУ 6-09-2166-77 и борной кислоты по ГОСТ 9656–75.

ГСО 11792–2021
СО ОБЩЕГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА (ОЗ-ДТ-ТНМ)
СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли нерастворимых веществ (общего загрязнения) дизельного топлива.
Область применения: нефтедобывающая, нефтеперерабатывающая промышленность.
Способ аттестации – межлабораторный эксперимент
Аттестованная характеристика СО: массовая доля нерастворимых веществ (общее загрязнение), мг/кг
Материал СО представляет собой топливо дизельное, разлитое во флаконы из темного стекла, закрытые уплотнительными пробками с плотно навинчивающимися крышками, объем материала в одном флаконе составляет не менее 1000 см^3. На каждый флакон наклеена этикетка.

ГСО 11793–2021
СО СВОЙСТВ ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА (СВ-ДТ-ТНМ)
СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений плотности, температуры вспышки в закрытом тигле, предельной температуры фильтруемости, смазывающей способности, температуры помутнения дизельного топлива.
Область применения: нефтедобывающая, нефтеперерабатывающая промышленность.
Способ аттестации – межлабораторный эксперимент
Аттестованная характеристика СО: плотность, кг/м^3; температура вспышки в закрытом тигле, °С; предель-

ная температура фильтруемости, °С; смазывающая способность, скорректированный диаметр пятна износа (WSD1,4) при 60 °С, мкм, температура помутнения, °С

Материал СО представляет собой топливо дизельное, разлитое во флаконы из темного стекла, закрытые уплотнительными пробками с плотно навинчивающимися крышками, объем материала в одном флаконе составляет не менее 1000 см^3. На каждый флакон наклеена этикетка.

ГСО 11794–2021
СО СОСТАВА ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА (СТ-ДТ-ТНМ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли серы, воды, полициклических ароматических углеводородов, фракционного состава дизельного топлива.

Область применения: нефтедобывающая, нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: массовая доля серы, мг/кг (млн$^{-1}$); массовая доля полициклических ароматических углеводородов, %; массовая доля воды, %, мг/кг (млн$^{-1}$);

объемная доля отгона при температуре 250 °С, %; объемная доля отгона при температуре 350 °С, %; температура 95 % отгона, °С

Материал СО представляет собой топливо дизельное, разлитое во флаконы из темного стекла, закрытые уплотнительными пробками с плотно навинчивающимися крышками, объем материала в одном флаконе составляет не менее 1000 см^3. На каждый флакон наклеена этикетка.

ГСО 11795–2021
СО УДЕЛЬНОЙ ЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ПРОВОДИМОСТИ ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА (УЭП-ДТ-ТНМ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений удельной электрической проводимости дизельного топлива.

Область применения: нефтедобывающая, нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: удельная электрическая проводимость при температуре 20 °С, пСм/м

Материал СО представляет собой топливо дизельное, разлитое во флаконы из темного стекла, закрытые уплотнительными пробками с плотно навинчивающимися крышками, объем материала в одном флаконе составляет не менее 1000 см^3. На каждый флакон наклеена этикетка.

ГСО 11796–2021
СО ТЕМПЕРАТУРЫ НАЧАЛА КРИСТАЛЛИЗАЦИИ НЕФТЕПРОДУКТОВ (ТК-СХ)

СО предназначен для контроля точности (прецизионности) результатов измерений температуры начала кристаллизации нефтепродуктов по ГОСТ 5066–2018.

Область применения: нефтяная, нефтеперерабатывающая, нефтехимическая отрасли промышленности и другие производства.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: температура начала кристаллизации, °С

Материал СО представляет собой н-октан $CH_3(CH_2)_6CH_3$, расфасованный во флакон из темного стекла с уплотнительной пробкой и герметичной крышкой, с этикеткой. Объем экземпляра СО во флаконе не менее 30 см^3.

ГСО 11797–2021/ГСО 11806–2021
СО СОСТАВА МЕДИ ЧЕРНОВОЙ (набор VSM16)

СО предназначены для установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений (СИ) и аттестации методик измерений, применяемых при определении состава меди черновой марок М1, М1к, М1р, М1ф, М2р, М3р, М2, М3 (ГОСТ 859–2014); МЧ0, МЧ1, МЧ2 (ГОСТ Р 54310–2011) спектральными и химическими методами анализа.

Стандартные образцы (СО) могут применяться: для поверки средств измерений при условии соответствия стандартных образцов обязательным требованиям, установленным в методиках поверки средств измерений; для контроля точности результатов измерений при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в методиках измерений; для испытаний СИ и СО в целях утверждения типа, при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в программах испытаний СИ и СО в целях утверждения типа; для других видов метрологического контроля, при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: цветная металлургия.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов, %

Материал СО изготовлен методом плавления из меди марки М00 (ГОСТ 859–2014) введением примесей

в виде двойных лигатур на основе меди или чистых металлов. СО представляют собой цилиндры диаметром (45±5) мм, высотой (10–50) мм или стружку толщиной (0,1–0,5) мм. СО в виде цилиндра упакован в индивидуальную коробку с этикеткой, обеспечивающую его сохранность при транспортировке. На нерабочей поверхности каждого цилиндра выбит индекс экземпляра СО. Стружка массой не менее 50 г расфасована в полиэтиленовые пакеты или коробки, на которые наклеены этикетки. Количество типов СО в наборе – 10.

ГСО 11807-2021/ГСО 11814-2021
СО СОСТАВА АЛЮМИНИЯ (набор VSA6)

СО предназначены для установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений (СИ) и аттестации методик измерений, применяемых при определении состава: алюминия высокой чистоты марок А99, А98, А97, А95; алюминия технической чистоты марок А92, А9, А85, А8, А7, А7Е, А7Э, А6, А5Е, А5, А35, А0 (ГОСТ 11069–2019); сплавов алюминиевых деформируемых марок АД000; АД00; АД0; АД1; АД; АД1пл; EN AW Al 99,0Cu; EN AW-Al 99,35; AW-Al 99,6; AW-Al 99,7; AW-Al 99,8; AW-Al 99,0; AW-E-Al 99,7; 1050; 1060; 1070; 1080; 1145 (ГОСТ 4784–2019); сплавов алюминиевых системы алюминий-магний марок АМг0,5; АМг0,5пч; АМШ1 (ГОСТ 4784–2019); сплавов алюминиевых системы алюминий-магний-кремний марок 1320; АВч; АВп; АВЕ; CAB2; EN AW-Al MgSi0,3Cu; AW-E-Al MgSi; AW-Al Si1Mg0,5Mn (ГОСТ 4784–2019); сплавов алюминиевых системы алюминий-железо марок АЖ0,8; АЖ; АЖ1; АЖК; EN AW-Al Fe1,5Mn; EN AW-Al Fe1,5; EN AW-Al Fe1Si; 8030; 8011; 8111; 8176 (ГОСТ 4784–2019) спектральными и химическими методами анализа.

Стандартные образцы (СО) могут применяться: для поверки средств измерений при условии соответствия стандартных образцов обязательным требованиям, установленным в методиках поверки средств измерений; для контроля точности результатов измерений при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в методиках измерений; для испытаний СИ и СО в целях утверждения типа, при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в программах испытаний СИ и СО в целях утверждения типа; для других видов метрологического контроля, при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: цветная металлургия.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов, %

Материал СО изготовлен методом плавления из алюминия марок А95 и А99 (ГОСТ 11069–2019) с введением примесей в виде двойных лигатур на основе алюминия. СО представляют собой цилиндры диаметром (55±5) мм, высотой (10–50) мм или стружку толщиной (0,1–0,5) мм. СО в виде цилиндров упакованы в полиэтиленовые пакеты или коробки, снабженные этикеткой и обеспечивающие сохранность при транспортировке. На нерабочей поверхности каждого цилиндра выбит индекс экземпляра СО. Стружка массой не менее 50 г расфасована в полиэтиленовые пакеты или коробки, на которые наклеены этикетки. Количество типов СО в наборе – 8.

ГСО 11815-2021
СО МАССОВОЙ И ОБЪЕМНОЙ ДОЛИ ОКСИГЕНАТОВ И МАССОВОЙ ДОЛИ ОРГАНИЧЕСКИ СВЯЗАННОГО КИСЛОРОДА В БЕНЗИНАХ (СО ОКБ-ПА)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений содержания оксигенатов и массовой доли органически связанного кислорода в бензинах по ГОСТ Р ЕН 13132–2008, ГОСТ EN13132–2012, ГОСТ Р 54282–2010, ГОСТ EN1601–2017, ГОСТ Р ЕН 1601–2007, ГОСТ 32338–2013, ГОСТ Р 52256–2004, ГОСТ 33900–2016, ГОСТ Р ЕН ИСО 22854–2010, ГОСТ ISO 22854–2015, ГОСТ Р 54285–2010, ГОСТ Р 56867–2016, ГОСТ Р 56873–2016, ГОСТ Р 52714–2018, ГОСТ 32507–2013, ASTM D5845–01(2016), DIN EN13132–2002, ISO 22854:2021, ASTM D6839–21a, ASTM D7423–17, ASTM D7754–19, ASTM D6729–20, ASTM D6730–21, ASTM D4815–15b(2019), ASTM D5986–96(2019), ASTM D5599–18.

СО может применяться: для поверки средств измерений при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в методиках поверки средств измерений; для калибровки средств измерений при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках калибровки средств измерений; для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений.

Область применения: нефтехимическая, нефтеперерабатывающая и химическая промышленности.

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный
Аттестованная характеристика СО: массовая %, объемная доли, % оксигенатов; массовая доля органически связанного кислорода, %
СО представляет собой раствор кислородсодержащих органических соединений в бензиновой фракции нефти, разлитый в стеклянную ампулу с этикеткой, объем материала в ампуле не менее 1 см^3, 2 см^3, 5 см^3 или 10 см^3.

ГСО 11816–2021
СО СОСТАВА ДРОТАВЕРИНА ГИДРОХЛОРИДА (НЦСО-Дротаверин)
СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли основного вещества в субстанции дротаверина гидрохлорида, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит дротаверина гидрохлорид.
СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики калибровки.
Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.
Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин
Аттестованная характеристика СО: массовая доля дротаверина гидрохлорида, %
СО представляет собой субстанцию дротаверина гидрохлорида (1-[(3,4-Диэтоксифенил)метил]-6,7-диэтокси-3,4-дигидроизохинолина гидрохлорид, $C_{24}H_{31}NO_4{\cdot}HCl$), от светло-желтого до зеленовато-желтого цвета кристаллический порошок, расфасованный по 240 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 11817–2021
СО СОСТАВА КЕТОРОЛАКА ТРОМЕТАМОЛА (НЦСО-Кеторолак)
СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли основного вещества в субстанции кеторолака трометамола, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит кеторолака трометамол.
СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики калибровки.
Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.
Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин
Аттестованная характеристика СО: массовая доля кеторолака трометамола, %
СО представляет собой субстанцию кеторолака трометамола (кеторолак, кеторолака трометамин) ((1RS)-5-Бензоил-2,3-дигидро-1H-пирролизин-1-карбоновая кислота-2-амино-2-(гидроксиметил)пропан-1,3-диол (1/1), $C_{15}H_{13}NO_3{\cdot}C_4H_{11}NO_3$), белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 200 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 11818–2021
СО СОСТАВА МЕТФОРМИНА ГИДРОХЛОРИДА (НЦСО-Метформин)
СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли основного вещества в субстанции метформина гидрохлорида, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит метформина гидрохлорид.
СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики калибровки.
Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.
Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин
Аттестованная характеристика СО: массовая доля метформина гидрохлорида, %
СО представляет собой субстанцию метформина гидрохлорида (N, N-Диметилимидодикарбоимид диамида гидрохлорид, $C_4H_{11}N_5{\cdot}HCl$), белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 200 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

СВЕДЕНИЯ О СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦАХ УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ, В КОТОРЫЕ БЫЛИ ВНЕСЕНЫ ИЗМЕНЕНИЯ В ЧАСТИ СРОКА ДЕЙСТВИЯ УТВЕРЖДЕННОГО ТИПА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА

В. В. Суслова

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Российская Федерация
e-mail: gosreestr_so@uniim.ru

В соответствии с требованиями Приказа Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2905[1] (вступил в силу 01.01.2021 г.) решение о внесении изменений в сведения в части срока действия утвержденного типа стандартных образцов (далее – СО) принимает Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт) на основании заявления правообладателя[2] утвержденного типа СО. К заявлению прилагается заключение по результатам рассмотрения конструкторской, технологической и (или) технической документации стандартного образца, подтверждающее, что изменения в конструкторскую, технологическую и (или) техническую документацию СО не вносились и сведения об утвержденном типе СО, содержащиеся в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений, соответствуют технической документации СО. Заявление при внесении изменений в сведения в части срока действия утвержденного типа СО подается не менее, чем за 30 рабочих дней до окончания срока действия утвержденного типа стандартных образцов.

Решение о внесении изменений в сведения об утвержденном типе стандартных образцов принимается Росстандартом в форме приказа с продлением срока действия на последующие 5 лет с даты окончания действия утвержденного типа СО.

СО утвержденного типа, в сведения о которых внесены изменения в части срока действия СО в конце 2021 года, представлены в таблице.

[1] Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2905 «Об утверждении порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, порядка утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений, внесения изменений в сведения о них, порядка выдачи сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, формы сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений и порядка их нанесения»

[2] Для СО серийного производства, тип которых утвержден до вступления в силу указанного приказа, заявление подает производитель/изготовитель СО. Для СО единичного производства, тип которых утвержден до вступления в силу вышеуказанного приказа, заявление подает юридическое лицо или индивидуальный предприниматель, осуществляющие разработку, ввоз на территорию Российской Федерации, продажу на территории Российской Федерации или использование СО данного.

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство СО	Действует до
Приказ Росстандарта № 2233 от 08.10.2021 г.			
ГСО 8823–2006	СО состава раствора масла турбинного в гексане	серийное	23.11.2026
ГСО 8824–2006	СО состава раствора нефтепродуктов в углероде четыреххлористом (комплект 33НП)	серийное	23.11.2026
ГСО 8825–2006	СО состава раствора масла турбинного в углероде четыреххлористом (комплект 34НП)	серийное	23.11.2026
ГСО 8826–2006	СО содержания нефтепродуктов в водорастворимой матрице (комплект 35НП)	серийное	23.11.2026
ГСО 8827–2006	СО содержания нефтепродуктов в водорастворимой матрице (комплект 36НП)	серийное	23.11.2026
ГСО 8828–2006	СО состава раствора нефтепродуктов в углероде четыреххлористом (комплект 60 АН-2)	серийное	23.11.2026
ГСО 9673–2016	СО температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле (ТВОТ-ВНИИМ-80)	серийное	28.11.2026
ГСО 9674–2016	СО температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле (ТВОТ-ВНИИМ-130)	серийное	28.11.2026
ГСО 10042–2011	СО гранулометрического состава (монодисперсный полистирольный латекс) ОГС-01ЛМ	серийное	23.11.2026
ГСО 10043–2011	СО гранулометрического состава (монодисперсный полистирольный латекс) ОГС-02ЛМ	серийное	23.11.2026
ГСО 10044–2011	СО гранулометрического состава (монодисперсный полистирольный латекс) ОГС-03ЛМ	серийное	23.11.2026
ГСО 10045–2011	СО гранулометрического состава (монодисперсный полистирольный латекс) ОГС-04ЛМ	серийное	23.11.2026
ГСО 10046–2011	СО гранулометрического состава (монодисперсный полистирольный латекс) ОГС-05ЛМ	серийное	23.11.2026
ГСО 10047–2011	СО гранулометрического состава (монодисперсный полистирольный латекс) ОГС-06ЛМ	серийное	23.11.2026
ГСО 10048–2011	СО гранулометрического состава (монодисперсный полистирольный латекс) ОГС-07ЛМ	серийное	23.11.2026
ГСО 10049–2011	СО гранулометрического состава (монодисперсный полистирольный латекс) ОГС-08ЛМ	серийное	23.11.2026
ГСО 10050–2011	СО гранулометрического состава (монодисперсный полистирольный латекс) ОГС-09ЛМ	серийное	23.11.2026
ГСО 10051–2011	СО гранулометрического состава (монодисперсный полистирольный латекс) ОГС-10ЛМ	серийное	23.11.2026
ГСО 10061–2011	СО массовой доли воды в моногидрате триоксида урана (МТУ)	серийное	23.11.2026

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство СО	Действует до
ГСО 10827–2016	СО дифракционных свойств кристаллической решетки (силицид ванадия), ПРФ-9 (ПР-1)	серийное	23.11.2026
ГСО 10828–2016	СО дифракционных свойств кристаллической решетки (кремний), ПРФ-4 (ПРФ-3)	серийное	23.11.2026
ГСО 10833–2016	СО состава раствора бенз(а)пирена в ацетонитриле ($C_{20}H_{12}$СО УНИИМ)	серийное	25.11.2026
ГСО 10834–2016	СО изотопного состава никеля в азотнокислом растворе (^{58}NiСО УНИИМ)	серийное	25.11.2026
ГСО 10835–2016	СО изотопного состава свинца в азотнокислом растворе (^{208}PbСО УНИИМ)	серийное	25.11.2026
ГСО 10836–2016	СО состава искусственной газовой смеси в метане (CH_4-П-0)	серийное	25.11.2026
ГСО 10837–2016	СО состава искусственной газовой смеси в аргоне (Ar-П-0)	серийное	25.11.2026
ГСО 10861–2016	СО кажущейся вязкости моторного масла (СО ВЖ-НТ-ПА)	серийное	30.12.2026
ГСО 10870–2017	СО состава искусственной газовой смеси серосодержащих соединений (СС-Ю-0)	серийное	17.02.2027
ГСО 10871–2017	СО состава искусственной газовой смеси углеводородных газов (УГ-Ю-0)	серийное	17.02.2027
Приказ Росстандарта № 2388 от 26.10.2021 г. (начало приказа)			
ГСО 163–91П	СО состава сплава прецизионного типа 32НКД (С47)	серийное	30.08.2026
ГСО 299–92П	СО состава стали легированной типа 40ХН2МА (УНЛ11)	серийное	18.11.2026
ГСО 846–92П	СО состава стали легированной типа 36Х2Н2МФА (С20)	серийное	30.08.2026
ГСО 964–92П	СО состава стали легированной типа 4Х2В5МФ (С21)	серийное	30.08.2026
ГСО 1130–92П	СО состава сплава прецизионного типа Х27Ю5Т (С45)	серийное	30.08.2026
ГСО 1133–92П	СО состава стали углеродистой типа 60 (У5)	серийное	28.11.2026
ГСО 1377–93П	СО состава стали углеродистой типа 18ЮА (УНЛ2)	серийное	18.11.2026
ГСО 1378–91П	СО состава чугуна типа Л2 (Ч7)	серийное	18.11.2026
ГСО 1524–90П	СО состава шлака ванадиевого типа ШВд-1 (Ш9)	серийное	18.11.2026
ГСО 1572–91П	СО состава стали углеродистой типа 10 (У1)	серийное	28.11.2026
ГСО 1633–88П	СО состава стали легированной типа 08Х15Н24В4ТР (С33)	серийное	30.08.2026
ГСО 1772–88П	СО состава ферромолибдена типа ФМо50 (Ф17)	серийное	18.11.2026
ГСО 1809–91П	СО состава стали легированной типа 12Х1МФ (УНЛ6)	серийное	18.11.2026
ГСО 2746–83	СО состава марганца металлического азотированного типа Мн87Н6 (Ф29)	серийное	18.11.2026
ГСО 2748–92П	СО состава стали легированной типа 38Х2Н2МА (УНЛ15)	серийное	18.11.2026

ИНФОРМАЦИЯ ДЛЯ АВТОРОВ И ЧИТАТЕЛЕЙ

Журнал «Эталоны. Стандартные образцы» до 2020 года издавался под названием «Стандартные образцы».

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

Приоритетные задачи и направления журнала состоят в создании открытой площадки для обмена научной информацией, отражающей научные взгляды, результаты и достижения фундаментальных и прикладных исследований.

Журнал принимает к публикации передовые и оригинальные статьи, материалы аналитического, научно-исследовательского, научно-методического, консультативного и информационного характера; переводы статей, опубликованных в зарубежных журналах (при согласии правообладателя на перевод и публикацию); обзоры; комментарии и отчеты о мероприятиях.

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

ОСНОВНЫЕ РАЗДЕЛЫ ЖУРНАЛА:

Передовая статья

- Научно-методические подходы, концепции

Оригинальные статьи

- Эталоны
- 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.

Все рецензенты являются признанными специалистами по тематике рецензируемых материалов. Рецензии хранятся в издательстве и редакции в течение 5 лет.

Редакция журнала направляет авторам представленных материалов копии рецензий или мотивированный отказ в публикации.

Редакция журнала направляет копии рецензий в Министерство образования и науки Российской Федерации при поступлении соответствующего запроса.

Журнал придерживается стандартов редакционной этики в соответствии с международной практикой редактирования, рецензирования, издания и авторства научных публикаций и рекомендациями Комитета по этике научных публикаций.

Статьи, содержащие результаты диссертационных работ, публикуются вне очереди.

Плата за публикацию статей не взимается. Авторский гонорар не выплачивается. Автор статьи, разместивший материалы, получает печатный экземпляр журнала и дополнительную электронную версию статьи.

За достоверность информации, опубликованной в статьях и рекламных материалах, а также за то, что в материалах не содержится данных, не подлежащих открытой публикации, ответственность несут авторы и рекламодатели. Точка зрения редакции может не совпадать с мнением авторов.

Журнал входит:
в Перечень российских рецензируемых научных журналов, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученых степеней доктора и кандидата наук 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.

INFORMATION FOR AUTHORS AND READERS OF THE JOURNAL

Journal «Measurement standards. Reference materials»until 2020 was published under the name «Reference materials».

«Measurement standards. 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, related to issues of development and implementation of new standards for units of physical quantities, as well as issues related to standard samples of the composition and properties of substances and materials in the Russian Federation and abroad.

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.

The journal follows the standards of editorial ethics in line with the international practice of editing, reviewing, publishing, authorship of scientific publications and recommendations of the Committee on Publication Ethics.

Papers containing results of thesis works are published on a priority basis.

There is no publication or royalty fee.

An author who submitted a paper gets a printed version of the journal and an extra electronic version of the paper.

Authors and advertisers bear responsibility for the reliability of information in the published papers and advertising materials, as well as for the absence of data in the materials that are not subject to open publication.

The opinions expressed by authors in the journal do not necessarily reflect those of the editorial staff.

The journal is a part of the list of Russian reviewed scientific journals in which main scientific results of doctorate and candidate thesis works should be published.

International directory of scientific publications
Ulrichsweb Global Serials Directory;
The database of the All-Russian Institute for Scientific and Technical Information of the Russian Academy of Sciences (VINITI RAS)

The journal is indexed and archived in:

the Russian State Library

Russian Science Citation Index (RSCI)

electronic library «CyberLeninka»

The journal is a member of Cross Ref

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 «Эталоны. 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, УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им Д.И. Менделеева», главному редактору и на e-mail: uniim@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. Аффилиация авторов. И.О.Ф. автора; полное наименование организации (сокращенное наименование организации), г. Город, Российская Федерация; ORCID; e-mail.

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

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

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

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

7. Благодарности. В этом разделе упоминаются люди, помогавшие автору подготовить настоящую статью; организации,

оказавшие финансовую поддержку. Хорошим тоном считается выражение благодарности анонимным рецензентам. Приводятся на русском и английском языках.

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

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

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

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

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

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

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

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

9. Библиографическое описание документов оформляется в соответствии с требованиями ГОСТ Р 7.0.5–2008. Ссылаться нужно в первую очередь на оригинальные источники из научных журналов, включенных в глобальные индексы цитирования. Желательно использовать 20–40 источников. Из них за последние 3 года – не менее 50 %, иностранных – не менее пяти источников, самоцитирование – не более трех источников. Следует указать DOI или адрес доступа в сети «Интернет». Оформляется на русском и английском языках.

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

Правила рецензирования статьи

В журнале «Эталоны. 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).

Электронные версии статей размещаются на сайтах: журнала «Эталоны. 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

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 «Measurement standards. 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 – Affiliated Branch of the D.I. Mendeleev Institute for Metrology», 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.

1. 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.

2. 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 «Measurement standards. 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).

Electronic versions of papers are posted on the websites of the journal «Measurement standards. 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