

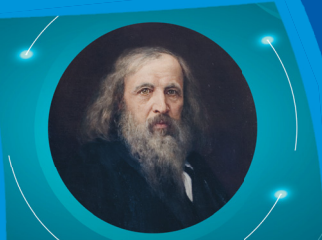
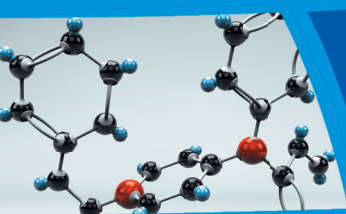
ISSN 2687-0886

ЭТАЛОНЫ СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Том
Vol. **16**

№ **2**

2020



**Measurement standards
Reference materials**

Всемирный день метрологии

Milton M., Donnellan A. **5** Послание от директоров МБМВ и МБЗМ

Страницы истории

Гинак Е. Б. **7** ВНИИМ в годы Великой отечественной войны: Эвакуация. Блокада. Память.

Эталоны

Витковский О. С., Тетерук Р. А., **17** Совершенствование государственного первичного специального эталона
Горобей В. Н., Мименова А. А.,
Фирсанов Н. А. единицы давления для разности давлений ГЭТ 95-75

Компан Т. А., Кулагин В. И., **21** Система метрологического обеспечения измерений единицы удельной
Власова В. В., теплоемкости в диапазоне температур от 260 до 870 К.
Кондратьев С. В., Пухов Н. Ф. Государственный первичный эталон и средства передачи

Стандартные образцы

Крылов А. И., Михеева А. Ю., **31** Аттестация стандартного образца «Диоксинов» в животном жире методом
Будко А. Г. танDEMной хромато-масс-спектрометрии

Современные методы анализа веществ и материалов

Трубачева Л. В., Лоханина С. Ю., **41** Применение ряда физико-химических методов анализа в ходе аттестации
Белова Т. И. многокомпонентного образца состава воды природной

Сличения

Шимолин Ю. Р., Трибушевская Л. А., **57** Межлабораторные сличительные испытания в области измерений
Остроухова Л. А. деформации

Вопросы ведения государственного реестра утвержденных типов стандартных образцов

Агишева С. Т. **63** Сведения о новых типах стандартных образцов

Агишева С. Т. **76** Сведения о стандартных образцах утвержденных типов, срок действия свидетельств которых продлен

Свидетельство о регистрации СМИ – ПИ № ФС 77-78423 от 29.05.2020 г.
ISSN 2687-0886

УЧРЕДИТЕЛЬ: ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д. И. Менделеева», 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.rmjjournal.ru

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

Журнал издаётся с 2005 года, до 2020 г. журнал издавался под названием «Стандартные образцы».
Периодичность издания – 4 раза в год.
Подписной индекс в каталоге агентств «Пресса России» – 10263.

Журнал входит в Перечень российских рецензируемых научных журналов ВАК.

Все права на наименование, авторские права на публикацию защищены.

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. Мнение редакции не всегда совпадает с точкой зрения авторов статей.

Перепечатка материалов полностью или частично, предпринимаемая в образовательных или исследовательских целях, возможна только со ссылкой на выходные данные журнала с обязательным указанием правообладателя и имен авторов статей. Материалы журнала доступны по лицензии Creative Commons "Attribution" («Атрибуция») 4.0 Всемирная

Подписано в печать 30.06.2020.
Дата выхода в свет 31.08.2020.
Формат 80×108/16. Печать офсетная.
Бумага ВХИ. Усл. печ. л. 63.
Тираж 300 экз. Заказ №12435.

© «Эталоны. Стандартные образцы», 2020

World Metrology Day

Milton M., Donnellan A. **5** Message from the BIPM and BIML directors

History Pages

Ginak E. B. **7** VNIIM during the Great Patriotic War. Evacuation. Siege. Memory

Measurement Standards

Vitkovskiy O. S., Teteruk R. A., Gorobey V. N., Pimenova A. A., Firsanov N. A. **17** Improvement of the state primary special standard of the pressure unit for the pressure difference GET 95-75

Kompan T. A., Kulagin V. I., Vlasova V. V., Kondratiev S. V., Pukhov N. F. **21** Metrological support system for measuring the unit of specific heat capacity in the temperature range from 260 to 870 K. State primary standard and transmission means

Reference Materials

Krylov A. I., Mikheeva A. Y., Budko A. G. **31** Application of gas chromatography with tandem mass spectrometry for certification of the reference material of "Dioxins" in animal fat

Modern Methods of Analyzing Substances and Materials

Trubacheva L. V., Lohanina S. Yu., Belova T. I. **41** Application of a number of physical and chemical analysis methods the assessment of a multicomponent sample composition of natural water

Comparisons

Shimolin Yu. R., Tribushevskaya L. A., Ostroukhova L. A. **57** Interlaboratory comparisons in the field of deformation measurements

Aspects of Maintaining the State Register of Type Approved Reference Materials

Agisheva S. T. **63** Data on new Reference Materials Approved in 2020

Agisheva S. T. **76** Data on Type Approved Reference Materials the Validity Period of which has been Extended

Mass media registration certificate – PI No FS 77-78423 of 29 May 2020
ISSN 2687-0886

FOUNDER:

D. I. Mendeleyev Institute for Metrology,
19 Moskovsky pr., St. Petersburg, 190005, Russian Federation

EDITORIAL OFFICE & PUBLISHER

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

PRINTING HOUSE:

OOO Universal'naya Tipografija «Al'fa Print»
620049, Sverdlovskaya oblast', Ekaterinburg, Avtomatiki ave., 2

The journal has been published since 2005, until 2020 the journal was published under the name «Reference materials».

The frequency of publication is 4 times a year.

Subscription index in the Press of Russia directory of agencies – 10263.

Journal materials are licensed under Creative Commons "Attribution" 4.0 Worldwide.

Subscription index in catalogue of agencies

"Pressa Rossii" – 10263.

Signed for printing: 30.06.2020.

Date of publication: 31.08.2020.

Sheet size 80x108/16. Offset printing.

Royal paper. Conventional printed sheets 6.3.

Number of copies 300. Order No 12042.

ГЛАВНЫЙ РЕДАКТОР

Медведевских Сергей Викторович

канд. техн. наук, директор УНИИМ – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт
метрологии им. Д. И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Российская Федерация

ЗАМЕСТИТЕЛЬ ГЛАВНОГО РЕДАКТОРА

Окрепилов Михаил Владимирович

д-р техн. наук, доцент, заместитель генерального директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»,
г. Санкт-Петербург, Российская Федерация

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Собина Егор Павлович

канд. хим. наук, заместитель директора
УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Российская Федерация

Кремлева Ольга Николаевна

и. о. заведующего отделом УНИИМ – филиал
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Российская Федерация

ОТВЕТСТВЕННЫЙ СЕКРЕТАРЬ

Когновицкая Елена Андреевна

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

ТЕХНИЧЕСКИЙ СЕКРЕТАРЬ

Тараева Наталия Сергеевна

старший инженер УНИИМ – филиал
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Российская Федерация

КОРРЕКТОР

Бортникова А. В.

ВЕРСТКА, ЦВЕТОКОРРЕКЦИЯ

Таскаев В. В.

РЕДАКЦИОННЫЙ СОВЕТ

Катков А. С.,

д-р техн. наук, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»,
г. Санкт-Петербург, РФ

Конопелько Л. А.,

д-р техн. наук, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»,
г. Санкт-Петербург, РФ

Крылов А. И.,

д-р хим. наук, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»,
г. Санкт-Петербург, РФ

Кулев Д. Х.,

д-р техн. наук, ГНУ ФГБНУ «ВНИИПД» Россельхозакадемии,
г. Санкт-Петербург, РФ

Кусельман И. И.,

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

Литвинов Б. Я.,

д-р техн. наук, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»,
г. Санкт-Петербург, РФ

Осинцева Е. В.,

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

Потапов А. И.,

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

Походун А. И.,

д-р техн. наук, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»,
г. Санкт-Петербург, РФ

Слаев В. А.,

д-р техн. наук, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»,
г. Санкт-Петербург, РФ

Степановских В. В.,

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

Сясько В. А.,

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

Чуновкина А. Г.,

д-р техн. наук, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»,
г. Санкт-Петербург, РФ

CHIEF EDITOR

Sergei V. Medvedevskikh

PhD (Eng.), Director of UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology,
Ekaterinburg, Russian Federation

DEPUTY CHIEF EDITOR

Mikhail V. Okrepilov

D. Sc. (Eng.), associate professor, deputy general director of
D. I. Mendeleev Institute for Metrology,
Saint Petersburg, Russian Federation

EDITORIAL TEAM

Egor P. Sobina

PhD (Chem.), deputy director of UNIIM – Affiliated
Branch of the D. I. Mendeleev,
Ekaterinburg, Russian Federation

Olga N. Kremleva

Department head of UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev
Institute for Metrology,
Ekaterinburg, Russian Federation

EXECUTIVE SECRETARY

Elena A. Kognovitskaya

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

TECHNICAL SECRETARY

Natalia S. Taraeva

Engineer of UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute
for Metrology,
Ekaterinburg, Russian Federation

PROOF-READER

Alena V. Bortnikova

LAYOUT, COLOUR CORRECTION

Vladislav V. Taskaev

EDITORIAL BOARD

Anna G. Chunovkina

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

Aleksandr S. Katkov,

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

Leonid A. Konopelko,

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

Anatoliy I. Krylov,

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

Dmitriy Kh. Kulev,

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

Ilya Kuselman,

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

Boris Ya. Litvinov,

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

Elena V. Osintseva,

PhD (Chem.), Yugra-PGS,
Surgut, Russian Federation

Anatoliy I. Pokhodun,

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

Anatoliy I. Potapov,

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

Valeriy A. Slayev,

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

Valeriy V. Stepanovskikh,

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

Vladimir A. Syasko,

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

■ ВСЕМИРНЫЙ ДЕНЬ МЕТРОЛОГИИ / WORLD METROLOGY DAY

Послание от директоров МБМВ и МБЗМ

ИЗМЕРЕНИЯ ДЛЯ МИРОВОЙ ТОРГОВЛИ



Вы когда-нибудь задумывались над тем, сколько продуктов и услуг продается по всему миру или сколько энергии пересекает границы как электричество или газ? Возможно, вам неизвестны точные цифры, и вы воспринимаете измерения как должное, доверяя тому, что делают производители, перевозчики и правительства для обеспечения честности и безопасности в торговле и транспортировке товаров.

К счастью, были созданы международные системы для обеспечения необходимого доверия и уверенности в том, что эти измерения точны и являются надежной основой для мировой торговли.

По данным Всемирной торговой организации (ВТО), мировая торговля продукцией в 2018 г. составила рекордные 19,67 триллионов долларов США. Если учесть то, что цена значительной доли мировой торговли продукцией определяется с использованием узаконненных единиц измерения, становится ясно, что метрология играет огромную и действительно важную роль в мировой торговле.

Технические регламенты и стандарты принимают правительства для защиты, как производителей, так и потребителей на национальном и международном уровнях. По оценкам Организации экономического сотрудничества и развития (OECD), около 80 % мировой торговли зависит от стандартов или регламентов. Должна действовать надлежащая система измерений для того, чтобы применение стандартов и правил не стало техническим барьером для торговли (ТБТ), который привел бы к увеличению затрат, препятствовал свободному потоку товаров или потребовал бы повторных испытаний.

Доверие к оценке соответствия спецификациям снижает затраты и повышает доверие к компаниям и потребителям; это подкреплено сильной и эффективной всемирной метрологической системой.

Мы все зависим от продукции, которая нам доставляется из ближайшего магазина или из страны на другом конце света. Точные измерения гарантируют, что товары и услуги, которые нам нужны, доставляются безопасно и надежно.

Являясь директорами Международного бюро законодательной метрологии (BIML) и Международного бюро мер и весов (BIPM), мы активно работаем над повышением важности измерений в мировой торговле для обеспечения справедливости, доверия и защиты и производителя и потребителя.

Мартин Мильтон
Директор МБМВ

Энтони Доннеллан
Директор МБЗМ



■ СТРАНИЦЫ ИСТОРИИ / HISTORY PAGES

DOI: 10.20915/2687-0886-2020-16-2-7-15

УДК 501:930.85

ВНИИМ В ГОДЫ ВЕЛИКОЙ ОТЕЧЕСТВЕННОЙ ВОЙНЫ: ЭВАКУАЦИЯ. БЛОКАДА. ПАМЯТЬ.

© Гинак Е. Б.

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

Поступила в редакцию – 13 апреля 2020 г.

Принята к публикации – 01 июня 2020 г.

В статье освещены различные аспекты деятельности Всесоюзного научно-исследовательского института метрологии (ВНИИМ) в годы Великой Отечественной войны: история эвакуации части эталонов и лабораторий, создания в апреле 1942 г. Свердловского филиала ВНИИМ, кадровые назначения, обусловленные условиями военного времени, деятельность Ученого совета ВНИИМ в Свердловском филиале и блокадном Ленинграде.

Отражены факторы, позволившие в блокадную зиму 1941–1942 гг. организовать работу ряда лабораторий ВНИИМ, в том числе эталонных и башенных часов, и сохранить жизни многих сотрудников: четкая работа штаба МПВО, получение электроэнергии благодаря размещению радиопередатчика для связи с «Большой землей», проживание сотрудников на территории института и др.

Рассказано о сохранении во ВНИИМ памяти о событиях военных лет и сотрудниках института, погибших на фронте и в блокаде.

Статья написана на основе исследований, проведенных в архивах Санкт-Петербурга, и воспоминаний сотрудников ВНИИМ, хранящихся в фондах Метрологического музея. Статья приурочена к 75-летию Победы в Великой Отечественной войне.

Ключевые слова: ВНИИМ им. Д. И. Менделеева, Великая Отечественная война, блокада Ленинграда, эвакуация, Свердловский филиал ВНИИМ, ученый совет ВНИИМ, Метрологический музей, памятник-стела Героям Института Метрологии

Ссылка при цитировании:

Гинак Е. Б. ВНИИМ в годы Великой Отечественной войны: Эвакуация. Блокада. Память // Эталоны. Стандартные образцы. 2020. Т. 16. № 2. С. 7–15. DOI: 10.20915/2687-0886-2020-16-2-7-15.

For citation:

Ginak E. B. VNIIM during the Great Patriotic War. Evacuation. Siege. Memory. *Measurement standards. Reference materials*. 2020; 16(2): 7–15. DOI: 10.20915/2687-0886-2020-16-2-7-15 (In Russ.).

VNIIM DURING THE GREAT PATRIOTIC WAR. EVACUATION. SIEGE. MEMORY.

© Elena B. Ginak

D.I. Mendeleev Institute for Metrology (VNIIM)
Saint Petersburg, Russia
e-mail: ginak@vniim.ru

Received – 13 April, 2020.

Accepted for publication – 1 June, 2020.

The article covers different aspects of the life of the All-Union D.I. Mendeleev Institute for Metrology (VNIIM) during the years of the Great Patriotic War: history of evacuation of part of measurement standards and laboratories and creation of VNIIM's filial branch in Sverdlovsk in April 1942, personnel appointments caused by the wartime conditions, activities of the Science Council of VNIIM in the Sverdlovsk Filial and sieged Leningrad.

The factors are reflected that allowed to organize in the siege winter of the 1941–1942 years work of a number of laboratories including the reference and the tower clocks and to save lives of many employees: the precise work of the Local Air Defence, the obtaining of electric energy due to the placing of radio-transmitter for connection with the Big Land, accommodation of employees on the territory of the Institute etc.

The article also tells about keeping the memory of the wartime events in VNIIM and the institute employees that fell on the front and during the siege.

The article was written on the base of investigations made in archives of Saint-Petersburg and memories of VNIIM employees, that are stored in the funds of the Metrological Museum. The article is timed to the 75th anniversary of the Victory in the Great Patriotic War.

Keywords: D.I. Mendeleev Institute for Metrology, The Great Patriotic War, The Siege of Leningrad, evacuation, VNIIM's Sverdlovsk Filial, the Science Council of VNIIM, Metrological Museum, monument stele to the heroes of the Institute of Metrology

Одной из наиболее ярких героических и в то же время трагических страниц в истории Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д. И. Менделеева (ВНИИМ) является его работа в годы Великой Отечественной войны. К началу войны в штате Института состояло более 600 человек (в том числе 200 научных сотрудников, из них 30 крупных ученых в различных областях измерений), в состав Института входили 25 научно-исследовательских отделов, Ленинградское управление мер и измерительных приборов и экспериментальный завод «Эталон». Были разработаны и функционировали 123 государственных и рабочих эталона.

Война нарушила нормальную жизнь страны и деятельность налаженной государственной системы обеспечения единства измерений. С самых первых дней войны работа ВНИИМ была перестроена для обслуживания оборонных нужд страны, преимущественно Ленинграда.

По решению Комитета по делам мер и измерительных приборов при СНК СССР основные научные кадры, ряд лабораторий ВНИИМ вместе с государственными эталонами и уникальным оборудованием был эвакуирован в Барнаул, Новосибирск, Томск, Казань, Киров, из них большая часть – в Свердловск, где в апреле 1942 г. был создан Свердловский филиал ВНИИМ.

Это решение пришло не сразу, а было продиктовано военными обстоятельствами. План эвакуации основных эталонов и наиболее ценного оборудования (как государственных ценностей) был разработан еще до начала войны. Первоначально местами эвакуации предполагались Москва, Харьков, (отчасти Воронеж), где уже имелись достаточно оборудованные базы для метрологических работ, при этом планировалось, что основная деятельность по поддержанию единства измерений будет проводиться во ВНИИМ. В конце июля 1941 г. ВНИИМ получил предписание Комитета по делам

мер и измерительных приборов при СНК СССР об эвакуации эталонного и другого ценного оборудования [1]. Вот как вспоминает эти события руководитель лаборатории электрических мер И. Н. Кротков: «День 22 июня 1941 г. полностью изменил планы и ход событий. Через несколько часов, то есть уже 22 июня вечером часть сотрудников лаборатории образцовых мер отправились в свои подразделения, согласно мобилизационным планам. Оставшаяся часть сотрудников в понедельник 23 июня сразу же энергично приступила к демонтажу большого количества эталонного оборудования с целью его эвакуации в сопровождении всей необходимой научно-технической документации. Работа, требующая большого умения и внимания, была в срок закончена, что обеспечило благополучную отправку эшелона с эталонным оборудованием всего института» [2]. Это был первый этап эвакуации.

Когда стало понятно, что война приняла затяжной характер, а Ленинград сам превратился в часть фронта, потребовалась разработка нового плана организации метрологических работ в стране на период военного времени.

1 сентября 1941 г. Комитет по делам мер и измерительных приборов организовал в Свердловске совещание представителей ВНИИМ, Московского государственного института мер и измерительных приборов (МГИМИП) и Уполномоченных комитета. После обсуждения протоколов Свердловского совещания на заседаниях Ученого совета ВНИИМ 4 октября и 7 октября 1941 г. были сформированы и направлены в Комитет по делам мер и измерительных приборов предложения ВНИИМ. Там отмечалось, что, рассмотрев сложившуюся ситуацию, Ученый совет предложил руководителям всех 25 лабораторий ВНИИМ «просмотреть указанные в протоколе Свердловского совещания перечни оборудования и составить на их основании списки того оборудования, которое можно дополнительно вывезти, не нарушая работу на оборону, а также текущую работу в Ленинграде» [3]. На основании предложений руководителей лабораторий был принят новый план развертывания метрологических работ, предусматривающий проведение дополнительной эвакуации, в частности, эвакуация подсобного имущества и материалов. Ученый совет также признал «целесообразным вместе с эвакуированным оборудованием эвакуировать сотрудников, которые могли бы в должной мере обслужить это оборудование для нужд страны» [4]. Было подчеркнуто, что «с точки зрения научной и практической целесообразности крайне важно собрать все лаборатории, если не на одной тер-

ритории, то хотя бы в одном городе, для облегчения взаимной связи» [5], собрать институт в новом месте. В октябре 1941 г. вопрос о выборе города еще не был решен окончательно, было отмечено: «впредь до решения общего вопроса об организации метрологической работы оставить эвакуированное оборудование в Свердловске, Кирове и Казани (оборудование электрических лабораторий)» [6].

Важнейшей задачей, поставленной перед метрологами, стала организация в кратчайшие сроки метрологического обеспечения перебазированных на Урал предприятий оборонной промышленности.

В Свердловск из ВНИИМ были эвакуированы: оптическая лаборатория, лаборатории концевых и штриховых мер длины, механическая, электромагнитная, термометрическая, манометрическая, массы. Их возглавляли ведущие ученые ВНИИМ – профессора М. Ф. Романова, К. Б. Карандеев и кандидаты технических наук М. Х. Платонов, М. М. Забежинский, Л. К. Каяк, В. В. Варнелло, Е. Т. Чернышев, С. В. Горбачевич, И. Н. Спиридович, И. Р. Лепин и другие.

В короткий срок прибывшее из Ленинграда оборудование было приведено в рабочее состояние и сотрудники ВНИИМ совместно с поверителями Свердловского управления мер и измерительных приборов приступили к поверкам и испытаниям широкого диапазона измерительных приборов на оборонных заводах Урала (динамометров, приборов твердости, наборов плоскопараллельных концевых мер и универсальных мерительных инструментов, инварных проволок и др.). Так, смонтированные, исследованные и запущенные в ход профессором М. Ф. Романовой два интерферометра Кестерса были единственными установками в области измерения длины в стране [7]. Уже в 1944 г., возвратившись из Свердловска в Ленинград, она восстановила работу своей лаборатории и завершила научные исследования. 18 декабря 1945 г. во ВНИИМ состоялась защита ее докторской диссертации «Измерение длины концевых мер с помощью световых волн», в 1946 г. решением ВАК ей была присуждена ученая степень доктора технических наук.

27 апреля 1942 г. последовал приказ Председателя комитета по делам мер и измерительных приборов А. П. Кузнецова об организации Свердловского филиала ВНИИМ при Свердловском управлении и о назначении Марка Исаевича Тульчинского временно исполняющим обязанности директора филиала ВНИИМ и Уполномоченного управления Комитета при Свердловском Облисполкоме (не без освобождения от обязанностей начальника сектора капитального

строительства Комитета), его заместителем становится Панкратов Семен Григорьевич (Уполномоченный Комитета при Свердловском Облсполкоме), заведующим лабораторией телеизмерительных приборов Свердловского управления – Романенко Михаил Петрович [8]. 11 мая 1942 г. директором филиала ВНИИМ в Свердловске назначают бывшего директора завода «Эталон» ВНИИМ А. Б. Бытенского, который руководил филиалом до 14 сентября 1945 г., М. И. Тульчинскому предписано сдать дела и возвратиться к исполнению обязанностей начальника сектора капитального строительства Комитета [9].

Наличие в Свердловске ведущих ученых-метрологов разных направлений позволило организовать не только практическую, но научную работу, в том числе деятельность Ученого совета ВНИИМ, которому еще до начала войны было предоставлено право приема к защите докторских и кандидатских диссертаций.

10 июля 1942 г. исполняющий обязанности директора ВНИИМ (с декабря 1941 г.) Н. Ф. Гаркуша был назначен директором ВНИИМ, Уполномоченным Комитета



Рис. 1. Николай Феодосиевич Гаркуша (1907–1980) – директор ВНИИМ в 1941–1945 гг.

Fig. 1. Nikolay Feodosievich Garkusha (1907–1980) – the director of the VNIIM in 1941–1945

при Леноблисполкоме (Исполкоме Ленинградского областного совета) и директором завода «Эталон» [10].

16 июля 1942 г. были внесены изменения в состав Ученого совета ВНИИМ, исключены: А. А. Иванов, А. Н. Доброхотов, Л. В. Залуцкий (скончались), а также те, кто перешёл на другую работу (в их числе бывший директор ВНИИМ Г. М. Крупицкий). Председателем Ученого совета был назначен Н. Ф. Гаркуша, председателем Совета Свердловского филиала ВНИИМ – А. Б. Бытенский, заместителем председателя – профессор М. Л. Цуккерман. В состав Совета вошли С. Я. Бейль, Н. И. Рудо, Б. В. Блинов. [11].

15 июля 1942 г. в Свердловске состоялось заседание Ученого совета, посвященное организации работы филиала ВНИИМ «в соответствии с нуждами обороны страны» (профессор М. Л. Цуккерман), где были рассмотрены «основные вопросы хранения государственных эталонов СССР в условиях военного времени»: эталоны длины (профессор В. А. Баринов), массы (Н. М. Рудо), эталоны в области электричества (Е. Т. Чернышев), световых эталонов (П. Н. Тиходеев); были также заслушаны сообщения о создании новых государственных эталонов: частоты (П. Н. Агалецкий), давления (И. И. Сидоров), лучистой энергии (профессор А. Н. Бойко). О работах по изготовлению специальных сплавов в вакууме и их применению для метрологических целей доложил Б. В. Блинов. На этом же заседании был поставлен вопрос о возбуждении ходатайства перед ВАК ВКПШ об утверждении Б. В. Блинова в ученой степени кандидата технических наук без защиты диссертации.

В целях обеспечения научного руководства деятельностью ВНИИМ в Ленинграде и его филиала в Свердловске состав Совета был расширен до 41 человек и утвержден приказом Комитета от 3 января 1943 г. [12].

В июле 1943 г. в Свердловске (так же, как и в Ленинграде) состоялось юбилейное заседание-сессия, посвященное 50-летию со дня основания Д. И. Менделеевым Главной палаты мер и весов. Были обсуждены вопросы о состоянии и хранении государственных эталонов в Свердловском филиале ВНИИМ, освещены важнейшие метрологические и научно-исследовательские работы Главной палаты мер и весов – ВНИИМ за 50 лет, рассмотрены планы работы филиала и Ученого совета на второе полугодие 1943 г. (докладчики профессора В. А. Баринов, С. В. Липин, М. Л. Цуккерман).

На эти заседания были приглашены члены Ученого совета ВНИИМ, находящиеся в других городах, в частности, П. Н. Агалецкий, который в это время был

в Томске. Состоялась также защита трех диссертаций на соискание ученой степени кандидатов технических наук (Н. М. Рудо «Теоретические основы и сравнительное исследование конструкции циферблатных весов», К. Е. Милославский «Объективный метод определения периода колебаний магнита при измерении момента инерции и напряженности эталона магнитного поля», О. Г. Архарова «Сравнительная оценка и выбор метода испытания защиты от рентгеновских лучей» [13].

Много сил и энергии сотрудники филиала ВНИИМ отдавали подготовке кадров метрологов и поверителей. 11 мая 1943 г. в соответствии с положением об аспирантуре ВНИИМ (утверждено Постановлением СНК СССР от 31 марта 1939 г. № 415) Комитет утвердил список аспирантов ВНИИМ при Свердловском филиале набора 1943 г., в количестве 7 человек: Н. Г. Бакрееву, Л. С. Чернобровкину, В. М. Вьюхину, З. А. Крутиховскую, Н. А. Яковкину, М. А. Барышникову, М. П. Макухину [14].

24 ноября 1943 г. в Свердловске прошла защита диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук Л. К. Каяка «О применении геодезических методов для измерения больших длин в машиностроении». Официальные оппоненты – профессора М. Ф. Романова и А. А. Яковкин. Диссертанту была присуждена ученая степень кандидата технических наук. Леонид Карлович Каяк (1912–1999) сначала был аспирантом лаборатории мер длины, затем руководителем лаборатории мер длины и отдела основных единиц и ученым-хранителем государственного эталона единицы длины (1938–1982). Он автор более 80 научных трудов. За выполнение работ по эвакуации, эвакуации и восстановлению эталонов награжден медалью «За доблестный труд в Великой Отечественной войне 1941–1945 гг.» (1946), орденом Трудового Красного Знамени (1966). В 1975 г. он стал лауреатом Государственной премии СССР.

В блокадном Ленинграде остались работать 12 лабораторий ВНИИМ, оказывая всемерную помощь фронту и организациям, работавшим для фронта. Научные исследования, проводимые лабораториями института, носили в основном прикладной характер и были направлены на разработку новых методов и средств измерений, используемых в авиации, артиллерии и на военно-морском флоте. Сотрудники лабораторий в полной мере разделили тяжелые испытания, которые выпали на долю осажденного города.

Успешная деятельность Института в условиях войны и блокады во многом зависела от четкой и организованной работы штаба Местной противовоздушной обо-

роны (МПВО). 22 июня 1941 г. все штабы, службы и силы МПВО, действующие на предприятиях Ленинграда, были приведены в боевую готовность. В отряд МПВО ВНИИМ вошли практически все оставшиеся в городе сотрудники (280 человек). Начальниками объекта являлись директора ВНИИМ: Г. М. Крупицкий (с 1938 по 1941 г.), затем Н. Ф. Гаркуша (с декабря 1941 по 1945 г.).



Рис. 2. Отделение отряда МПВО ВНИИМ, 1942 г.

Fig. 2. Department of VNIIM local air defence detachment, 1942

Бойцы отряда МПВО несли круглосуточное дежурство по противовоздушной обороне на объектах института, участвовали в строительстве оборонных укреплений, в аварийно-восстановительных работах и организации медицинской помощи.

Штаб МПВО ВНИИМ размещался в Главном здании института, в полуподвальном этаже, где все окна были заделаны кирпичной кладкой толщиной 0,5 м. Это здание, построенное еще в 1879 г. по специальному проекту (мощный фундамент, стены толщиной более 1 м, тройное остекление помещений) в годы войны играло особо важную роль в жизни и работе ВНИИМ. В 1941–1942 гг. штаб МПВО являлся местом, вокруг которого концентрировались все работоспособные сотрудники института. Благодаря особой планировке Главного корпуса полуподвальные помещения были единственным местом во ВНИИМ, где в блокадную зиму 1941–1942 гг. сохранялась температура выше 0 °С.

Здесь размещались как основные действующие лаборатории, так и 2 бомбоубежища 2-й категории (общая вместимость 202 человека) и газоубежище, что давало возможность укрываться не только сотрудникам института, но и всем живущим на его площадке.

Надо отметить, что первый жилой дом для метрологов был построен на территории Главной палаты мер



Рис. 3. Комплекс зданий Всероссийского научно-исследовательского института метрологии.

Fig. 3. The complex of buildings of the D.I. Mendeleev Institute of Metrology

и весов еще в 1897 г. по инициативе Д. И. Менделеева, квартиры сотрудников размещались и во многих других корпусах института. Когда в сентябре 1941 г. замкнулось кольцо блокады, ВНИИМ предоставил возможность жить на его территории метрологам, чьи дома оказались на захваченной территории. Вот как описывает это руководитель лаборатории времени ВНИИМ В. Л. Лассан: «К этому времени во ВНИИМ скопилось некоторое количество сотрудников, живших ранее в пригородах Ленинграда и лишившихся своего жилья, а также работников нашей системы, бежавших от немцев из Прибалтики. Все эти люди были размещены в лабораториях ВНИИМ, где были поставлены койки. Койки были расставлены во втором этаже и подвальных коридорах здания № 2» [15].

К концу осени 1941 г. положение в Ленинграде и, соответственно, в институте значительно ухудшилось: «Помимо наступающего голода был выключен ток, прекратило работу паровое отопление. В штабе МПВО ВНИИМ, лаборатории времени и других местах стали складывать из кирпичей печки-временки», — писал В. Л. Лассан.

Однако и в этих условиях лаборатория времени и электроизмерительная лаборатория не прекращали бесперебойную работу. Так, эталонные часы ВНИИМ всю войну служили источником точного времени для осажденного Ленинграда и фронта. Это было возможно благодаря тому, что на территории института разместили военную радиостанцию и один из семи секретных радиопередатчиков «Ольга», осуществлявший связь осажденного города с «Большой землей». Часть электроэнергии, предназначенной для его работы, было

разрешено использовать для нужд лабораторий (освещения и питания приемников). Об этом вспоминал К. П. Широков: «Правда, в самое тяжелое время электроснабжения не было, мы получали небольшое количество энергии от военной радиостанции, которая тогда была размещена в комнатах подвала, выходящих на север, но тратили мы эту энергию исключительно на подзарядку аккумуляторной батареи, чтобы она окончательно не погибла. Но когда возобновилось электроснабжение от Ленэнерго, хлопот было довольно много, так как электрохозяйство института пришлось в упадок, пришлось снимать с натуры схемы распределительных щитов, ремонтировать сети, электроустановки и т. д.» [16].

Во время блокады умерло 53 сотрудника ВНИИМ. Из воспоминаний А. А. Сергеевой, которая в это время была секретарем комсомольской организации Института: «В суровую холодную зиму 1941–1942 гг. усугубилось тяжелое положение — замерзли водопровод, канализация. Мы ходили за водой на Московский проспект, 22, где вода текла маленькой струйкой... Декабрь 1941 г. и январь 1942 г. — началась большая смертность от истощения — дистрофия. За несколько дней умерло 35 человек на территории ВНИИМ. В начале умирали мужчины, а весной женщины» [17].

В январе 1942 г. во ВНИИМ был создан стационар, где оказывалась помощь больным и наиболее пострадавшим от дистрофии, для них предусматривалось дополнительное питание.

В конце 1941 г. Ученый совет института вынужден был приостановить свою работу, которая возобновилась с 1 октября 1942 г. В приказе ВНИИМ № 77 отмечено: «Включение ВНИИМа Ленинградским горкомом ВКП(б) в список действующих оборонных учреждений, получение электроэнергии, пополнение личного состава Института рядом высококвалифицированных ученых и специалистов — все это создает необходимые предпосылки для нового подъема научной и практической деятельности Института, имеющей целью помочь всеми силами и средствами обороне страны и, в частности, армиям Ленинградского фронта и Краснознаменному Балтийскому флоту» [18].

Первое заседание Совета в новом составе состоялось 26 октября 1942 г. Оно было посвящено организации работы ВНИИМ и Ученого совета в условиях блокады (докладчики — Н. Ф. Гаркуша и А. И. Лебединский), а также ряду других вопросов, в частности, вопросу о присвоении ученого звания профессора доктору физико-математических наук А. И. Лебединскому, освобождению от кандидатских экзаменов руко-

дителя спецлаборатории С. А. Астафьева. В 1943 г. в Ленинграде состоялось семь заседаний Совета, где проходили защиты кандидатских диссертаций, рассматривались и решались текущие дела, а также отмечались юбилейные даты в истории метрологии [13].

В первые дни войны более 70 сотрудников ВНИИМ добровольцами ушло на фронт, многие вступили в Народное ополчение, большинство из них погибло в сражениях на подступах к Ленинграду.

В память о сотрудниках ВНИИМ, завода «Эталон» и Ленинградского управления мер и измерительных приборов, погибших в годы Великой Отечественной войны, в 1970 г. на территории института был установлен памятник-стела «Героям Института Метрологии». На нем обозначены 89 имен сотрудников, погибших на фронте и в блокаде Ленинграда. Большинство имен хорошо известно. Среди них: М. Н. Младенцев, первый заведующий Метрологическим музеем (погиб при артобстреле в 1941 г.), профессора Л. В. Залуцкий, А. Н. Доброхотов (погибли по дороге в эвакуацию в 1942 г.), профессор Л. Н. Богоявленский, научные сотрудники Э. Н. Герман, А. А. Юргенс, К. Н. Васильев, А. Н. Кузьмина, Л. А. Рубец, А. Н. Пылков, аспиранты И. И. Пушкарев, О. А. Вознесенская, В. М. Батурин (погибли во время блокады); кандидат технических наук, магнитолог И. Н. Зацепин, старший научный сотрудник химической лаборатории П. И. Хитаров, электромонтер С. А. Мамаев, технический инспектор весоизмерительной лаборатории Я. А. Витензон (погибли в боях за Ленинград). Сведения о них содержатся как в документах, так и в воспоминаниях сотрудников института, работавших во ВНИИМ в годы Великой Отечественной войны. Однако, к сожалению, еще оставались имена, о которых не было информации.

К 75-летию Победы в Метрологическом музее Росстандарта при ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» была проведена большая научно-исследовательская работа по поиску информации о сотрудниках ВНИИМ, чьи имена обозначены на памятнике.

Были изучены лицевые счета сотрудников ВНИИМ за 1941 г., которые чудом сохранились в архиве Института, а также документы (списки, донесения, рапорты и др.) о формировании и действии Ленинградской армии народного ополчения (ЛАО), хранящиеся в Центральном государственном архиве историко-политических документов (ЦГАИПД СПб), доступ к которым ранее был ограничен, а с 1991 г. стал возможен для исследователей. На многих делах там встречается надпись: «Рассекречено».



Рис. 4. Сотрудники ВНИИМ и потомки метрологов, погибших в годы Великой Отечественной войны у памятника «Героям института Метрологии», 8 мая 2015 г.

Fig. 4. VNIIM employees and descendants of metrologists who died during the Great Patriotic War at the monument to the Heroes of the Institute of Metrology, 8 May 2015.

Поиск был проведен также в основных электронных базах данных, появившихся в интернете в первом десятилетии XXI века: ОБД «Мемориал», «Память народа», Книга памяти «Ленинград. Блокада. 1941–1944» и др.

В результате была найдена информация почти про всех сотрудников, чьи имена размещены на памятнике-стеле. Ее можно посмотреть на сайте ВНИИМ: <https://museum.vniim.ru/spisok-pogib.html>. Поставленная задача – вспомнить каждого – выполнена, но поиск материалов будет продолжаться. Планируется дополнить информацию фотографиями сотрудников. Метрологический музей поддерживает контакты с семьями потомков героев-метрологов: Витензон, Прохоровыми, Парфеновыми, Зацепиными и др.

По традиции, установившейся во ВНИИМ, ежегодно в День Победы в знак памяти и благодарности тем, кто отдал свои жизни за нашу Родину, к памятнику возлагают цветы.

В 2015 г., к 70-летию Победы в Великой Отечественной войне, в Метрологическом музее была открыта новая экспозиция, посвященная деятельности ВНИИМ в 1941–1945 гг. В экспозицию вошли как предметы и документы из фонда музея, уже экспортировавшиеся ранее на временных выставках к 60-летию и 65-летию Победы («Свидетели войны», 2005 г.¹,

¹ Памятник-стела «Героям института Метрологии» // ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» [Электронный ресурс] URL: <https://museum.vniim.ru/spisok-pogib.html>. (дата обращения: 01.02.2020).

«Ученый совет в годы Великой Отечественной войны»²), так и новые материалы, поступившие в музей в год празднования 70-летия Победы.

Деятельность ВНИИМ в годы Великой Отечественной войны также представлена на сайте Института³.

²Выставка, посвященная деятельности Ученого совета ВНИИМ в годы Великой Отечественной войны // ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» [Электронный ресурс]. URL: <https://museum.vniim.ru/sovets-gw.html>. (дата обращения: 01.02.2020).

³Деятельность ВНИИМ в годы Великой Отечественной войны

Благодарности

Автор выражает благодарность главному хранителю фондов Метрологического музея Тарасовой Елене Владимировне за оказанную помощь при проведении данного исследования и подготовке настоящей статьи.

1941–1945 // ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» [Электронный ресурс]. URL: <https://museum.vniim.ru/wow.html>. (дата обращения: 01.02.2020).

ЛИТЕРАТУРА

1. ЦГАНТД СПб. Опись. 4. Дело. 4. Л. 1.
2. Архив Метрологического музея. Опись 3. Дело 31.
3. ЦГАНТД СПб. Опись. 4. Дело. 4. Л. 17.
4. ЦГАНТД СПб. Опись. 4. Дело. 4. Л. 17.
5. ЦГАНТД СПб. Опись. 4. Дело. 4. Л. 2.
6. ЦГАНТД СПб. Опись. 4. Дело. 4. Л. 18.
7. Колтик Е. Д., Гинак Е. Б. Вклад сотрудников ВНИИМ им. Д. И. Менделеева в Победу нашей страны в Великой Отечественной войне // Измерительная техника. 2000. № 4.
8. ЦГАНТД СПб. Опись. 4. Дело. 290. Л. 17.17 об.
9. ЦГАНТД СПб. Опись. 4. Дело. 4. Л. 32.
10. ЦГАНТД СПб. Фонд. 204. Опись 4. Дело 315. Л. 68.
11. ЦГАНТД СПб. Фонд. 204. Опись 4. Дело 315. Л. 63.
12. ЦГАНТД СПб. Фонд. 204. Опись 4. Дело 315. Л. 1.
13. Гинак Е. Б. Ученый совет ВНИИМ в годы Великой Отечественной войны (по материалам выставки к 65-летию Победы) // Измерительная техника. 2011. № 5. С. 70–72.
14. ЦГАНТД СПб. Фонд. 204. Опись 4. Дело 315. Л. 36.
15. Воспоминания В. Л. Лассана // ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» [Электронный ресурс]. URL: <https://museum.vniim.ru/lasan-mpvo.html>. (дата обращения: 01.02.2020).
16. Воспоминания К. П. Широкова // ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» [Электронный ресурс]. URL: <https://museum.vniim.ru/v-shirokov.html>. (дата обращения: 01.02.2020).
17. Архив Метрологического музея. Опись 3. Дело 27.
18. Архив Метрологического музея. Опись. 4. Дело 174. Л. 1.

REFERENCE

1. Central State Archive of Scientific and Technical Documentation of St. Petersburg. Inventory. 4. Case. 4. Sheet 1.
2. Archive of the Metrological Museum. Inventory 3. Case 31.
3. Central State Archive of Scientific and Technical Documentation of St. Petersburg. Inventory. 4. Case. 4. Sheet 17.
4. Central State Archive of Scientific and Technical Documentation of St. Petersburg. Inventory. 4. Case. 4. Sheet 17.
5. Central State Archive of Scientific and Technical Documentation of St. Petersburg. Inventory. 4. Case. 4. Sheet 2.
6. Central State Archive of Scientific and Technical Documentation of St. Petersburg. Inventory. 4. Case. 4. Sheet 18.
7. Koltik E. D., Ginak E. B. The contribution of the employees of VNIIM them. D. I. Mendeleev in the Victory of our country in the Great Patriotic War. Measurement Techniques. 2000;4. (In Russ.).
8. Central State Archive of Scientific and Technical Documentation of St. Petersburg. Inventory. 4. Case. 290. Sheet 17.
9. Central State Archive of Scientific and Technical Documentation of St. Petersburg. Inventory. 4. Case. 4. Sheet 32.
10. Central State Archive of Scientific and Technical Documentation of St. Petersburg. Fund. 204. Inventory. 4. Case. 315. Sheet 68.
11. Central State Archive of Scientific and Technical Documentation of St. Petersburg. Fund. 204. Inventory. 4. Case. 315. Sheet 63.
12. Central State Archive of Scientific and Technical Documentation of St. Petersburg. Fund. 204. Inventory. 4. Case. 315. Sheet 1.
13. Ginak E. B. Scientific Council of VNIIM during the Great Patriotic War (based on the materials of the exhibition dedicated to the 65th anniversary of the Victory). Measurement Techniques. 2011;5:70–72. (In Russ.).
14. Central State Archive of Scientific and Technical Documentation of St. Petersburg. Fund. 204. Inventory. 4. Case. 315. Sheet 36.
15. Memoirs of Lissan V. L. Available at: URL: <https://museum.vniim.ru/lasan-mpvo.html>. (accessed 01 February 2020). (In Russ.).
16. Memoirs of Shirokov K. P. Available at: URL: <https://museum.vniim.ru/v-shirokov.html>. (accessed 01 February 2020). (In Russ.).
17. Archive of the Metrological Museum. Inventory 3. Case 27.
18. Archive of the Metrological Museum. Inventory 4. Case 174. Sheet 1.



ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРЕ

Гинак Елена Борисовна – канд. истор. наук, заведующая Метрологическим музеем, доцент кафедры «Теоретическая и прикладная метрология» ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

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

INFORMATION ABOUT THE AUTHOR

Ginak Elena Borisovna – PhD (History), head of the museum of Metrology, associate professor of the department of Theoretical and Applied Metrology D.I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM).

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

■ ЭТАЛОНЫ / MEASUREMENT STANDARDS

DOI: 10.20915/2687-0886-2020-16-2-17-20

УДК 531.787.611, 531.787.3

СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ ГОСУДАРСТВЕННОГО ПЕРВИЧНОГО СПЕЦИАЛЬНОГО ЭТАЛОНА ЕДИНИЦЫ ДАВЛЕНИЯ ДЛЯ РАЗНОСТИ ДАВЛЕНИЙ ГЭТ 95–75

© Витковский О. С., Тетерук Р. А., Горобей В. Н., Пименова А. А., Фирсанов Н. А.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева»
(ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), г. Санкт-Петербург, Россия
e-mail: O. S. Vitkovskiy@vniim.ru

Поступила в редакцию – 05 февраля 2020 г., после доработки – 17 февраля 2020 г.

Принята к публикации – 01 марта 2020 г.

Данная статья посвящена совершенствованию государственного первичного специального эталона единицы давления для разности давлений ГЭТ 95–75. В статье изложены этапы и результаты работ по совершенствованию эталона.

Ключевые слова: эталон, совершенствование, давление, разность давлений, микроманометр

DOI: 10.20915/2687-0886-2020-16-2-17-20

IMPROVEMENT OF THE STATE PRIMARY SPECIAL STANDARD OF THE PRESSURE UNIT FOR THE PRESSURE DIFFERENCE GET 95–75

© Oleg S. Vitkovskiy, Roman A. Teteruk, Vladimir N. Gorobey, Anastasiya A. Pimenova, Nikita A. Firsanov

D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM),
Saint Petersburg, Russia
E-mail: O. S. Vitkovskiy@vniim.ru

Received – 05 February, 2020. Revised – 17 February, 2020.

Accepted for publication – 01 March, 2020.

Ссылка при цитировании:

Совершенствование государственного первичного специального эталона единицы давления для разности давлений ГЭТ 95–75 / О. С. Витковский [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2020. Т. 16. № 2. С. 17–20. DOI: 10.20915/2687-0886-2020-16-2-17-20.

For citation:

Vitkovskiy O. S., Teteruk R. A., Gorobey V. N., Pimenova A. A., Firsanov N. A. Improvement of the state primary special standard of the pressure unit for the pressure difference GET 95–75. *Measurement standards. Reference materials*. 2020; 16(2): 17–20. DOI: 10.20915/2687-0886-2020-16-2-17-20 (In Russ.).

This article is devoted to improving the state primary special standard of the pressure unit for the pressure difference of the GET 95–75. The article describes the stages and results of work to improve the standard.

Keywords: standard, improvement, pressure, pressure difference, micromanometer

Введение

Государственный первичный специальный эталон единицы давления для разности давлений ГЭТ 95–75 возглавляет государственную поверочную схему для средств измерений разности давлений до $4 \cdot 10^4$ Па [1]. Эталон разработан в 1970-е гг. Был усовершенствован и исследован в конце 1990-х гг. во ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» [2–5].

В основу эталона положен метод независимого воспроизведения разности давлений с помощью комплекса микроманометров и грузопоршневых манометров различных типов с взаимно перекрывающимися диапазонами измерений, а именно – набор из трех приборов: микроманометр весовой колокольный, микроманометр компенсационный с лазерной системой отсчета и микроманометр грузопоршневой с нецилиндрическим поршнем на газовой смазке, для трех различных диапазонов давления, а также аппаратура для создания и поддержания давления.

В настоящее время в Российской Федерации имеются несколько десятков вторичных эталонов и несколько сотен эталонов 1-го разряда, находящихся в эксплуатации в центрах стандартизации и метрологии, а также в различных компаниях. Кроме того, от национального первичного специального эталона России осуществляется передача единицы давления национальным эталоном Казахстана и Беларуси.

В 2010 г. эталон участвовал в ключевых сличениях национальных эталонов единицы давления в диапазоне 100–5000 Па (СОМЕТ.М.Р-К14). В сличении участвовало 4 страны: Германия (являлась пилотом), Россия, Чехия, Литва. У России на данный момент 3 строки СМС в диапазоне разности давлений.

Эталон обеспечивает решение задач в приоритетных направлениях развития науки и техники, таких как создание транспортных, авиационных и космических систем, энергетика и энергосбережение, специальная техника, технологии создания новых поколений ракетно-космической, авиационной и морской техники и многих других.

Между тем для решения указанных задач возникает потребность в создании и применении средств измерений разности давлений нового поколения с повышенной точностью и расширенным диапазоном. В связи с этим появилась необходимость в совершенствовании эталонной базы, в том числе первичного эталона.

В 2017 г. начались работы по совершенствованию государственного первичного специального эталона единицы давления для разности давлений. Выполнение мероприятий по совершенствованию эталона ГЭТ 95–75 было направлено на расширение функциональных возможностей эталона:

- в части расширения пределов измерений диапазона воспроизведения и передачи единицы давления – увеличение верхнего предела измерений от 40 кПа до 100 кПа и уменьшение нижнего предела измерений от 0,1 до 0,05 Па;

- в части повышения точности воспроизведения и передачи единицы давления – в 1,5–2 раза.

Расширение калибровочно-измерительных возможностей в области измерений разности давлений необходимо для обеспечения метрологических характеристик эталона на уровне ведущих стран мира в соответствии с «Соглашением о взаимном признании национальных эталонов и сертификатов калибровки и измерений, выдаваемых национальными метрологическими институтами» (CIPM MRA).

Совершенствование эталона

Совершенствование эталона производилось путем поэтапной модернизации каждого микроманометра из состава эталона.

Микроманометр весовой колокольный (МВК) основан на принципе уравнивания действия давлений на колокола, подвешенные к чашкам равноплечих весов.

До модернизации воспроизводил единицу давления в диапазоне от 0,1 до $1 \cdot 10^2$ Па, $СКО \leq 0,05$ Па.

Совершенствование микроманометра МВК реализовано за счет введения в конструкцию современных высокоточных весов-компаратора, новой весовой части и новых измерительных колоколов. Исследования подтвердили, что таким образом повысилась точность измерений $СКО \leq 0,025$ Па. Диапазон измерений расширился за счет уменьшения нижнего предела измерений от 0,1 Па до 0,05 Па за счет чувствительности весов.

Микроманометр компенсационный с лазерной системой отсчета (МКШ) основан на уравнивании действия давления столбом жидкости. Воспроизводил единицу давления в диапазоне от 100 до $5 \cdot 10^3$ Па, $СКО \leq 0,08$ Па.

Совершенствование микроманометра (МКШ) выполнено за счет введения в конструкцию нового лазерного отчетного устройства взамен микроскопа и дополнительной системы контроля температуры микроманометра и параметров окружающей среды. Совершенствование микроманометра МКШ позволило повысить точность измерений микроманометра в 2 раза ($СКО \leq 0,04$ Па).

Микроманометр грузопоршневой с нецилиндрическим поршнем на газовой смазке МКП основан на принципе динамического взаимодействия тела и потока воздуха. Воспроизводит единицу давления в диапазоне от 10^3 Па до $4 \cdot 10^4$ Па, $СКО \leq 0,4$ Па.

Совершенствование микроманометра МКП реализовано за счет замены его специально разработанными грузопоршневыми манометрами МГП. Современный грузопоршневой манометр позволил повысить точность измерений в 2 раза ($СКО \leq 0,2$ Па). Кроме того, был расширен диапазон измерений за счет увеличения верхнего предела измерений с 40 кПа до 100 кПа.

Общий вид усовершенствованного эталона ГЭТ 95 приведен на рис. 1.

Метрологические характеристики эталона, до совершенствования и после, приведены в табл. 1.

Выводы

На 2020 г. запланирована разработка обновленной государственной поверочной схемы для средств измерений разности давлений до $1 \cdot 10^5$ Па.

Результаты проведенных работ удовлетворяют требованиям технического задания на совершенствование эталона. Работы, запланированные на 2017–2019 гг., выполнены в полном объеме. Полученные результаты исследований подтвердили правильность технических решений, принятых при совершенствовании эталона ГЭТ 95–75.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.



Рис. 1. Общий вид усовершенствованного эталона ГЭТ 95

Fig. 1. General view of the advanced standard GET 95

Таблица 1. Метрологические характеристики эталона ГЭТ 95

Table 1. Metrological characteristics of the standard GET 95

Микроманометр	Метрологические характеристики до совершенствования эталона	Метрологические характеристики после совершенствования эталона
МВК	Диапазон: от 0,1 до 100 Па СКО: 0,05 НСП: 0,05	Диапазон: от 0,05 до 150 Па СКО: 0,025 НСП: 0,025
МКШ	Диапазон: от 100 до 5000 Па СКО: 0,08 НСП: 0,3	Диапазон: от 50 до 5000 Па СКО: 0,04 НСП: 0,15
МКП – МГП	Диапазон: от 5 до 40 кПа СКО: 0,4 НСП: 0,8	Диапазон: от 5 до 100 кПа СКО: 0,2 НСП: 0,4
ГЭТ 95	Диапазон: от 0,1 Па до $4 \cdot 10^4$ Па	Диапазон: от 0,05 до $1 \cdot 10^5$ Па

ЛИТЕРАТУРА

- ГОСТ 8.187–76 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Государственный специальный эталон и общесоюзная поверочная схема для средств измерений разности давлений до $4 \cdot 10^4$ Па. М.: Изд-во стандартов, 1976. 9 с.
- Витковский О. С. Государственный первичный специальный эталон единицы давления для разности давлений ГЭТ 95–75. Российская метрологическая энциклопедия: [в 2 т.] / подгот. и издана под ред. В. В. Окрепилова. 2-е изд. Санкт-Петербург: Лики России, 2015. Т. 1. С. 317–319.

3. Горобей В. Н. Государственный специальный эталон единицы давления для разности давлений // Измерительная техника. 2002. № 6. С. 3–4.
4. Белик Н. И. Приборы для измерений малых разностей давлений газов. М. : Машгиз, 1957. 227 с.
5. Хансуваров К. И., Цейтлин В. Г. Техника измерения давления, расхода, количества и уровня жидкости, газа и пара. М. : Изд-во стандартов, 1989. 288 с.

REFERENCE

1. GOST 8.187–76 Gosudarstvennaya sistema obespecheniya yedinstva izmereniy (GSI). Gosudarstvennyy spetsial'nyy etalon i obshcheyoznaya poverochnaya skhema dlya sredstv izmereniy raznosti davleniy do $4 \cdot 10^4$ Pa [State system for ensuring the uniformity of measurements (GSI). The state special standard and the all-Union calibration scheme for pressure difference measuring instruments up to $4 \cdot 10^4$ Pa]. Standards Publ. Moscow, 1976. 9 p.
2. Vitkovsky O. S. Gosudarstvennyi pervichnyi spetsial'nyi etalon edinitsy davleniia dlia raznosti davlenii GET 95–75 [State primary special standard of pressure unit for pressure difference GET 95–75]. In Okrepilov V. V. (ed.) Russian metrological encyclopedia: in 2 vol. St. Petersburg, 2015. Vol. 1. pp. 317–319. (In Russ.).
3. Gorobei V. N. Gosudarstvennyi spetsial'nyi etalon edinitsy davleniia dlia raznosti davlenii [State special standard of pressure unit for pressure difference]. Measurement Techniques. 2002;6:3–4. (In Russ.).
4. Belik N. I. Pribory dlia izmerenii malykh raznostei davlenii gazov [Instruments for measuring small differences in gas pressures]. Mashgiz Publ. Moscow, 1957. 227 p. (In Russ.).
5. Khansuvarov K. I., Tseitlin V. G. Tekhnika izmereniia davleniia, raskhoda, kolichestva i urovnia zhidkosti, gaza i para [Technique for measuring pressure, flow, quantity and level of liquid, gas and steam]. Standards Publ. Moscow, 1989. 288 p. (In Russ.).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Витковский Олег Сергеевич – канд. техн. наук, научный сотрудник ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева».
Российская Федерация, 190005,
г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19
e-mail: O. S. Vitkovskiy@vniim.ru

Тетерук Роман Анатольевич – канд. техн. наук, руководитель научно-исследовательского отдела государственных эталонов в области измерений давления ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева».
Российская Федерация, 190005,
г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19
e-mail: R. A. Teteruk@vniim.ru

Горобей Владимир Николаевич – канд. техн. наук, руководитель лаборатории ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева». Российская Федерация, 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19
e-mail: V. N. Gorobey@vniim.ru

Пименова Анастасия Александровна – инженер первой категории ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева».
Российская Федерация, 190005,
г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19
e-mail: A. A. Pimenova@vniim.ru

Фирсанов Никита Александрович – инженер ФГУП
«Всероссийский научно-исследовательский институт метро-
логии им. Д. И. Менделеева».
Российская Федерация, 190005,
г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19
e-mail: N. A. Firsanov@vniim.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Oleg S. Vitkovskiy – PhD (Engineering), researcher
D. I. Mendeleyev Institute for Metrology.
19 Moskovsky ave.,
St. Petersburg, 190005, Russian Federation
e-mail: O. S. Vitkovskiy@vniim.ru

Roman A. Teteruk – PhD (Engineering), head of the research department of state standards in the field of pressure measurements, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology.
19 Moskovsky ave.,
St. Petersburg, 190005, Russian Federation
e-mail: R. A. Teteruk@vniim.ru

Vladimir N. Gorobey – PhD (Engineering), head of laboratory
D. I. Mendeleyev Institute for Metrology.
19 Moskovsky ave.,
St. Petersburg, 190005, Russian Federation
e-mail: V. N. Gorobey@vniim.ru

Anastasiya A. Pimenova – engineer D.I. Mendeleyev Institute for Metrology.
19 Moskovsky ave.,
St. Petersburg, 190005, Russian Federation
e-mail: A. A. Pimenova@vniim.ru

Nikita A. Firsanov – engineer D. I. Mendeleyev Institute for Metrology.
19 Moskovsky ave.,
St. Petersburg, 190005, Russian Federation
e-mail: N. A. Firsanov@vniim.ru

СИСТЕМА МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ЕДИНИЦЫ УДЕЛЬНОЙ ТЕПЛОЕМКОСТИ В ДИАПАЗОНЕ ТЕМПЕРАТУР ОТ 260 ДО 870 К. ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ПЕРВИЧНЫЙ ЭТАЛОН И СРЕДСТВА ПЕРЕДАЧИ

© Компан Т. А., Кулагин В. И., Власова В. В., Кондратьев С. В., Пухов Н. Ф.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева»
(ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), г. Санкт-Петербург, Россия
e-mail: T.A. Kompan@vniim.ru

Поступила в редакцию – 15 апреля 2020 г., после доработки – 20 мая 2020 г.
Принята к публикации – 01 июня 2020 г.

В статье приведены результаты создания нового государственного первичного эталона единицы удельной теплоемкости и средств передачи единицы удельной теплоемкости, эталонных мер из различных материалов. Приведены основные конструктивные особенности созданного калориметра, его метрологические характеристики и результаты измерения удельной теплоемкости исследованных материалов, включенных в состав эталона в качестве эталонных мер удельной теплоемкости, а также сравнение полученных результатов с данными других авторов.

METROLOGICAL SUPPORT SYSTEM FOR MEASURING THE UNIT OF SPECIFIC HEAT CAPACITY IN THE TEMPERATURE RANGE FROM 260 TO 870 K. STATE PRIMARY STANDARD AND TRANSMISSION MEANS

© Tatiana A. Kompan, Valentin I. Kulagin, Viktoriya V. Vlasova, Sergey V. Kondratiev, Nikolay F. Pukhov

D.I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), Saint Petersburg, Russia
e-mail: T.A. Kompan@vniim.ru

Received – 15 April, 2020. Revised – 20 May, 2020.
Accepted for publication – 01 June, 2020.

The article presents the results of creating a new state primary standard for the specific heat capacity unit and means for transmission of the unit to other devices, namely, reference measures from various materials. The main structural

Ссылка при цитировании:

Система метрологического обеспечения измерений единицы удельной теплоемкости в диапазоне температур от 260 до 870 к. Государственный первичный эталон и средства передачи / Т. А. Компан [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2020. Т. 16. № 2. С. 21–29 DOI: 10.20915/2687-0886-2020-16-2-21-29.

For citation:

Kompan T. A., Kulagin V. I., Vlasova V. V., Kondratiev S. V., Pukhov N. F. Metrological support system for measuring the unit of specific heat capacity in the temperature range from 260 to 870 k. State primary standard and transmission means. *Measurement standards. Reference materials*. 2020;16(2): 21–29. DOI: 10.20915/2687-0886-2020-16-2-21-29 (In Russ.).

features of the created calorimeter, its metrological characteristics are described. The data on the specific heat capacity of some materials, considered as the reference measures of specific heat, are shown. The experimental data are compared with data, published by other researchers.

Введение

Установки, воспроизводящие единицу удельной теплоемкости, созданы, эксплуатируются и продолжают совершенствоваться в большинстве промышленно развитых стран, таких как США (NIST) [1, 2], Германия (PTB) [3], Великобритания (NPL) [4, 5], японский метрологический институт (NML) [6, 7]. Практически все эти установки функционируют в интервале температуры от 273 до 800 К. В качестве основного метода измерения используется периодический ввод тепла в адиабатических условиях. Этот метод обеспечивает максимальную точность и, по сути, является негласным стандартом для данного вида измерений.

В России эталон удельной теплоемкости был создан в 1974 г. (ГЭТ-60–74) [8]. Со времени создания эталон выработал свой ресурс. В то же время за прошедшие десятилетия вырос парк средств измерений удельной теплоемкости и взаимосвязанных теплофизических свойств, данные по которым необходимы в приоритетных областях промышленности. Для актуализации системы обеспечения единства измерений удельной

теплоемкости, отвечающей изменившимся требованиям, во ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» в период с 2017 по 2019 г. была проведена работа по усовершенствованию эталонного комплекса, основанная на новых конструктивных решениях.

Аппаратура

Усовершенствованный государственный первичный эталон единицы удельной теплоемкости ГЭТ 60–2019 представляет собой комплекс средств измерений, служащий для воспроизведения, хранения единицы удельной теплоемкости и передачи ее размера вторичным эталонам. Комплекс средств измерений первичного эталона включает: калориметр адиабатический КА-С4; набор эталонных мер удельной теплоемкости; калориметр-компаратор для передачи единицы вторичным эталонам – мерам удельной теплоемкости.

Внешний вид комплекса средств измерений первичного эталона представлен на рис. 1а и 1б:

В ходе совершенствования ГПЭ были решены следующие задачи:

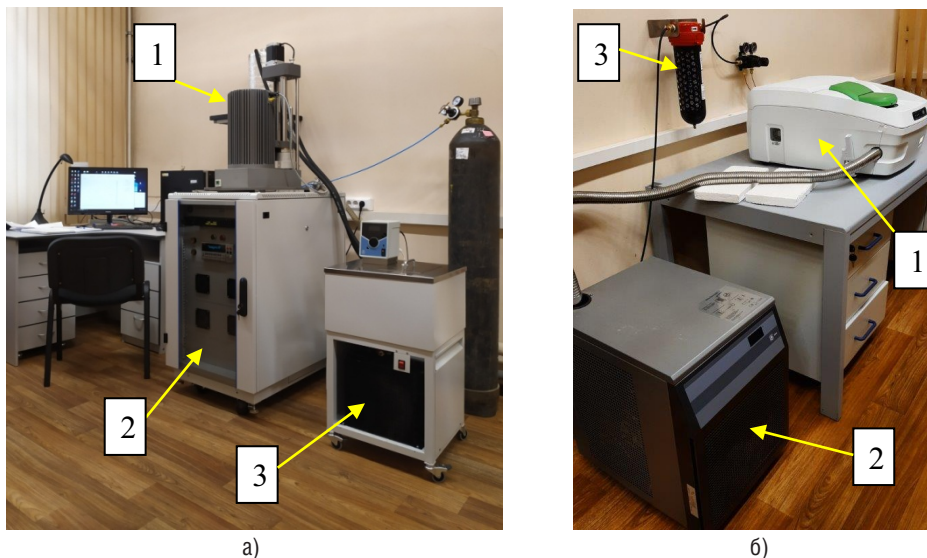


Рис. 1. Комплекс государственного первичного эталона единицы удельной теплоемкости ГЭТ 60–2019.

Рис. 1а. Адиабатический калориметр КА-С4: 1 – блок калориметра с измерительной ячейкой, 2 – блок измерительной аппаратуры, 3 – блок охлаждения.

Рис. 1б. Компаратор: 1 – дифференциальный сканирующий калориметр, 2 – блок охлаждения, 3 – фильтр-осушитель.

Fig. 1. The complex of the state primary standard for the specific heat capacity GET 60–2019.

Fig. 1a. Adiabatic calorimeter KA-C4: 1 – calorimeter unit with measuring cell, 2 – instrumentation unit, 3 – cooling unit;

Fig. 1b. Comparator: 1 – differential scanning calorimeter, 2 – cooling unit, 3 – filter-drier

– расширен диапазон воспроизведения единицы удельной теплоемкости – повышена верхняя граница диапазона воспроизведения единицы до 2900 Дж/(кг·К) для метрологического обеспечения единства измерений удельной теплоемкости средств измерений и материалов в соответствии с требованиями науки и техники;

– расширен диапазон рабочей температуры от 260 до 870 К, что позволит осуществлять сличения с государственными специальными эталонами единицы удельной теплоемкости твердых тел ГЭТ 67–2013 и ГЭТ 79–2019.

– созданы средства передачи единицы удельной теплоемкости.

Калориметр адиабатический КА-С4 из состава государственного первичного эталоны единицы удельной теплоемкости твердых тел

Адиабатический калориметр, созданный в рамках совершенствования эталона единицы удельной теплоемкости, построен по классической схеме: образец (образцы) находятся в центральной ячейке (рис. 2).

Ячейка выполнена в форме цилиндра высотой 125 мм, и диаметром 42 мм с функциональными вертикальными каналами. Для упрощения технологии изготовления ячейка состоит из набора идентичных дисков.

Для уменьшения теплообмена ячейки с торцов она снабжена дополнительными крышкой и дном. Для той же цели (для уменьшения теплообмена с окружением) центральная ячейка калориметра окружена двумя концентрическими адиабатическими оболочками. Адиабатические оболочки выполнены из материала с высокой теплопроводностью, что создает условия в центральной части калориметра, близкие к изотермическим. Нагреватели оболочек размещены на наружных поверхностях оболочек, а термопреобразователи размещены на их внутренних поверхностях. С помощью нагревательного элемента внешней оболочки задается требуемая температура термостатирования. Управление работой калориметра осуществляется при помощи блока регулирования и измерения температуры и компьютера.

Для повышения чувствительности и минимизации погрешностей масса ячейки сделана минимально воз-

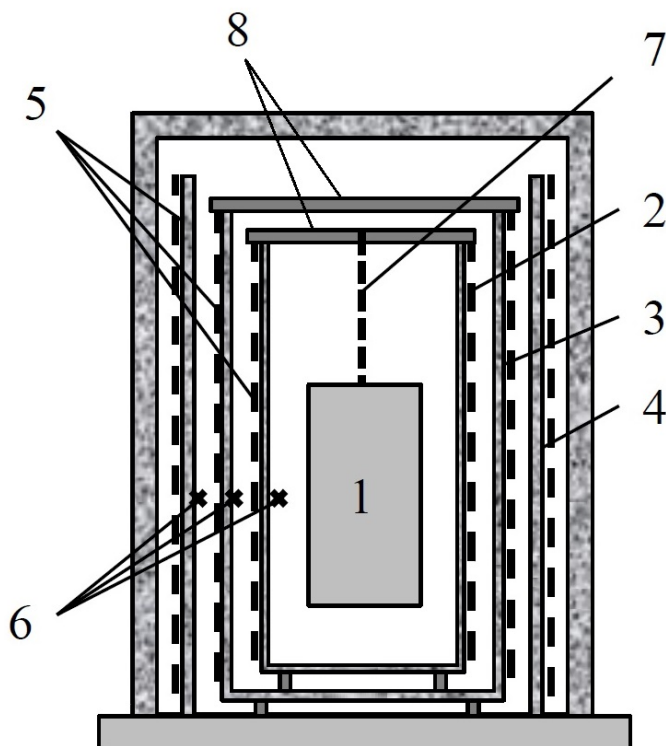


Рис. 2. Калориметр в разрезе: 1 – калориметрическая ячейка; 2, 3 – адиабатические оболочки; 4 – внешняя теплоизолирующая оболочка с фоновым нагревателем; 5 – нагреватели адиабатических оболочек и фоновый нагреватель; 6 – термопреобразователи; 7 – нить подвеса; 8 – крышки

Fig. 2. The section of calorimeter: 1 – calorimetric cell; 2, 3 – adiabatic shells; 4 – external insulating jacket with background heater; 5 – adiabatic shells heaters and background heater; 6 – thermal converters; 7 – suspension thread; 8 – covers

мальной. Образцы находятся в вертикальных цилиндрических каналах в центральной ячейке калориметра. В аналогичных каналах расположены термопреобразователи, отдельно – для системы формирования теплового режима и для измерения температуры. Нагреватель ячейки также расположен в каналах в теле ячейки. Для уменьшения перепадов температуры (неизотермичности) в центральной ячейке калориметра в конструкции реализована концепция распределенного нагревателя. Нагреватель разбит на 38 последовательно соединенных секций, также расположенных в каналах центральной ячейки так, что расстояние по материалу тела ячейки от нагревателя до ближайшего канала с образцом составляет всего 1–2 миллиметра.

В процессе измерения к ячейке периодически подается известное количество тепла, и измеряется вызванное этим повышение температуры ячейки с образцом. Теплоемкость ячейки без образцов определяется в аналогичном опыте. Разность между теплоемкостями (тепловыми эквивалентами) калориметра с образцом и пустого калориметра позволяет определить теплоемкость образца. Удельная теплоемкость находится делением полной теплоемкости на массу образцов, которая определяется в отдельном измерении.

Эксплуатация калориметра показала, что два контура системы автоматического регулирования обеспечивают качество адиабатичности (минимизацию теплообмена между калориметрической ячейкой и охранными оболочками), характеризующее следующими показателями:

- значение поправки к измеренному подъему температуры на неадиабатичность в главном периоде опыта $\delta_1 = K \cdot S \cdot (t_{06} - t_k) d\tau$ не превышает величины 0,001 К;
- значения температурных ходов в начальном и конечном периодах опыта не превышают величин $(1-3) \cdot 10^{-6}$ К/с;

- среднее отклонение поддерживаемой разности температуры между контейнером и первой (внутренней) оболочкой от задания в начальном и конечном периодах опыта не превышает величины $(1-5) \cdot 10^{-5}$ К.

Приведенные выше характеристики работы адиабатического калориметра позволили обеспечить воспроизводимость результатов измерения теплового эквивалента калориметра, т.е. среднеквадратичное отклонение экспериментальных точек от сглаженной кривой, не превышающее 0,05 % в интервале температур 260–870 К.

В совокупности инновационные технические решения – распределенный нагреватель, минимизация массы центральной ячейки обеспечивают наилучшую равномерность температурного поля в калориметре

с образцами, что выгодно отличает данный калориметр от аналогов, существенно повышает точность измерений и обеспечивает более высокую достоверность значений измеряемой температуры.

Еще одним преимуществом созданного калориметра является возможность измерения теплоемкости цилиндрических образцов длиной от 10 до 50 мм. Образцы аналогичной формы и размеров применяются в эталонной единицы температурного коэффициента линейного расширения твердых тел ГЭТ 24–2018. Т.е. эталонный калориметр может быть применен для многофакторного исследования широкой номенклатуры материалов.

Таким образом, предлагаемый адиабатический калориметр позволяет исследовать широкую номенклатуру материалов и изделий с одновременным повышением точности измерений и расширением температурного диапазона.

Основные метрологические характеристики созданного эталонного комплекса приведены в табл. 1.

Для косвенной проверки корректности нашей оценки метрологических характеристик комплекса ГПЭ единицы удельной теплоемкости было выполнено сравнение результатов, полученных во ВНИИМ, с обобщением результатов измерения теплоемкости сапфира исследователями ряда ведущих стран, выполненным в NIST [9]. Это сравнение отображено на рис. 3.

Из рис. 3 видно, что полученные расхождения результатов единичных измерений теплоемкости лейкосапфира не превышают нашей оценки расширенной неопределенности усовершенствованного эталона и не содержат значимых систематических ошибок.

Меры удельной теплоемкости и система передачи

Одной из задач совершенствования государственного первичного эталона единицы удельной теплоемкости было создание комплекта эталонных мер для воспроизведения и передачи единицы от первичного эталона ГЭТ 60–2019 средствами измерения, функционирующим в данной области температуры.

При создании средств передачи – мер удельной теплоемкости наиболее важным фактором выбора того или иного материала является его стабильность во времени и при многократных термоциклированиях во всем рабочем диапазоне температуры. Подтверждение стабильности материалов для применения их в качестве эталонных мер удельной теплоемкости потребовало проведения многократных длительных исследований ряда материалов, выбранных на основании предварительно проведенного анализа, для определения

Таблица 1. Метрологические характеристики комплекса ГПЭ единицы удельной теплоемкости
Table 1. Metrological characteristics of the complex of the state primary standard for the specific heat capacity

Характеристика	Значение величины
Диапазон температуры, К	260–870
Диапазон воспроизведения, Дж/кг·К	50–2900
СКО результата измерений при N независимых измерениях, %	от 0,136 до 0,179 $N=50$
НСП не превышает, %	0,008
Стандартная неопределенность, оцененная по типу А, %	от 0,136 до 0,179
Стандартная неопределенность, оцененная по типу В, %, не более	0,004
Суммарная стандартная неопределенность, %	от 0,136 до 0,179
Расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k=2$, %	от 0,272 до 0,358

межповерочного интервала, количества допустимых нагревов, значения максимально допустимой температуры нагрева.

В качестве основного материала для целей передачи был выбран монокристаллический оксид алю-

миния (лейкосапфир). Образцы из данного материала в течение многих лет применяются в международной практике в качестве стандартного референтного материала (Standard Reference Material 720) [10]. Использование данного материала позволяет сличать

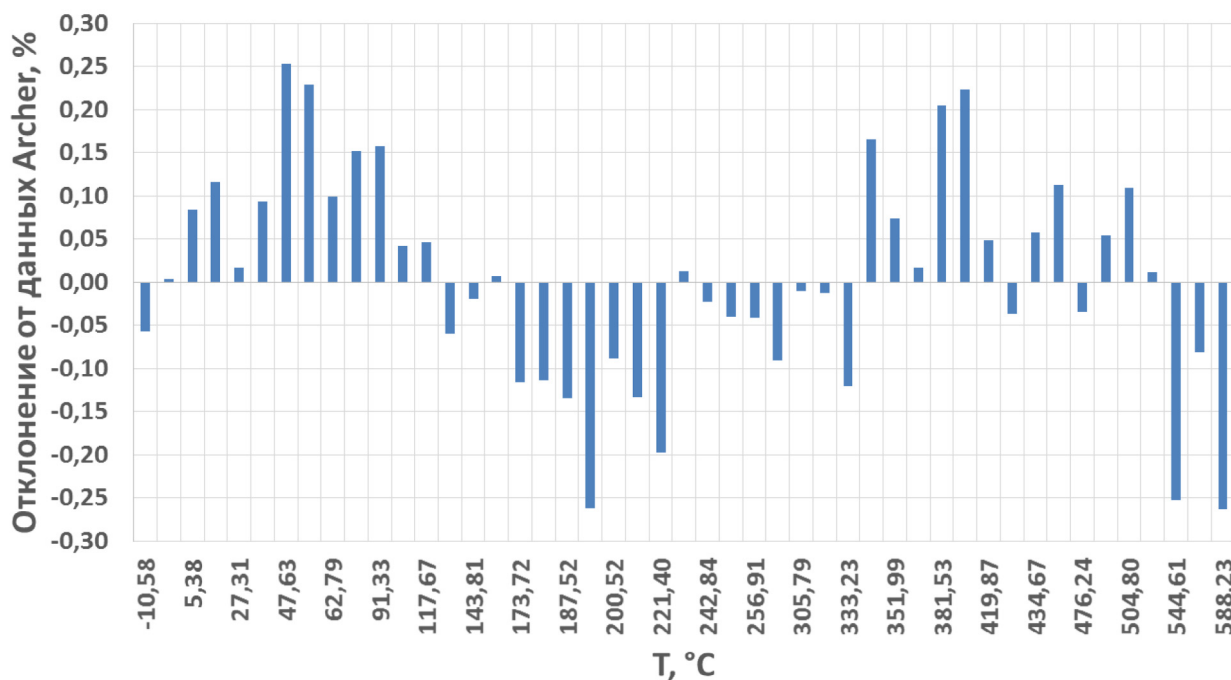


Рис. 3. Отклонение результатов, полученных авторами статьи, от выполненных исследователями ряда ведущих стран и обобщенных Арчером (NIST) в работе [9]

Fig. 3. Deviation of the results obtained by the authors of the article from those carried out by researchers of a number of leading countries and generalized by Archer (NIST) [9]

результаты, получаемые на ГПЭ 60–2019 и эталонных калориметрах ведущих метрологических институтов других стран.

С учетом вышеперечисленных требований, предъявляемых к материалам, для дальнейшего исследования и аттестации их в качестве эталонных мер удельной теплоемкости, дополнительно были выбраны следующие материалы: молибден и медь (для области низких значений удельной теплоемкости), бериллий, как единственный материал, достаточно стабильный, позволяющий обеспечить передачу единицы удельной теплоемкости до 2900 Дж/(кг·К).

Диапазоны удельной теплоемкости для данных материалов для интервала температуры 260–870 К приведены в табл. 2.

Результаты исследования удельной теплоемкости материалов для эталонных мер

Многократные измерения удельной теплоемкости выбранных материалов проводились в течение двух лет. Ниже приведены результаты исследований каждого материала.

На рис. 4 приведены графики температурной зависимости удельной теплоемкости исследованных материалов. Разброс экспериментальных данных обусловлен случайной составляющей погрешности и не превышает 0,136–0,179 % в данном температурном интервале.

Таблица 2. Диапазон удельной теплоемкости, Дж/(кг·К), в интервале (260–870) К

Table 2. Range of specific heat capacity in the (260–870) K interval

Материал	Диапазон удельной теплоемкости, Дж/(кг·К), в интервале 260–870К
Сапфир	685–1197
Молибден	250–300
Медь	385–451
Бериллий	1800–2900

Таблица 3. Метрологические характеристики исследованных материалов

Table 3. Metrological characteristics of the examined materials

$c_{уд}$	u_A , %	u_B , %	u_C , %	$U_{0,95}(k=2)$, %
Лейкосапфир	0,140	0,004	0,140	0,280
Молибден	0,179	0,004	0,179	0,358
Медь	0,174	0,004	0,174	0,348
Бериллий	0,136	0,004	0,136	0,272

В табл. 3 приведены основные метрологические характеристики исследованных материалов.

Здесь u_A – неопределенность, оцененная по типу А, u_B – неопределенность, оцененная по типу В, u_C – суммарная неопределенность результатов измерений, $U_{0,95}(k=2)$ расширенная неопределенность, рассчитанная для вероятности 0,95 при коэффициенте охвата $k=2$

Таким образом, все выбранные для исследования материалы сохраняют стабильность удельной теплоемкости с расширенной неопределенностью, не превышающей 0,272–0,358 % в заданном диапазоне температуры.

По результатам исследования четыре меры удельной теплоемкости были внесены в состав ГПЭ единицы удельной теплоемкости: мера из лейкосапфира, мера из молибдена, мера из меди и мера из бериллия.

Выводы

Создан новый адиабатический калориметр для диапазона температуры от 260 до 870 К, вошедший в состав Государственного первичного эталона единицы удельной теплоемкости. Созданы меры удельной теплоемкости для передачи единицы удельной теплоемкости всем средствам измерений, работающим в промышленности. Уровень точности совершенствованного эталона единицы удельной теплоемкости превышает или соответствует уровню, имеющемуся в национальных метрологических институтах других стран.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

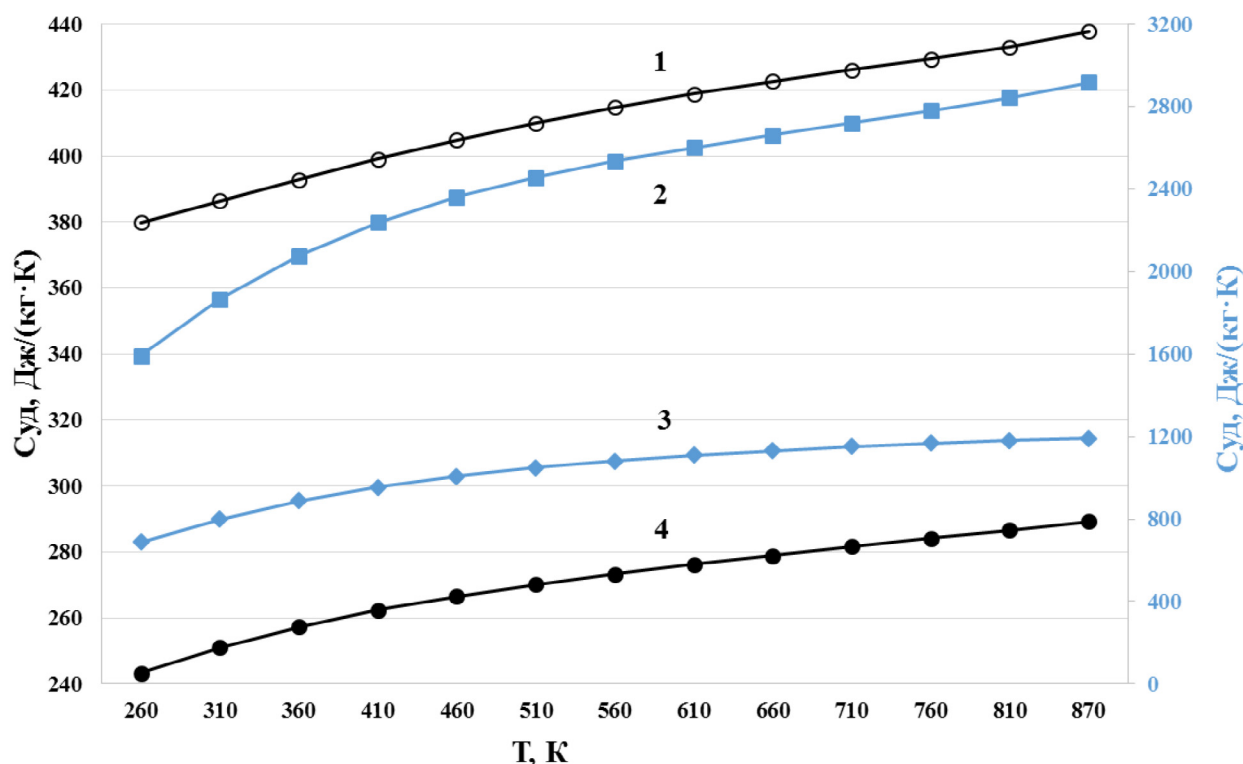


Рис. 4. Температурная зависимость удельной теплоемкости материалов.

- – 1. удельная теплоемкость меры из поликристаллической меди;
- – 2. удельная теплоемкость меры из поликристаллического бериллия;
- ◆ – 3. удельная теплоемкость меры из монокристаллического лейкосапфира;
- – 4. удельная теплоемкость меры из поликристаллического молибдена

Fig. 4. The temperature dependency of the materials specific heat capacity.

- – 1. specific heat capacity of the measure from polycrystalline copper
- – 2. specific heat capacity of the measure from polycrystalline beryllium;
- ◆ – 3. specific heat capacity of the measure from monocrystalline leucosapphire;
- – 4. specific heat capacity of the measure from polycrystalline molybdenum.

ЛИТЕРАТУРА

- West E. D., Ginnings D. C. An adiabatic calorimeter for the range 30° to 500 °C // Journal of Research of the National Bureau of Standards. 1958. Vol. 60, No. 4, pp. 309–316. <http://dx.doi.org/10.6028/jres.060.034>.
- Archer D. G., Rudtsch S. Enthalpy of fusion of indium: a certified reference material for differential scanning calorimetry // Journal of Chemical & Engineering Data. 2003. Vol. 48, № 5, pp. 1157–1163. <http://dx.doi.org/10.1021/je030112g>.
- Pramann A., Krupke H.-W., Moriya Y., Rudtsch S., Sarge S. M. Phase transitions of gallium and indium, determined by adiabatic calorimetry // Physikalisch-Technische Bundesanstalt Braunschweig, 1–3 Mai 2008, Saarbrücken. URL: https://www.ptb.de/cms/fileadmin/internet/fachabteilungen/abteilung_1/1.4_gase/1.44/Adiabatische_Kalorimetrie.pdf.
- Advanced materials characterization. Thermal performance // NPL. <https://www.npl.co.uk/products-services/advanced-materials/thermal-performance>.
- Some practical considerations for High Temperature DSC. Chapman L. department Innivation, Universitetes and Skills, NPL.
- Matsumoto T., Barreiro G., Ono A. Measurements of specific heat capacity and hemispherical total emissivity at high temperatures using a feedback-controlled pulse-heating technique // Symposium on Thermophysical Properties: Proc. 20th Japan Symposium. 1999. pp. 479–482. URL: https://www.researchgate.net/publication/242369588_Measurements_Of_Specific_Heat_Capacity_And_Hemispherical_Total_Emissivity_At_High_Temperatures_Using_A_Feedback-c.
- A survey on specific heat capacity standard and calorimetric energy standards // Haruka ABE. URL: <https://unit.aist.go.jp/nmij/public/report/bulletin/Vol72/V7N2P101.pdf>.
- Frenkel' I. M., Sergeev O. A. State primary standard of the solid bodies' specific heat in the range of 273.15 to 700 °K Measurement Techniques 18(4): 545–551 April 1975 DOI:10.1007/BF00817507.

9. Френкель И. М., Сергеев О. А. Государственный первичный эталон единицы удельной теплоемкости твердых тел // Измерительная техника. 1975. № 4 <https://doi.org/10.1063/1.555931>.
10. National Bureau of Standards Certificate Standard Reference Material 720 Synthetic Sapphire (α -Al₂O₃) // Publications NBS, U. C. Department of commerce, Washington D. C. 20234, April 1982, 3 p.

REFERENCE

1. West E. D., Ginnings D. C. An adiabatic calorimeter for the range 30° to 500 °C. Journal of Research of the National Bureau of Standards. 1958;60(4):309–316. <http://dx.doi.org/10.6028/jres.060.034>.
2. Archer D. G., Rudtsch S. Enthalpy of fusion of indium: a certified reference material for differential scanning calorimetry. Journal of Chemical & Engineering Data. 2003;48(5):1157–1163. <http://dx.doi.org/10.1021/je030112g>.
3. Pramann A., Krupke H.-W., Moriya Y., Rudtsch S., Sarge S. M. Phase transitions of gallium and indium, determined by adiabatic calorimetry. Physikalisch-Technische Bundesanstalt Braunschweig, 1–3 Mai 2008, Saarbrücken. Available at: https://www.ptb.de/cms/fileadmin/internet/fachabteilungen/abteilung_1/1.4_gase/1.44/Adiabatische_Kalorimetrie.pdf.
4. Advanced materials characterization. Thermal performance. In NPL. Available at: <https://www.npl.co.uk/products-services/advanced-materials/thermal-performance>.
5. Some practical considerations for High Temperature DSC. Chapman L. department Innivation, Universitetes and Skills, NPL.
6. Matsumoto T., Barreiro G., Ono A. Measurements of specific heat capacity and hemispherical total emissivity at high temperatures using a feedback-controlled pulse-heating technique; Symposium on Thermophysical Properties: Proc. 20th Japan Symposium. 1999. pp. 479–482. Available at: https://www.researchgate.net/publication/242369588_Measurements_Of_Specific_Heat_Capacity_And_Hemispherical_Total_Emissivity_At_High_Temperatures_Using_A_Feedback-controlled_Pulse-Heating_Technique.
7. A survey on specific heat capacity standard and calorimetric energy standards. Haruka ABE. Available at: <https://unit.aist.go.jp/nmij/public/report/bulletin/Vol7/2/V7N2P101.pdf>.
8. Frenkel I. M., Sergeev O. A. State primary standard unit of specific heat of solids. Measurement Techniques. 1975;(4): 545–551 April 1975 DOI: 10.1007/BF00817507.
9. Frenkel' I. M., Sergeev O. A. Gosudarstvennyj pervichnyj jetalon edinicy udel'noj teploemkosti tverdyh tel [State primary standard of the unit of specific heat capacity of solids. Measurement Techniques. 1975;(4). <https://doi.org/10.1063/1.555931>.
10. National Bureau of Standards Certificate Standard Reference Material 720 Synthetic Sapphire (α -Al₂O₃). Publications NBS, U. C. Department of commerce, Washington D. C. 20234, April 1982, 3 p.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Компан Татьяна Андреевна – д. т. н., руководитель лаборатории государственных эталонов и научных исследований в области измерений теплофизических величин, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Московский пр. д. 19
e-mail: T. A. Kompan@vniim.ru

Кулагин Валентин Иванович – к. т. н., старший научный сотрудник, лаборатории государственных эталонов и научных исследований в области измерений теплофизических величин, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Московский пр. д. 19

Власова Виктория Владимировна – младший научный сотрудник, лаборатории государственных эталонов и научных исследований в области измерений теплофизических величин, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», Российская Федерация, г. Санкт-Петербург, Московский пр. д. 19

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Dr. Tatiana A. Kompan – Doctor of Sciences in Technology, Head of the Laboratory of State Standards and Scientific Research in the Field of Measurements of Thermophysical Quantities, V. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), Russia, St. Petersburg, Moskovsky pr., 19

Valentin I. Kulagin – Candidate of Sciences in Technology, senior Researcher of the Laboratory of State Standards and Scientific Research in the Field of Measurements of Thermophysical Quantities, V. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), Russia, St. Petersburg, Moskovsky pr., 19

Viktoriya V. Vlasova – junior researcher of the Laboratory of State Standards and Scientific Research in the Field of Measurements of Thermophysical Quantities, V. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), Russia, St. Petersburg, Moskovsky pr., 19

Кондратьев Сергей Валерьевич – научный сотрудник, лаборатории государственных эталонов и научных исследований в области измерений теплофизических величин, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»,
Российская Федерация, г. Санкт-Петербург,
Московский пр. д. 19

Пухов Николай Федорович – старший научный сотрудник, лаборатории государственных эталонов и научных исследований в области измерений теплофизических величин, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»,
Российская Федерация, г. Санкт-Петербург,
Московский пр. д. 19

Sergey V. Kondratiev – researcher of the Laboratory of State Standards and Scientific Research in the Field of Measurements of Thermophysical Quantities, V.I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM),
Russia, St. Petersburg, Moskovsky pr., 19

Nikolay F. Pukhov – senior Researcher of the Laboratory of State Standards and Scientific Research in the Field of Measurements of Thermophysical Quantities, V.I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM),
Russia, St. Petersburg, Moskovsky pr., 19

■ СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ / REFERENCE MATERIALS

DOI: 10.20915/2687-0886-2020-16-2-31-40

УДК 006.82:543.08:543.51

**АТТЕСТАЦИЯ СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА «ДИОКСИНОВ»
В ЖИВОТНОМ ЖИРЕ МЕТОДОМ ТАНДЕМНОЙ
ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ**

© Крылов А. И., Михеева А. Ю., Будко А. Г.

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

Поступила в редакцию – 03 марта 2020 г., после доработки – 22 мая 2020 г.

Принята к публикации – 01 июня 2020 г.

*В работе представлены результаты применения методов газовой хроматографии/масс-спектрометрии и тандемной масс-спектрометрии для определения аттестованных значений массовой доли «диоксинов» – полихлорированных дibenzo-*p*-диоксинов и дibenзофуранов в животном жире.*

Установлено, что использование тандемной масс-спектрометрии позволяет в целом на порядок снизить пределы обнаружения и определения конгенов данных групп, а также существенно улучшить точностные характеристики стандартного образца.

В результате получены аттестованные значения массовых долей конгенов группы ПХДФ в материале СО в диапазоне от 0,5 до 850 нг/кг и конгенов группы ПХДД – в диапазоне от 0,5 до 2 нг/кг. Относительная расширенная неопределенность аттестованных значений при использовании метода ГХ–МС/МС не превышает 7%. Таким образом, разработан СО массовой доли конгенов ПХДД/ПХДФ в животном жире для целей валидации, верификации методик измерений и контроля качества результатов измерений.

Ключевые слова: стандартный образец, диоксины, ПХДД/ПХДФ, аттестованное значение, неопределённость, тандемная масс-спектрометрия, масс-спектрометрия

Ссылка при цитировании:

Аттестация стандартного образца «Диоксинов» в животном жире методом тандемной хромато-масс-спектрометрии // Эталоны. Стандартные образцы. 2020. Т. 16. № 2. С. 31–40. DOI: 10.20915/2687-0886-2020-16-2-31-40.

For citation:

Krylov A. I., Mikhayeva A. Y., Budko A. G. Application of gas chromatography with tandem mass spectrometry for certification of the reference material of «Dioxins» in animal fat. *Measurement standards. Reference materials*. 2020;16(2): 31–40. DOI: 10.20915/2687-0886-2020-16-2-31-40 (In Russ.).

APPLICATION OF GAS CHROMATOGRAPHY WITH TANDEM MASS SPECTROMETRY FOR CERTIFICATION OF THE REFERENCE MATERIAL OF «DIOXINS» IN ANIMAL FAT

© Anatoliy I. Krylov, Alena Y. Mikheeva, Alexandra G. Budko

D.I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), Saint Petersburg, Russia
e-mail: akrylov@b10.vniim.ru

Received – 03 March, 2020. Revised – 22 May, 2020.

Accepted for publication – 01 June, 2020.

*The article presents the results of applying gas chromatography–mass-spectrometry (GC–MS) and tandem mass spectrometry (GC–MS/MS) methods for determination of certified values (mass fraction) of «Dioxins» – Polychlorinated Dibenzo-*p*-dioxins and Dibenzofurans (PCDD/PCDF) in animal fat. It has been established that the using of tandem mass-spectrometry makes it possible to reduce the Limit of Detection and Limit of Quantification of the congeners an order of magnitude and also it significantly improves the accuracy of the CRM. As a result, the certified values of PCDF congeners were determined in the range from 0,5 to 850 ng/kg and PCDD congeners in the range from 0,5 to 2 ng/kg. The relative expanded uncertainty of the certified values by using the GC–MS/MS does not exceed 7%. Thus, the CRM of PCDD/PCDF in animal fat was developed for the purpose of validation, verification of measurement procedures and quality control of measurement results.*

Keywords: Certified reference material, CRM, dioxins, PCDD/PCDF, certified value, uncertainty, tandem mass spectrometry

Введение

Важность определения содержания полихлорированных dibenzo-*p*-диоксинов (ПХДД) и полихлорированных dibenzofurans (ПХДФ) в различных объектах окружающей среды и продуктах питания, а также наличие и/или отсутствие стандартных образцов с сертифицированным (аттестованным) содержанием аналитов как для построения градуировочных характеристик, так и для валидации, верификации методик измерений была обсуждена в статье, где также была детально описана процедура приготовления и аттестации стандартного образца (СО) жировой матрицы с сертифицированным содержанием конгенов группы ПХДФ методом газовой хроматографии – масс-спектрометрии низкого разрешения (ГХ–МСНР) и рассмотрены вопросы прослеживаемости разработанного СО [1].

В табл. 1 приведены аттестованные и справочные характеристики СО состава массовой доли диоксинов в животном жире, полученные методом ГХ–МС.

Как видно из приведенных в табл. 1 данных, часть характеристик СО была принята в качестве справочных, поскольку естественные ограничения метода ГХ–МС не позволили получить достаточно точные и достовер-

ные результаты измерений для аналитов, содержание которых в материале СО находилось на низком уровне.

Целью дальнейших исследований являлось расширение перечня аттестованных значений СО в части конгенов группы ПХДД, а также улучшение точностных характеристик аттестованных значений конгенов группы ПХДФ за счет использования более селективного инструментального метода анализа – ГХ–МС/МС [2].

Специфика метода tandem mass spectrometry заключается в разделении на первой МС-ступени первичных («родительских») ионов и селекции ионов с единственным значением отношения массы к заряду (m/z), после чего фрагментации «родительских» ионов с образованием структурно значимых ионных фрагментов – «дочерних» ионов и регистрации на второй МС-ступени выбранных «дочерних ионов» [3, 4]. Иными словами, данная технология – мониторинг заданных реакций (Multiple Reactions Monitoring – MRM) – представляет собой комбинацию двух последовательных регистраций выбранных ионов (Selected Ions Monitoring – SIM), что позволяет значительно (примерно на порядок) снизить пределы обнаружения и/или определения компонентов за счет уменьшения уровня

Таблица 1. Аттестованные и справочные характеристики СО состава массовой доли диоксинов в животном жире (метод ГХ–МС)

Table 1. Certified and Reference values (Mass fraction and Extended Uncertainty) of CRM of PCDD/PCDF in animal fat (GC–MS)

Конгенер	Массовая доля, нг/кг	Расширенная неопределенность (при $k=2$), нг/кг
<i>Аттестованные (сертифицированные) характеристики</i>		
2,3,7,8-ТетраХДФ	1,18	0,24
2,3,4,7,8-ПентаХДФ	823	76
1,2,3,4,7,8-ГексаХДФ	215	20
1,2,3,6,7,8-ГексаХДФ	116	13
2,3,4,6,7,8-ГексаХДФ	115	14
1,2,3,4,6,7,8-ГептаХДФ	47,0	4,6
1,2,3,4,7,8,9-ГептаХДФ	9,27	1,06
<i>Справочные (референтные) характеристики</i>		
2,3,7,8-ТетраХДД	0,22	
1,2,3,7,8-ПентаХДД	0,91	
1,2,3,4,7,8-ГексаХДД	1,4	
1,2,3,6,7,8-ГексаХДД	0,67	
1,2,3,7,8,9-ГексаХДД	0,47	
1,2,3,4,6,7,8-ГептаХДД	2,1	
ОХДД	3,7	
ОХДФ	2,7	
Суммарная токсичность (TEQ-WHO98)	458	

фонового сигнала, это особенно актуально при работе со сложными пищевыми матрицами, такими как животный жир.

Результаты исследования и их обсуждение

Подробное описание процедуры подготовки материала кандидата в СО, а также хроматографические и масс-спектрометрические условия измерений методами ГХ–МС и ГХ–МС/МС приведены в [1].

На рис. 1 и 2 приведены масс-фрагментограммы градуировочного раствора аналитов (массовая концентрация 2,3,7,8-ТетраХДД–0,05 пг/мм³, 1,2,3,4,6,7,8-ГептаХДД–0,2 пг/мм³), зарегистрированные в режимах MRM и SIM.

В табл. 2 представлены значения отношений сигнал/шум, а также предельных характеристик (предел определения и предел обнаружения) для данных конгенов.

Представленные на рис. 1, 2 и в табл. 2 данные убедительно свидетельствуют о том, что при работе на уровне предельных значений использование ГХ–МС/МС в режиме MRM позволяет существенно снизить фоновый сигнал и, как следствие, увеличить в несколько раз соотношение сигнал/шум (S/N) для пиков целевых соединений. Кроме того, в некоторых случаях (см. рис. 2 (б)) аналитик получает возможность зарегистрировать пик аналита, который ранее был скрыт фоновыми шумами.

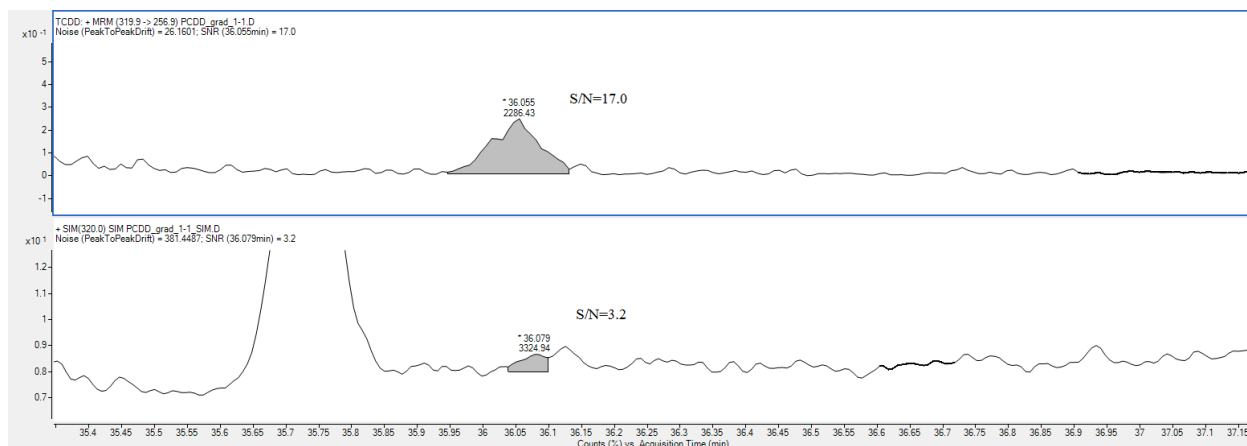


Рис. 1. Масс-фрагментограммы градуировочного раствора, реконструированные по ионам, характеристичным для ТетраХДД (RT = 36,055 мин), в режиме MRM m/z 320 → 267 (а) и режиме SIM m/z 320 (б)

Fig. 1. Mass fragmentograms of the Calibration Solution were rebuilt for TetraCDD (RT=36.055 min) in MRM mode m/z 320 → 267 (a) and SIM mode m/z 320 (б)

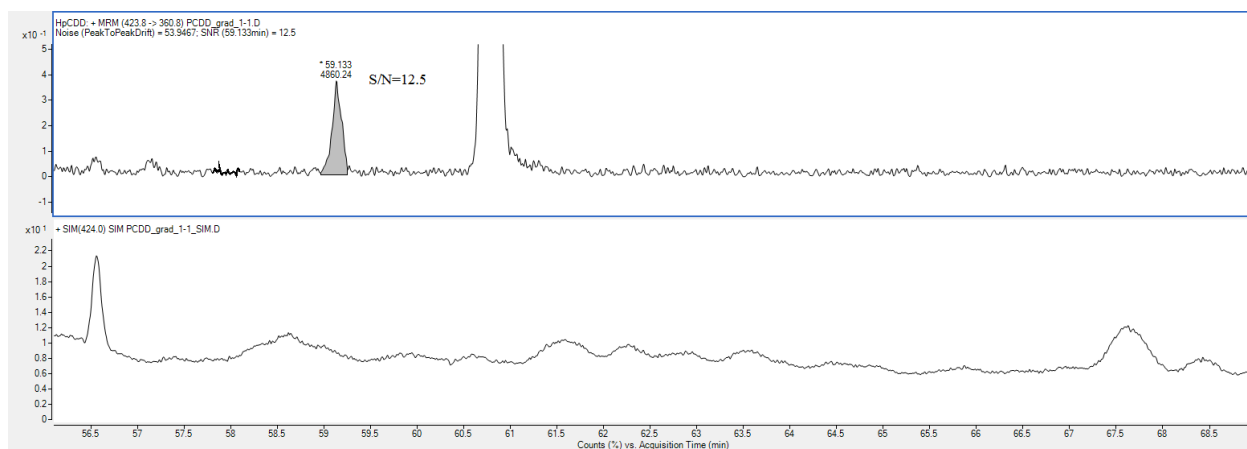


Рис. 2. Масс-фрагментограммы градуировочного раствора, реконструированные по ионам, характеристичным для ГептаХДД (RT = 59,133 мин), в режиме MRM m/z 424 → 361 (а) и режиме SIM m/z 424 (б)

Fig. 2. Mass fragmentograms of the Calibration Solution were rebuilt for HeptaCDD (RT=59.133 min) in MRM mode m/z 424 → 361 (a) and SIM mode m/z 424 (б)

Таблица 2. Значения сигнал/шум и предельные характеристики для конгенов 2,3,7,8-ТетраХДД и 1,2,3,4,6,7,8-ГептаХДД

Table 2. Signal-to-noise (S/N) and Limit of Detection (LOD) and Limit of Quantification (LOQ) for 2,3,7,8-TetraCDD and 1,2,3,4,6,7,8-HeptaCDD

	Сигнал/шум (S/N)		Предел обнаружения (LOD) ¹⁾ , пг		Предел определения (LOQ) ²⁾ , пг	
	SIM	MRM	SIM	MRM	SIM	MRM
2,3,7,8-ТетраХДД	3,2	17	0,05	0,01	0,20	0,03
1,2,3,4,6,7,8-ГептаХДД	—	12,5	—	0,05	—	0,20

¹⁾ — в качестве предела обнаружения принят хроматографический сигнал, соответствующий отношению сигнал/шум, равному 3/1

²⁾ — в качестве предела определения принят хроматографический сигнал, соответствующий отношению сигнал/шум, равному 10/1

Таким образом, применение метода ГХ–МС/МС для выполнения измерений следовых количеств компонентов с наивысшей точностью является, безусловно, перспективным и целесообразным. Исходя из этого метод ГХ–МС/МС в режиме MRM был использован для расширения перечня аттестованных значений и улучшения метрологических характеристик СО состава массовой доли ПХДД/ПХДФ в жировой матрице.

Подготовленные образцы материала – кандидата в СО – были проанализированы методом ГХ–МС/МС, полученные данные были обработаны статистически в соответствии с [5, 6], результаты измерений были использованы для расчета аттестованных характеристик СО и суммарной стандартной и расширенной неопределенности.

В работе [1] было отмечено, что наибольший вклад в суммарную стандартную неопределенность аттестованных значений вносит неопределенность градуировочных характеристик аналитов ($СКО_{\text{факторов отклика}} - СКО_{\text{RF}}$) и неопределенность среднего значения массовой доли целевых компонентов ($СКО_{\text{результатов измерений}} - СКО_{\text{ср}}$).

В табл. 3 и 4 обобщены данные об относительных факторах отклика аналитов (RF), массовой доле аналитов и $СКО$ представленных значений ($СКО_{\text{RF}}$ и $СКО_{\text{ср}}$), полученные при выполнении измерений методами ГХ–МС/МС и ГХ–МС/МС.

Сравнительный анализ приведенных в табл. 3 и 4 данных показывает, что применение метода ГХ–МС/МС позволяет уточнить результаты определения градуировочных характеристик и аттестованных значений аналитов, а также значительно уменьшить $СКО$ полученных данных. Кроме того, использование возможностей метода ГХ–МС/МС позволяет сократить до минимума вероятность ложноположительной идентификации целевых компонентов.

Из данных, приведенных в табл. 3, видно, что в результате использования метода ГХ–МС/МС значения градуировочных факторов для ряда аналитов были откорректированы и уточнены, что обусловлено снижением уровня фонового сигнала и, как следствие, более корректным интегрированием хроматографических пиков. Хорошо видно также, что для одной и той же выборки данных ($n=20$) значения $СКО_{\text{RF}}$

Таблица 3. Относительные факторы отклика аналитов (RRF) и относительное среднеквадратичное отклонение результатов RRF ($CKORF$) в зависимости от метода измерений

Table 3. Relative Response Factors of analytes (RRF) and Relative Standard Deviation of $RRFs$ ($CKORRF$) depending on the method

Конгенер	ГХ–МС/МС		ГХ–МС/МС	
	RRF	$СКО_{RRF}, \% (n=20)$	RRF	$СКО_{RRF}, \% (n=20)$
1,2,3,7,8-ПентаХДД	0,96	3,8	0,95	0,82
1,2,3,4,7,8-ГексаХДД	1,0	2,9	0,97	1,5
1,2,3,6,7,8-ГексаХДД	1,0	2,0	0,89	1,3
1,2,3,4,6,7,8-ГептаХДД	0,96	5,6	0,97	1,4
ОХДД	0,94	3,6	1,0	1,3
2,3,7,8-ТетраХДФ	0,91	4,9	0,99	0,86
1,2,3,7,8-ПентаХДФ	0,94	2,6	0,94	1,5
2,3,4,7,8-ПентаХДФ	0,90	2,0	1,1	0,92
1,2,3,4,7,8-ГексаХДФ	0,98	3,0	1,0	1,2
1,2,3,6,7,8-ГексаХДФ	1,0	2,2	1,1	0,13
2,3,4,6,7,8-ГексаХДФ	0,94	1,8	1,1	0,79
1,2,3,4,6,7,8-ГептаХДФ	1,1	5,3	0,97	1,0
1,2,3,4,7,8,9-ГептаХДФ	0,83	4,2	1,0	1,4

Таблица 4. Массовая доля аналитов и относительное среднеквадратичное отклонение результатов СКО_{ср} в зависимости от метода измеренийTable 4. Mass fraction of analyts and Relative Standard Deviation of results (СКО_{ср}) depending on the method

Конгенер	ГХ-МСНР		ГХ-МС/МС	
	Массовая доля, нг/кг	СКО _{ср} , % (n=20)	Массовая доля, нг/кг	СКО _{ср} , % (n=20)
2,3,7,8-ТетраХДФ	1,18	7,6	1,31	1,2
2,3,4,7,8-ПентаХДФ	823	0,73	820	0,44
1,2,3,4,7,8-ГексаХДФ	215	2,3	221	0,48
1,2,3,6,7,8-ГексаХДФ	116	4,0	112	0,44
2,3,4,6,7,8-ГексаХДФ	115	3,1	118	0,40
1,2,3,4,6,7,8-ГептаХДФ	47,0	2,7	49,2	0,52

и СКО_{ср} при использовании метода ГХ-МС/МС уменьшены в 2–6 раз, что в целом позволяет сократить неопределенность аттестованных характеристик СО не менее чем в 2 раза. Аттестованные характеристики СО приведены в табл. 5.

Из представленных в табл. 5 данных видно, что в материале СО аттестованы значения массовых долей подавляющего большинства токсичных конгенера-

ров группы «диоксинов» (13 из 17 конгенеров), размах аттестованных характеристик составляет от 0,5 нг/кг до 820 нг/кг (более трех порядков), что делает данный СО крайне технологичным и рациональным решением с точки зрения контроля качества результатов измерений в широком диапазоне массовых долей. Интересной особенностью данного СО является отсутствие в материале нетоксичных конгенеров групп

Таблица 5. Аттестованные характеристики СО состава массовой доли ПХДД/ПХДФ в животном жире
Table 5. Certified values (Mass fraction and Extended Uncertainty) of CRM of PCDD/PCDF in animal fat

Конгенер	Аттестованные характеристики, нг/кг
1,2,3,7,8-ПентаХДД	0,54±0,03
1,2,3,4,7,8-ГексаХДД	1,31±0,09
1,2,3,6,7,8-ГексаХДД	0,44±0,03
1,2,3,4,6,7,8-ГептаХДД	1,56±0,10
ОХДД	1,96±0,13
2,3,7,8-ТетраХДФ	1,31±0,08
1,2,3,7,8-ПентаХДФ	0,43±0,03
2,3,4,7,8-ПентаХДФ	820±54
1,2,3,4,7,8-ГексаХДФ	221±14
1,2,3,6,7,8-ГексаХДФ	112±7
2,3,4,6,7,8-ГексаХДФ	118±7
1,2,3,4,6,7,8-ГептаХДФ	49,2±3,0
1,2,3,4,7,8,9-ГептаХДФ	7,27±0,49

ПХДД/ПХДФ и уникальный конгенерный профиль токсичных компонентов, который не типичен для нативных матриц.

С этой точки зрения особого внимания заслуживают результаты измерений ПХДД/ПХДФ в печени северных оленей – в пробах было обнаружено присутствие ПХДД/

ПХДФ в заметных количествах, при этом распределение токсичных конгенов в целом воспроизводит конгенерный профиль компонентов в материале СО.

В таблице 6 приведены результаты измерений ПХДД/ПХДФ в одной из объединённых проб печени оленей (проба № 5–2), а также обобщены данные ана-

Таблица 6. Массовая доля ПХДД/ПХДФ в печени северных оленей

Table 6. Mass fraction of PCDD/PCDF in reindeer liver

Конгенер	Массовая доля, нг/кг жира	
	Проба № 5–2	Пробы (печень оленя)
2,3,7,8-ТетраХДД	<0,5	<0,5
1,2,3,7,8-ПентаХДД	<0,5	<0,5–5,0
1,2,3,4,7,8-ГексаХДД	<1,0	<1,0–5,5
1,2,3,6,7,8-ГексаХДД	<1,0	<1,0–5,0
1,2,3,7,8,9-ГексаХДД	<1,0	<1,0–4,0
1,2,3,4,6,7,8-ГептаХДД	<2,0	<2,0–20
ОХДД	<5,0	<5,0–20
2,3,7,8-ТетраХДФ	3,5	<0,5–6,0
1,2,3,7,8-ПентаХДФ	<0,5	<0,5–2,0
2,3,4,7,8-ПентаХДФ	63	<0,5–50
1,2,3,4,7,8-ГексаХДФ	23	<1,0–30
1,2,3,6,7,8-ГексаХДФ	30	<1,0–30
2,3,4,6,7,8-ГексаХДФ	27	<1,0–30
1,2,3,7,8,9-ГексаХДФ	<1,0	<1,0–2,0
1,2,3,4,6,7,8-ГептаХДФ	16	<2,0–30
1,2,3,4,7,8,9-ГептаХДФ	<2,0	<2,0–5,0
ОХДФ	<5,0	<5,0–15
Прочие ТХДД	<0,5*	<0,5*
Прочие ПеХДД	<0,5*	<0,5*
Прочие ГкХДД	<1,0*	<1,0*
Прочие ГпХДД	<2,0*	<2,0*
Прочие ТХДФ	<0,5*	<0,5*
Прочие ПеХДФ	<0,5*	<0,5*
Прочие ГкХДФ	<1,0*	<1,0*
Прочие ГпХДФ	<2,0*	<2,0*

* – приведены значения нижней границы диапазона измерений [7] для индивидуальных конгенов

лизов более 50 аналогичных проб, полученные в рамках выполнения рутинных измерений в лаборатории ХАЦ «Арбитраж» ВНИИМ за период с 2017 г. по 2019 г.

Как видно из данных табл. 4, в исследованных образцах:

- конгенеры группы ПХДД практически отсутствуют или содержатся в малых количествах;
- конгенеры группы ПХДФ (2,3,4,7,8-ПентаХДФ, 1,2,3,4,7,8-ГексаХДФ, 1,2,3,6,7,8-ГексаХДФ, 2,3,4,6,7,8-ГексаХДФ и 1,2,3,4,6,7,8-ГептаХДФ) присутствуют в существенных количествах;
- конгенер 2,3,4,7,8-ПентаХДФ вносит наибольший вклад в суммарную токсичность пробы;
- прочие (нетоксичные) конгенеры групп ПХДД и ПХДФ не были зафиксированы на уровне нижней границы диапазона измерений.

Описанный тип загрязнения соединениями групп ПХДД/ПХДФ является крайне специфичным и при этом характерным для животных, обитающих в северных районах. В процессе исследований печени и молока северных оленей, проведенных на территории Российской Федерации и других стран (Финляндии, Норвегии, Дании) [9–12], были получены аналогичные результаты. Таким образом, разработанный СО состава массовой доли полихлорированных дибензо-п-диоксинов и дибензофуранов в животном жире отражает реально существующий нативный характер загрязнения биологических матриц и пищевых продуктов.

Разработанный СО пригоден для верификации и валидации соответствующих методик измерений, например [7, 8, 13], а также контроля качества результатов измерений 17 токсичных конгенов ПХДД/ПХДФ в широком диапазоне массовых долей.

Благодаря использованию метода ГХ–МС/МС были улучшены метрологические характеристики СО – уточнены аттестованные значения для конгенов группы ПХДФ, определены аттестованные значения для конге-

неров группы ПХДД, а также уменьшена расширенная неопределенность аттестованных характеристик.

Заключение

Проведен полный комплекс дополнительных исследований материала СО состава массовой доли ПХДД/ПХДФ в животном жире методом ГХ–МС/МС с целью утверждения типа. Расширены и уточнены метрологические характеристики разработанного стандартного образца массовой доли диоксинов в животном жире.

Разработанный СО обеспечивает возможность выполнения верификации и валидации методик измерений, а также контроль качества результатов измерений токсичных конгенов ПХДД/ПХДФ в жировых матрицах.

Подготовлен пакет документов для проведения испытаний с целью утверждения нового типа СО и внесения СО в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Благодарность

Авторы выражают глубокую благодарность сотруднику ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» – Ткаченко Ирине Юрьевне за помощь в подготовке всей необходимой документации.

Вклад соавторов:

Крылов А. И.: общее руководство проведением исследований, редакция текста статьи.

Михеева А. Ю.: обсуждение и анализ экспериментальных данных, редакция текста статьи.

Будко А. Г.: получение и анализ экспериментальных данных, сбор литературных данных, подготовка первоначального варианта статьи.

Конфликт интересов:

Автор Крылов А. И. является членом редакционного совета журнала.

ЛИТЕРАТУРА

1. Будко А. Г., Михеева А. Ю., Крылов А. И. Метрологическое обеспечение измерений содержания диоксинов. Стандартный образец массовой доли диоксинов в животном жире // Стандартные образцы. 2018. Т. 14. № 3–4. С. 17–32. DOI: 10.20915/2077-1177-2018-14-3-4-17-32.
2. Dam G., Hiroyuki F., Wakeren Ch., Traag W. MS-Systems for the Analysis of Dioxins and PCBs. ResearchGate. December, 2019. Available at: https://www.researchgate.net/publication/337894095_MS_Systems_for_the_Analysis_of_Dioxins_and_PCBs
3. Вереников А. Н., Краснов Н. В., Галль Л. Н. Тандемные масс-спектрометры в биохимии // Научное приборостроение. 2004. Т. 14. № 2. С. 4–23.
4. Исследование ячейки для быстрой фрагментации и столкновительного охлаждения / С. Н. Кириллов [и др.] // Научное приборостроение. 2006. Т. 16. № 3. С. 67–79.

5. ГОСТ ISO Guide 35–2015 Стандартные образцы – Общие и статистические принципы сертификации (аттестации). М.: Стандартинформ, 2016. 61 с.
6. ГОСТ Р 8.736–2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения. М.: Стандартинформ, 2013. 23 с.
7. МУК-99 Методические указания по идентификации и изомерспецифическому определению полихлорированных дибензо-п-диоксинов и дибензофуранов в мясе, птице, рыбе, продуктах и субпродуктах из них, а также в других жиросодержащих продуктах и кормах методом хромато-масс-спектрометрии. Москва, 1999.
8. ГОСТ 34449–2018 Продукты пищевые, продовольственное сырье, корма, кормовые добавки. Определение массовой доли диоксинов методом хромато-масс-спектрометрии высокого разрешения (с поправкой) М.: Стандартинформ, 2018. 23 с.
9. Biomonitoring of selected persistent organic pollutants (PCDD/Fs, PCBs and PBDEs) in Finnish and Russian terrestrial and aquatic animal species / A. Holma-Suutari [et al.] // *Environ Sci Eur*. 2016. № 28. P. 5. DOI: 10.1186/s12302–016–0071-z
10. Holma-Suutari A., Hallikainen A., Ruokojärvi P. Kiviranta H., Nieminen M., Laaksonen S. Persistent Organic Pollutants in Finnish reindeer (*Rangifer tarandus tarandus*) and moose (*Alces alces*). *Acta veterinaria Scandinavica*. 2012. № 54. DOI:10.1186/1751–0147–54-S1-S11
11. Holma-Suutari A. Harmful agents (PCDD/Fs, PCBs and PBDEs) in Finnish reindeer (*Rangifer Tarandus tarandus*) and moose (*Alces alces*). Academic dissertation, UNIVERSITY OF OULU, OULU2014, 10.13140/RG.2.2.27421.97761.
12. Nordisk Ministerråd EU Maximum Levels for Dioxins and Dioxin-like PCBs: Impact on Exposure and food supply in the Nordic countries // Nordic Council of Ministers, Copenhagen, 2008, 106 p.
13. ГОСТ 31792–2012 Рыба, морские беспозвоночные и продукты их переработки. Определение содержания диоксинов и диоксинподобных полихлорированных бифенилов хромато-масс-спектральным методом. М.: Стандартинформ, 2014. 39 с.

REFERENCE

1. Budko A. G., Mikheeva A. Y., Krylov A. I. Metrological assurance of dioxin measurements. A certified reference material for measuring the dioxin mass fraction in animal fat. *Reference materials*. 2018;14(3–4):17–32. (In Russ.). DOI:10.20915/2077-1177-2018-14-3-4-17-32
2. Dam G., Hiroyuki F., Wakeren Ch., Traag W. MS-Systems for the Analysis of Dioxins and PCBs. In ResearchGate. December, 2019. Available at: https://www.researchgate.net/publication/337894095_MS_Systems_for_the_Analysis_of_Dioxins_and_PCBs
3. Verenchikov A. N., Krasnov N. V., Gall L. N. Tandem Mass Spectrometry in Biochemistry. *Nauchnoe Priborostroenie=Scientific Instrumentation*. 2004;14(2):4–23.
4. Kirillov S. N., Zamyatin A. V., Alexeev D. N., Demidov V. N., Maximov S. V., Muradymov M. Z., Verentchikov A. N. Experimental studies of a collisional induced dissociation cell with rapid dissociation and collisional damping. *Nauchnoe Priborostroenie=Scientific Instrumentation*. 2006;16(3):67–79.
5. GOST ISO Guide 35–2015 Reference materials – General and statistical principles of certification. Standartinform, Moscow, 2016. (In Russ.).
6. GOST R 8.736–2011 State system for ensuring the uniformity of measurements. Multiple Direct measurements. Methods of measurement results processing. Main positions. Standartinform, Moscow, 2016. (In Russ.).
7. МУК-99 Guidelines for the identification and isomerspecific determination of polychlorinated dibenzo-p-dioxins and dibenzofurans in meat, poultry, fish, products and by-products from them, as well as in other fat-containing products and feed by chromatography mass spectrometry. Moscow, 1999. (In Russ.).
8. GOST 34449–2018 Food products, food raw materials, feeds, feed additives. Determination of dioxins mass fraction by gas chromatography/high-resolution mass spectrometry. Standartinform, Moscow, 2018. (In Russ.).
9. Holma-Suutari A., Ruokojärvi P., Komarov A. A., Makarov D. A., Ovcharenko V. V., Panin A. N. et al. Biomonitoring of selected persistent organic pollutants (PCDD/Fs, PCBs and PBDEs) in Finnish and Russian terrestrial and aquatic animal species. *Environ Sci Eur*. 2016;28:5. DOI: 10.1186/s12302–016–0071-z.
10. Holma-Suutari A., Hallikainen A., Ruokojärvi P. Kiviranta H., Nieminen M., Laaksonen S. Persistent Organic Pollutants in Finnish reindeer (*Rangifer tarandus tarandus*) and moose (*Alces alces*). *Acta veterinaria Scandinavica*. 2012;54. DOI:10.1186/1751–0147–54-S1-S11.
11. Holma-Suutari A. Harmful agents (PCDD/Fs, PCBs and PBDEs) in Finnish reindeer (*Rangifer Tarandus tarandus*) and moose (*Alces alces*). Academic dissertation, UNIVERSITY OF OULU, OULU2014, 10.13140/RG.2.2.27421.97761.
12. Nordisk Ministerråd EU Maximum Levels for Dioxins and Dioxin-like PCBs: Impact on Exposure and food supply in the Nordic countries. Nordic Council of Ministers, Copenhagen, 2008, 106 p.
13. GOST 31792–2012 Fish, marine invertebrates and products of their processing. Determination of dioxins and dioxin-like biphenyls content by GC–MS method. Standartinform, Moscow, 2014. (In Russ.).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Крылов Анатолий Иванович – д. хим. наук, руководитель отдела госэталонов в области органического и неорганического анализа ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». Российская Федерация, 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19.
e-mail: akrylov@b10.vniim.ru

Михеева Алена Юрьевна – канд. хим. наук, ведущий научный сотрудник ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». Российская Федерация, 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19.
e-mail: may@b10.vniim.ru
ResearcherID B-6506–2019

Будко Александра Германовна – научный сотрудник ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». Российская Федерация, 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19.
e-mail: aa@b10.vniim.ru
ORCID0000-0002-4288-2916
ResearcherID O-8550–2018

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Anatoliy I. Krylov – Dr. Sci. (Chem.), head of the department for state measurement standards in the field of organic and inorganic analysis D.I. Mendeleyev Institute for Metrology. 19 Moskovskiy ave., St. Petersburg 190005, Russian Federation
e-mail: akrylov@b10.vniim.ru

Alena Y. Mikheeva – PhD (Chem.), leading researcher, D.I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM). 19 Moskovskiy ave., St. Petersburg 190005, Russian Federation
e-mail: may@b10.vniim.ru
ResearcherID B-6506–2019

Alexandra G. Budko – researcher, D.I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM). 19 Moskovskiy ave., St. Petersburg 190005, Russian Federation
e-mail: aa@b10.vniim.ru
ORCID0000-0002-4288-2916
ResearcherID O-8550–2018

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

DOI: 10.20915/2687-0886-2020-16-2-41-55

УДК 006.9:543.3

ПРИМЕНЕНИЕ РЯДА ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА В ХОДЕ АТТЕСТАЦИИ МНОГОКОМПОНЕНТНОГО ОБРАЗЦА СОСТАВА ВОДЫ ПРИРОДНОЙ

© Трубачева Л. В., Лоханина С. Ю., Белова Т. И.

ФГБОУ ВО «Удмуртский государственный университет» (ФГБОУ ВО «УдГУ»)

г. Ижевск, Россия

e-mail: swetlei@mail.ru

Поступила в редакцию – 03 марта 2020 г., после доработки – 22 мая 2020 г.

Принята к публикации – 01 июня 2020 г.

Авторами работы приведены экспериментальные данные по разработке специального образца в виде дисперсного материала, имитирующего минеральный макрокомпонентный состав воды природной поверхностной. Проведено сравнение результатов исследования, полученных рядом физико-химических методов анализа определения массовой концентрации микрокомпонента – марганца (II) в образце.

Определение массовой концентрации марганца (II) проводили методами спектрофотометрии по ПНД Ф 14.1:2.61, рентгенофлуориметрии по ПНД Ф 14.1:2.4.130, инверсионной вольтамперометрии по ПНД Ф 14.1:24.217.

Проведены процедуры установления метрологических характеристик специального образца для контроля точности результатов измерений массовой концентрации марганца (II) рядом физико-химических методов анализа.

Отмечен ряд достоинств и недостатков аттестованных методик измерений, которые широко применяются в химических лабораториях при определении содержания марганца в воде природной поверхностной. Показана необходимость проведения процедуры аттестации спектрофотометрической методики с использованием в качестве окислителя ионов марганца (II) -- периодата натрия.

Ключевые слова: многокомпонентные образцы состава, образцы для контроля, методики измерений, внутри-лабораторный контроль качества результатов измерений, марганец, рентгенофлуоресцентная спектроскопия, инверсионная вольтамперометрия, молекулярно-абсорбционный спектроскопический метод

Ссылка при цитировании:

Трубачева Л. В., Лоханина С. Ю., Белова Т. И. Применение ряда физико-химических методов анализа в ходе аттестации многокомпонентного образца состава воды природной // Эталоны. Стандартные образцы. 2020. Т. 16. № 2. С. 41–55. DOI: 10.20915/2687-0886-2020-16-2-41-55.

For citation:

Trubacheva L. V., Lohanina S. Yu., Belova T. I. Application of a number of physical and chemical analysis methods the assessment of a multicomponent sample composition of natural water. *Measurement standards. Reference materials*. 2020;16(2): 41–55. DOI 10.20915/2687-0886-2020-16-2-41-55 (In Russ.).

APPLICATION OF A NUMBER OF PHYSICAL AND CHEMICAL ANALYSIS METHODS THE ASSESSMENT OF A MULTICOMPONENT SAMPLE COMPOSITION OF NATURAL WATER

© Larisa V. Trubacheva, Svetlana Yu. Lohanina, Tat'iana I. Belova

Udmurt State University, Izhevsk, Russia
e-mail: swetlei@mail.ru

Received – 03 March, 2020. Revised – 22 May, 2020.
Accepted for publication – 01 June, 2020.

The authors present experimental data on the development of a special sample in the form of a dispersed material that simulates the mineral macro-component composition of natural surface water. The results of the study obtained by a number of physico-chemical analysis methods were compared to determine the mass concentration of the micro-component – manganese (II) in the sample.

Determination of the mass concentration of manganese (II) was carried out by the methods of spectrophotometry for PND F 14.1:2.61, x-ray fluorometry for PND F 14.1:2:4.130, inversion voltammetry for PND F 14.1:24.217.

Procedures for establishing the metrological characteristics of a special sample to control the accuracy of the results of measurements of the mass concentration of manganese (II) using a number of physico-chemical analysis methods have been carried out.

A number of advantages and disadvantages of certified measurement methods that are widely used in chemical laboratories for determining the content of manganese in natural surface water are noted. The necessity of carrying out the procedure of certification of the spectrophotometric method with the use of manganese (II) ions – sodium periodate as an oxidizer is shown.

Keywords: multicomponent composition samples, samples for control, measurement techniques, in-laboratory quality control of measurement results, implementation of measurement techniques in the laboratory

Введение

В настоящее время ведущее место среди испытательных лабораторий (ИЛ) занимают те, которые внедрили системы менеджмента качества (СМК) в соответствии с требованиями межгосударственного стандарта ГОСТ ISO/IES17025 [1]. Одним из обязательных требований, предъявляемым к организации работ, является обеспечение достоверности результатов измерений, получаемых в процессе деятельности лаборатории. Гарантом постоянного поддержания правильности и требуемой точности получаемых результатов служат такие документированные процедуры СМК, как управление оборудованием, внутренние аудиты, порядок работы со стандартными образцами, управление записями и т. п. Документированная процедура «Контроль качества результатов испытаний» регламентирует организацию внутрилабораторного контроля и участие лаборатории в межлабораторных

сличениях [1, 2]. Без успешного внедрения указанной процедуры химико-аналитической лаборатории невозможно подтвердить компетентность в области количественного химического анализа.

При реализации алгоритмов внутрилабораторного контроля многие экоаналитические лаборатории сталкиваются с проблемами выбора образцов для контроля (ОК). Широкий ассортимент однокомпонентных ОК обеспечивает только контроль стабильности градуировочных характеристик средств измерений, что недостаточно для получения объективных оценок качества получаемых результатов. В этом случае не проводится контроль правильности реализации процедуры пробоподготовки, которая является важной для многих физико-химических методов анализа.

Одним из подходов к контролю всей процедуры прохождения пробы через анализ является использование многокомпонентных образцов, близких по составу

ву матрицы к анализируемым объектам [3–7]. В своей деятельности Провайдер проверок квалификации лабораторий ФГБОУ ВО «УдГУ» до 2016 г. успешно применял разработанные и созданные в лаборатории кафедры Фундаментальной и прикладной химии образцы-имитаторы, близкие по составу матрицы к природным водам Удмуртской Республики [8].

В современных условиях многие лаборатории в своей деятельности используют несколько методик измерений (МИ) для определения одного компонента, основанные, как правило, на разных методах анализа [9]. Обеспечение единства измерений состава природных образцов, осуществленных разными методами, в деятельности ИЛ становится первоочередной задачей [10]. Особое внимание в случае отсутствия исследований коммутативности образца [11] при оценивании результатов контрольных процедур уделяется методу, который применяется для установления метрологических характеристик образца для контроля (ОК).

В ходе установления содержания микрокомпонентов в составе воды, в частности ионов металлов, влияние на получаемый результат наиболее заметно при вариации используемых методов. Это обусловлено высокими концентрациями сопутствующих макрокомпонентов в анализируемых образцах.

Целью работы явилось сравнение результатов, полученных в ходе установления метрологических характеристик образца-имитатора состава воды природной, созданного для контроля измерений содержания ионов марганца (II). Результаты получены разными методами анализа. Основными критериями для сравнения приняты аттестованное значение, его расширенная неопределенность, неопределенности от неоднородности и нестабильности образца, а также от способа характеристики [12–14].

Материалы и методы

В соответствии с целью исследования проведен эксперимент по созданию дисперсного материала, имитирующего по химическому составу матрицу природных вод. Базовые данные о качественном и количественном составе матричных компонентов получены из ряда библиографических источников, описывающих состав и состояние региональных природных вод [8, 15].

В Удмуртии для организации централизованного питьевого водоснабжения используется 2540 источников, в том числе 10 поверхностных и 2530 подземных. В зоне пресных вод (ЗПВ) распространены как кондичионные питьевые воды HCO_3-Ca , HCO_3-Na , $\text{Cl}-\text{Na}$

или $\text{HCO}_3-\text{SO}_4-\text{Cl}-\text{Na}$ типа (превышения ПДК обуславливаются только антропогенной деятельностью), так и воды, не пригодные для использования в питьевых целях из-за превышений ПДК по некоторым компонентам и свойствам. В природных источниках воды превышено содержание железа и бора. В четыре раза также превышена норма содержания марганца и в три раза превышен уровень нитратов. Таким образом, вода не соответствует требованиям СанПиН 2.1.4.1074–01 по одному или нескольким из перечисленных показателей. Данная ситуация с качеством добываемой воды по всем районам Республики практически не меняется со временем.

В ходе обобщения имеющихся официальных данных о составе природных вод Удмуртской Республики разработан многокомпонентный образец для контроля качества результатов измерений массовой концентрации ионов марганца в природных водах. Материал образца по своему составу приближен к средним значениям содержания макрокомпонентов в природных водах Удмуртской Республики и изготовлен в виде механической смеси неорганических солей, выпускаемых отечественной промышленностью, с квалификацией не ниже «Х.Ч.».

Перед смешиванием материала ОК проведена экспериментальная оценка содержания основного вещества в соответствии с требованиями ГОСТ 10398 [16]. Все соли измельчены с помощью мельницы IKA Tube Mill control, высушены до постоянной массы в сушильном шкафу SPT-200 с аттестованным температурным полем $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$. Навески солей отбирались на аналитических весах лабораторных ВЛ-210, обеспечивающих измерение массы с погрешностью $\pm 0,5$ мг в диапазоне от 0,01 до 50,00 г, откалиброванных с помощью гири 200g F_2 . Далее проведена расфасовка части материала образца: из приготовленного материала отобрано случайным образом 30 навесок массой $(1000,0 \pm 0,5)$ мг, каждая из которых помещена в кальку и запаяна в полиэтиленовый пакет.

Растворы образца-имитатора состава воды готовились непосредственно перед проведением измерений путем растворения навески в мерной колбе объемом 1,0 дм³.

Службы контроля качества вод предъявляют высокие требования к физико-химическим методам анализа, при этом основные из них касаются экспрессности, оперативности и минимума экономических затрат [17]. Широко распространены такие методы анализа, как вольтамперометрия (ВА), спектрофотометрия (СФ) и рентгенофлуоресцентная спектроскопия (РФА).

Вольтамперометрический метод

Вольтамперометрия позволяет вести прямое определение содержания многих элементов, в том числе металлов на уровне ПДК в питьевых, природных и сточных водах [18]. Многие методики, предусматривающие использование инверсионной вольтамперометрии, прошли процедуру аттестации и рекомендованы для использования при экологическом контроле.

Метод ВА эффективен при экспрессном определении как низких, так и высоких содержаний тяжелых металлов в природных и сточных водах. Полученные результаты идентификации и определения содержания металлов этим методом достаточно надежны [19].

Наряду с одновременно определяемыми металлами (Cu, Pb, Cd, Zn) последовательным анализом определяют Hg, Ni и Bi. Предел обнаружения при прямом анализе воды (объем пробы 20 см³) без концентрирования пробы составляет для кадмия и свинца 0,1 мкг/дм³ соответственно, меди – 0,5 мкг/дм³, висмута – 1 мкг/дм³, никеля – 10 мкг/дм³, ртути – 0,15 мкг/дм³. Время получения единичной вольтамперометрической кривой не превышает трех минут [20].

С помощью инверсионной вольтамперометрии (ИВА) возможно определять содержание металлов в водах на уровне ПДК даже при прямом вводе проб в анализатор [21].

Для исследования применяли анализатор типа ТА-4, измерения выполняли согласно аттестованной методике ПНД Ф 14.1:2.4.217 [22]. Метод ИВА позволяет находить содержание металлов путем их электрохимического накопления на рабочем электроде из исследуемых растворов и последующего растворения при определенном значении потенциала, характерного для данного элемента. Массовые концентрации в пробе определяют методом добавок аттестованных смесей. Так, в ходе определения марганец (II) восстанавливается на ртутном электроде с образованием амальгамы марганца:



В качестве фоновой среды используется тиосульфат натрия Na₂SO₃, поскольку ионы марганца способны окисляться выделяющимся на вспомогательном электроде кислородом. В случае использования углесталлового электрода важно соблюдать равновесие $Mn^{2+} + 2e^- \leftrightarrow Mn^0$. В присутствии кислорода равновесие нарушается, часть ионов марганца переходит в оксид марганца (IV) и происходит искажение результатов измерений. Добавление сульфита натрия препятствует этому процессу.

Рентгенофлуоресцентный метод (РФС)

Метод основан на получении характеристического спектра вторичного флуоресцентного излучения пробы, который возникает под действием более жесткого рентгеновского излучения. Спектральный состав вторичного излучения адекватно отражает элементный состав анализируемого образца, поскольку атомы химических элементов имеют свои характеристические линии, индивидуальные для данного элемента. Наличие в их спектре указывает на качественный состав пробы, а измерение интенсивности линий позволяет количественно оценить концентрацию вещества [23–26] без устранения химических помех, обусловленных вариациями состава проб (матричным эффектом). Измерения содержания растворенных форм марганца проводились в соответствии с аттестованной методикой ПНД Ф 14.1:2.4.130 с использованием аппарата рентгеновского для спектрального анализа Спектроскан МАКС-GV [25]. Метод, положенный в основу МИ, заключается в концентрировании содержащихся в воде металлов на целлюлозных ДЭТАТА-фильтрах и рентгено-флуоресцентном определении массы элементов в полученных фильтрах-концентратах, в том числе марганца.

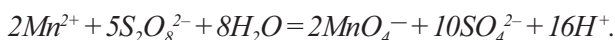
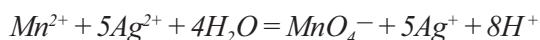
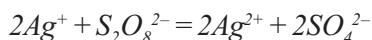
Наряду с описанными методами классические химические методы (титриметрия, гравиметрия, фотометрия) также имеют достаточно широкое применение в химико-аналитических лабораториях. Во-первых, они отличаются простотой и экономичностью: использование титриметрии с визуальным фиксированием конечной точки титрования или гравиметрического метода удобно потому, что не требует ни дорогостоящего оборудования и его предварительной калибровки, ни специальной подготовки аналитика. Во-вторых, классические методы достаточно точны для определения массовой концентрации макрокомпонентов. Многие инструментальные методы применяются вследствие их скорости или высокой чувствительности, но они нуждаются в классических методах калибровки. В-третьих, химические методы часто позволяют получить ценные данные посредством простой дополнительной операции.

Молекулярно-абсорбционный спектроскопический метод

Большинство методик измерения содержания марганца (II), основанных на применении данного метода, предусматривают окисление ионов Mn²⁺ до перманганат-ионов с последующим применением градуировочного графика: зависимости оптической плотности стандартных растворов от концентрации ионов марган-

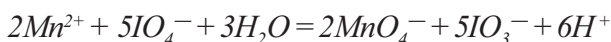
ца (II) [27, 28]. Рабочие стандартные растворы готовили соответствующим разбавлением ГСО 8054–94.

В качестве окислителя в азотнокислой среде, согласно аттестованным методикам [27, 28], применяется персульфат аммония. Измерения проводят в присутствии азотной кислоты, персульфата аммония и катализатора AgNO_3 с последующим измерением оптической плотности раствора при длине волны 540 нм. При определении содержания ионов марганца данным методом мешают хлорид-ионы, для устранения влияния которых рекомендуется использовать нитрат ртути (II).



Высокое значение редокс-потенциала $E_{\text{S}_2\text{O}_8^{2-}/\text{SO}_4^{2-}}^0$ [29] обусловило широкое применение персульфат-ионов в количественном химическом анализе. Однако необходимость устранения мешающего влияния ряда компонентов (хлорид-ионов, ионов железа, органических веществ) приводит к увеличению продолжительности анализа и снижению точности результатов измерений.

Одним из окислителей, применение которого возможно без устранения влияния мешающих веществ, является периодат калия:



Проведено исследование модельных растворов, содержащих ионы марганца (II) в диапазоне концентраций от 0,1 до 5,0 мг/дм³, с различным содержанием

хлорид-ионов (от 10 до 400 мг/дм³), органических веществ от 0,05 до 0,90 мг/дм³ (щавелевой кислоты) и ионов железа (II),(III) с общей концентрацией от 0,05 до 1,0 мг/дм³. Найдено, что указанные ионы в исследуемых диапазонах не оказывают влияние на получаемые результаты.

Для определения содержания ионов марганца (II) использовали как аттестованную методику, так и методику с применением в качестве окислителя периодата натрия. Измерения оптической плотности выполняли на спектрофотометре ПромЭкоЛаб/ PromEcoLab ПЭ-5300В с диапазоном длин волн от 325 до 1000 нм ($\Delta=2,0$ нм) при измерении коэффициента пропускания Т (0–100) % с погрешностью $\pm 1,0$ %.

Результаты исследования

Испытания образца-имитатора состава воды природной осуществляли методами инверсионной вольтамперометрии, рентгенофлуоресцентного и молекулярно-абсорбционного анализа.

На первом этапе исследований в разработанном образце устанавливали содержание ряда макрокомпонентов по аттестованным методикам [30–33]. Массовую концентрацию хлорид-ионов определяли с помощью седиметрического метода с использованием в качестве титранта нитрата ртути (II) при pH=2,5 в присутствии смешанного индикатора. Содержание нитратов определяли фотометрическим методом с использованием салицилата натрия. Значения pH, щелочности и массовых концентраций карбонат- и гидрокарбонат-ионов определяли потенциометрическим методом.

Таблица 1. Метрологические характеристики образца для контроля по компонентам матрицы

Table 1. Metrological characteristics of the sample for control by matrix components

Массовая концентрация, мг/дм ³	АЗ		U(AЗ) P=0,95	Неопределенность от		
	эксп.	теор.*		способа аттестации	неоднородности	нестабильности
хлорид-ионы	285,9	263,9	9,2	0,88	4,36	0,023
нитрат-ионы	59,6	57,1	5,6	0,53	2,67	0,00021
гидрокарбонат-ионы	298,8	335,6	7,2	0,51	3,56	0,0034
карбонат-ионы	40,5	—	3,3	0,23	1,61	0,0017
pH, ед. pH	9,72	—	0,15	0,01	0,07	$4,9 \cdot 10^{-5}$
Значение щелочности, ммоль/дм ³						
свободная (A _p)	0,68	—	0,05	0,004	0,03	$2,6 \cdot 10^{-5}$
общая (A _T)	6,25	—	0,04	0,003	0,02	$4,3 \cdot 10^{-8}$

Установление аттестованных значений массовых концентраций ионов состава образца проводилось по расчетно-экспериментальной процедуре. В относительную расширенную неопределенность аттестованных значений вносят вклады, связанные с определением содержания основного вещества в продажных реактивах, неточностью измерений навесок солей, потерями при переносе материала ОК в раствор, измерений объема при приготовлении раствора, а также неоднородностью дисперсного материала образца.

В соответствии с проведенным статистическим экспериментом рассчитаны метрологические характеристики образца по содержанию ряда компонентов (табл. 1).

На втором этапе исследований установили метрологические характеристики образца по содержанию марганца с использованием описанных выше методов анализа. Полученные результаты на примере двух из примененных методов анализа представлены в табл. 2.

Основными критериями сравнения выбраны аттестованное значение содержания марганца, значение расширенной неопределенности, а также метрологические характеристики применяемых методов.

Статистическая обработка экспериментальных данных проводилась в соответствии с метрологическими рекомендациями [34, 35].

С учетом [34, 35] в значение суммарной расширенной неопределенности вносят вклад неопределенности от неоднородности, нестабильности образца, а также и способ характеристики.

Характеристику однородности ОК состава дисперсного материала оценивали способом, основанным на многократных измерениях содержания аттестуемого компонента в нескольких пробах, отобранных случайным образом от всего материала ОК, с последующей обработкой результатов по схеме однофакторного дисперсионного анализа. Для оценивания однородности от всей массы материала ОК случайным образом отбирается N проб массой M_o каждая. Отбор проб проводили из приготовленного материала дисперсного образца. Масса каждой пробы M_o выбиралась исходя из условия достаточности для проведения в соответствии с применяемыми методиками измерений фиксированного числа измерений $J=4$.

Для определения числа отбираемых проб рассчитывали отношение Q

$$Q = \Delta_{\text{дон}} / S_{\text{ми}},$$

где $\Delta_{\text{дон}}$ – допускаемое значение погрешности аттестованного значения ОК; $S_{\text{ми}}$ – среднее квадратическое отклонение, характеризующее случайную погрешность измерений при оценивании однородности ОК.

Число отбираемых проб N при фиксированном числе многократных измерений $J=4$ находили по таблице, приведенной в [34, 35]. В нашем случае необходимо было проанализировать 25 проб, в каждой из которой выполнено по 4 кратных измерения содержания аттестуемого компонента. Результаты измерений обрабатывали в следующем порядке.

Таблица 2. Результаты определения массовой концентрации ионов марганца в образце контроле
Table 2. The results of determining the mass concentration of manganese ions in the control sample

№ пробы	Концентрация, установленная методом инверсионной вольтамперометрии, мг/дм ³					Концентрация, установленная молекулярно-абсорбционным спектроскопическим методом с персульфатом аммония, мг/дм ³				
	C_1	C_2	C_3	C_4	$C_{\text{ср}}$	C_1	C_2	C_3	C_4	$C_{\text{ср}}$
1	0,693	0,697	0,705	0,721	0,704	1,27	1,23	1,24	1,27	1,25
2	0,779	0,740	0,796	0,720	0,759	1,22	1,29	1,28	1,24	1,26
3	0,833	0,918	0,855	0,856	0,866	1,26	1,25	1,23	1,21	1,24
4	0,835	0,902	0,828	0,849	0,854	1,26	1,26	1,21	1,20	1,23
5	0,851	0,726	0,821	0,794	0,798	1,22	1,20	1,29	1,28	1,25
6	0,886	0,717	0,790	0,765	0,790	1,26	1,25	1,23	1,21	1,24
7	0,711	0,714	0,750	0,725	0,725	1,24	1,32	1,31	1,31	1,30
8	0,903	0,759	0,714	0,825	0,800	1,27	1,23	1,24	1,27	1,25
9	0,815	0,780	0,795	0,786	0,794	1,28	1,28	1,28	1,29	1,28

Продолжение табл. 2
Table 2 continuation

№ пробы	Концентрация, установленная методом инверсионной вольтамперометрии, мг/дм ³					Концентрация, установленная молекулярно-абсорбционным спектроскопическим методом с персульфатом аммония, мг/дм ³				
	C ₁	C ₂	C ₃	C ₄	C _{ср}	C ₁	C ₂	C ₃	C ₄	C _{ср}
10	0,822	0,736	0,781	0,805	0,786	1,29	1,30	1,26	1,29	1,29
11	0,884	0,901	0,825	0,891	0,875	1,24	1,33	1,31	1,23	1,28
12	0,879	0,914	0,819	0,799	0,853	1,28	1,27	1,27	1,24	1,27
13	0,886	0,883	0,899	0,910	0,895	1,18	1,20	1,19	1,27	1,21
14	0,822	0,782	0,810	0,799	0,803	1,21	1,25	1,22	1,23	1,23
15	0,918	0,868	0,891	0,905	0,896	1,25	1,27	1,24	1,25	1,25
16	0,871	0,813	0,850	0,825	0,840	1,24	1,26	1,24	1,25	1,25
17	0,665	0,735	0,760	0,696	0,714	1,21	1,20	1,19	1,21	1,20
18	0,701	0,679	0,690	0,720	0,698	1,20	1,18	1,19	1,20	1,19
19	0,810	0,881	0,879	0,826	0,849	1,26	1,27	1,28	1,27	1,27
20	0,905	0,889	0,890	0,920	0,901	1,19	1,21	1,23	1,22	1,21
21	0,920	0,880	0,909	0,899	0,902	1,24	1,27	1,20	1,25	1,24
22	0,779	0,750	0,801	0,792	0,781	1,27	1,25	1,28	1,29	1,27
23	0,716	0,736	0,770	0,726	0,737	1,20	1,18	1,22	1,24	1,21
24	0,827	0,846	0,830	0,821	0,831	1,25	1,27	1,23	1,21	1,24
25	0,875	0,890	0,861	0,858	0,871	1,21	1,18	1,25	1,21	1,21

Вычисляли средние арифметические значения всех $N \cdot J$ результатов:

$$\bar{X} = \sum_{n=1}^N \sum_{j=1}^J X_{nj} / (N \cdot J),$$

где N – количество результатов; $J=4$ – число измерений.

Вычисляли также среднеарифметическое значение результатов для каждой пробы:

$$\bar{X}_n = \sum_{j=1}^J X_{nj} / J.$$

Вычисляли сумму квадратов отклонений результатов измерений от средних значений для каждой пробы:

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

а также средних арифметических значений для каждой пробы от среднего арифметического всех результатов:

$$SS_H = J \cdot \sum_{n=1}^N (X_n - \bar{X})^2.$$

Вычисляли средний квадрат отклонений результатов измерений от средних значений для каждой пробы:

$$\overline{SS}_E = SS_E / [N \cdot (N - 1)]$$

и между пробами:

$$\overline{SS}_H = SS_H / (N - 1).$$

Характеристику однородности оценивали по формуле:

$$S_H = [(\overline{SS}_H - \overline{SS}_E) \cdot (M_o / M) / J]^{0.5},$$

Оценка материала образца на однородность по результатам исследования (т. е. проверка условия, что значение неопределенности от неоднородности меньше либо равно $1/3$ погрешности методики) показала, что ОК можно считать однородным вне зависимости от метода анализа, применяемого в ходе получения результатов измерений (табл. 4).

Однако для снижения значения расширенной неопределенности аттестованных значений компонентов образца-имитаторов за счет повышения однородности распределения навески соли марганца (II) необходимо дополнительно провести перемешивание дисперсного материала образца. Возможно, также совершенствовать матрицу образца для контроля за счет использования солей, характеризующихся большей устойчивостью при хранении (малой гигроскопичностью, неслеживаемостью).

По результатам проведенного метрологического эксперимента с применением методик измерений, основанных на различных методах, получены заметно отличающиеся аттестованные значения содержания марганца в образце-имитаторе состава воды природной (от 0,80 до 1,24 мг/дм³). Это доказывает, что при применении для целей внутрилабораторного контроля образцов-имитаторов важным остается вопрос применения в ИЛ метода анализа, которым получены аттестованные значения показателей качества состава.

Обсуждение результатов

При сравнении установленных различными методами аттестованных значений содержания марганца следует отметить, что наиболее близким к рассчитанному по процедуре приготовления АЗ является значение, полученное спектрофотометрическим методом с применением в качестве окислителя периодата калия. Эта методика не является в настоящий момент аттестованной, но проведенные исследования показывают

перспективность разработки и аттестации методики измерений, основанной на молекулярно-абсорбционном спектрофотометрическом методе в присутствии периодата. Применение указанного реагента в качестве окислителя ионов Mn (II) в ходе анализа вод различного типа имеет ряд преимуществ по сравнению с персульфатом натрия [26]:

- растворы имеют устойчивую окраску во времени;
- отсутствует достаточно трудоемкая и требующая особых мер предосторожности процедура прободготовки (кипячение пробы с концентрированными кислотами);
- не требуется устранения мешающего влияния хлорид-ионов, органических веществ и ионов железа.

Установлено, что методом ИВА лаборатория получает заниженные результаты определения величины АЗ содержания марганца (II) в ОК, а спектрофотометрическим методом – завышенные. Из результатов, полученных по использованным методикам, наиболее близко к аттестованному по процедуре приготовления значение, установленное с помощью анализа проб образца рентгенофлуоресцентным методом.

Согласно требованию к образцам для контроля, необходимо, чтобы $U \leq 1/3 U_{\text{МИ}}$, в противном случае применение ОК возможно при расчете норматива контроля с учетом расширенной неопределенности АЗ с помощью принципа суперпозиции, что осложняет процедуру внутрилабораторного контроля [37].

По представленным результатам можно обозначить границы применимости ОК в зависимости от метода анализа, примененного для установления аттестованного значения и его расширенной неопределенности (рис. 1).

С исключением случая осложнения процедур внутрилабораторного контроля и внедрения методик измерений в работу лаборатории при использовании ОК (возможное применение принципа суперпозиции)

Таблица 4. Оценивание однородности материала образца для контроля
Table 4. Evaluation of the uniformity of the sample material for control

Нормативный документ на методику измерений (НД на МИ)	u_h	ДМИ		Оценка	
		НД на МИ	мг/дм ³		
ПНД Ф 14.1:2:4.217	0,06	25 %	0,20	0,18 < 0,20	удовл.
ПНД Ф 14.1:2.61	0,03	20 %	0,25	0,09 < 0,25	
Неаттестованная МИ	0,08	–	0,51	0,24 < 0,51	
ПНД Ф 14.1:2:4.130	0,05	$0,0025 + 0,249 \cdot C_{\text{сп}}$	0,28	0,15 < 0,28	

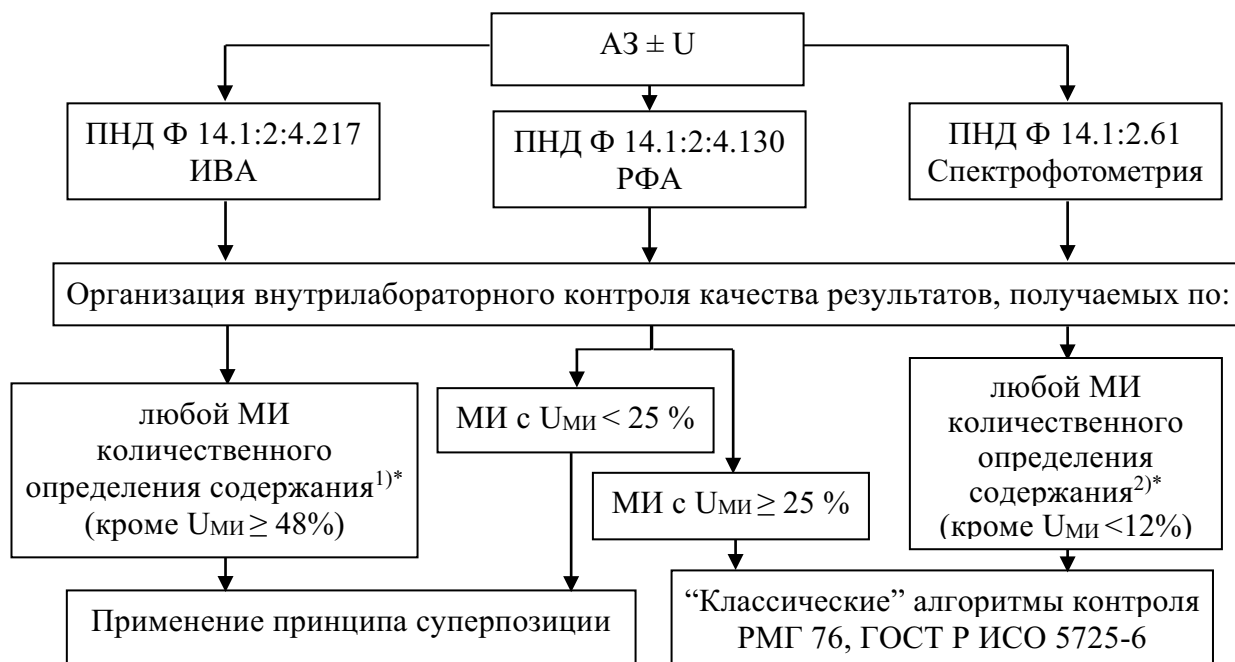


Рис. 1. Схема применимости ОК в зависимости от метода анализа, примененного для установления АЗ

* МИ, удовлетворяющие требованиям, в реестре практически не встречаются, поскольку в этом случае 1) результат носит качественный характер; 2) положенные в их основу косвенные методы химического анализа с учетом дополнительных процедур пробоподготовки и построения градуировочных зависимостей, редко характеризуются меньшими значениями неопределенности

Fig. 1. The scheme of control sample applicability depending on the analysis method used to establish the certified value

* The measurement procedures that meet the requirements are practically not included in the register because in that case 1) the result has a qualitative nature; 2) the underlying indirect methods of chemical analysis with additional procedures of sample preparation and building of calibration dependencies taken into account are seldom characterized by a small values of uncertainty

проанализирован риск получения несоответствующих действительности выводов и значений показателей качества при реализации методики в лаборатории.

При использовании химико-аналитической лабораторией методики, основанной на молекулярно-абсорбционном спектроскопическом методе (ПНД Ф 14.1:2.61) без «осложнения» контрольных процедур возможен расчет только по АЗ и его неопределенности, установленными указанным методом. В этом случае противоречий не выявлено.

В случае реализации в ИЛ методики ПНД Ф 14.1:2:4.130 (РФА) можно в расчетах результатов контрольных процедур применять значения, полученные спектрофотометрическим методом и методом РФА.

Однако при построении карт Шухарта для контроля точности или установлении качества результата контрольной процедуры при применении ОК с АЗ, установленным спектрофотометрическим методом, получили следующее (рис. 2):

Из рис. 2 следует, что при внедрении методики ПНД Ф 14.1:2:4.130 [9] в работу лаборатории 95 % результатов

должны находиться в диапазоне от 0,82 до 1,38 мг/дм³ ($A \pm 0,28$) – фигура I. Если полученные результаты контроля сравнивать с АЗ, установленным с применением спектрофотометрического метода (фигура II), то существует вероятность признать удовлетворительный результат неудовлетворительным – 0,054 или сомнительным – 0,232. Таким образом, вероятность приписать удовлетворительному результату «ошибочный» характер – 0,286.

Если лаборатория для установления содержания марганца в водах применяет ИВА [20], то без «осложнения» контрольных процедур возможен расчет по АЗ и его неопределенности, определенными спектрофотометрическим методом и методом РФА (рис. 3).

При внедрении методики инверсионной вольтамперометрии ПНД Ф 14.1:2:4.217 в работу лаборатории 95 % результатов должны находиться в диапазоне от 0,61 до 1,01 мг/дм³ ($C \pm 0,20$) – фигура I рис. 3. Если полученные результаты контроля сравнивать с АЗ, установленным с помощью метода РФА (фигура II рис. 2), то существует вероятность признать удовлет-

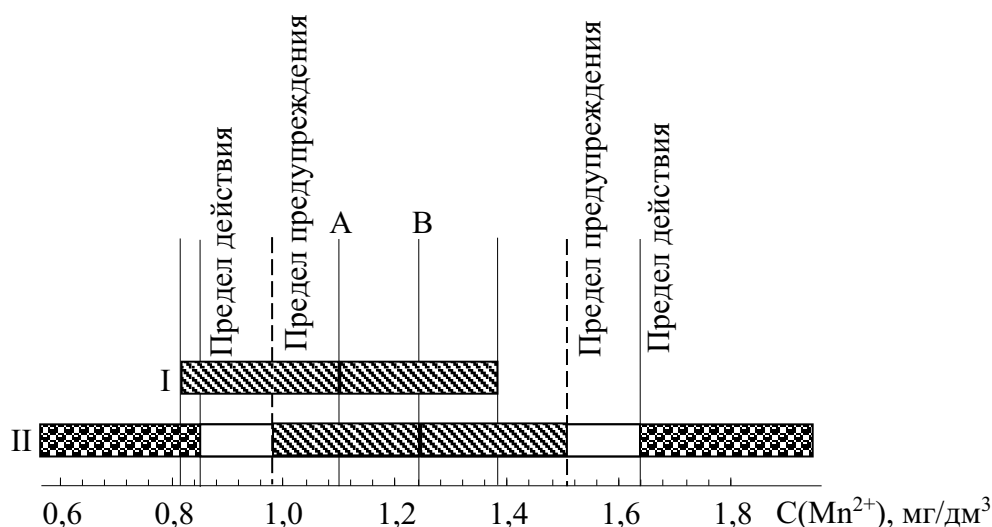


Рис. 2. Сравнительный анализ результатов контроля при различии метода установления АЗ и его погрешности и метода анализа

Результат: – удовлетворительный, – сомнительный, – неудовлетворительный
 А – АЗ, установленное с помощью метода РФА
 В – АЗ, установленное с применением спектрофотометрического метода

Fig. 2. The comparative analysis of the control results at distinction of method of certified value and its error establishing and method of analysis Result: – satisfactory, – doubtful, – unsatisfactory A – certified value established by the XRF method B – certified value established by the spectrophotometry method

удовлетворительный результат неудовлетворительным – 0,35, сомнительным – 0,30. В итоге вероятность приписать удовлетворительному результату «ошибочный» характер составляет 0,65. В случае использования для рас-

четов контрольных процедур и нормативов контроля значений, установленных молекулярно-абсорбционным спектроскопическим методом (фигура III рис. 3), вероятность получить объективные результаты равна 0,075.

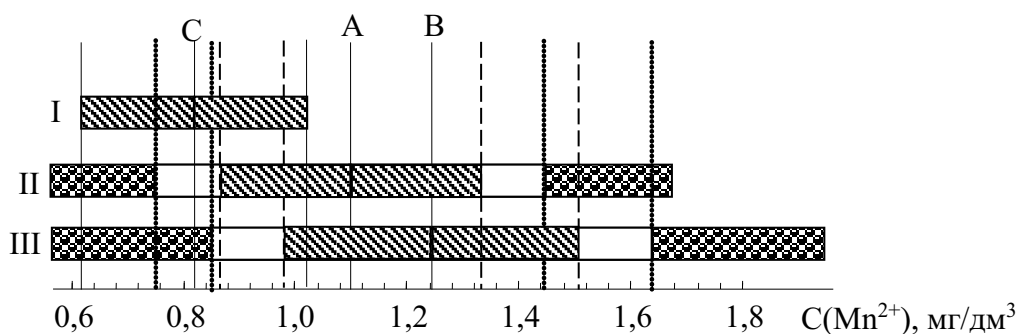


Рис. 3. Сравнительный анализ результатов контроля при различии метода установления АЗ и его погрешности и метода анализа

Результат: – удовлетворительный, – сомнительный, – неудовлетворительный АЗ, установленное: А – с помощью МИ РФА, В – с применением спектрофотометрии, С – методом ИВА
 --- – предел предупреждения; – предел действия

Fig. 3. The comparative analysis of the control results at distinction of method of certified value and its error establishing and method of analysis

Result: – satisfactory, – doubtful, – unsatisfactory certified value A – established by the XRF method, B – c established by the spectrophotometry method, C – by the inverse voltammetric method
 --- – alert limit – action limit

Анализ приведенных данных показал, что в ходе реализации процедур внутрилабораторного контроля необходимо обращать внимание на метод, который применялся для установления метрологических характеристик образца для контроля. Отсутствие указанной информации в технической документации на ОК может привести к неверной трактовке полученных результатов контрольных процедур, что подтверждает важность исследований коммутативности ОК [11].

Благодарности

Работа выполнена в рамках темы «Разработка и метрологическая аттестация стандартных образцов состава воды питьевой, природной и почв» (№ госрегистрации 01200257924).

Авторы выражают благодарность сотрудникам Центральной экологической лаборатории химического анализа (ФГБОУ ВО «Удмуртский государственный

университет») за проведение экспериментальных исследований, получение массива статистических данных.

Вклад соавторов

Трубачева Л. В.: концепция и инициация исследования, критический анализ текста, анализ литературных данных на иностранных языках.

Лоханина С. Ю.: курирование экспериментальных исследований, проверка правильности расчета результатов, анализ литературных данных, подготовка первоначального варианта текста статьи, компьютерная работа с текстом, написание текста, доработка текста.

Белова Т. И.: получение экспериментальных данных, сбор литературных данных, в том числе на иностранных языках.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

ЛИТЕРАТУРА

- ГОСТ ISO/IES17025–2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: Стандартинформ, 2019. 32 с.
- Медведских М. Ю., Барановская В. Б. Проверка квалификации и другие виды межлабораторных сличений // Стандартные образцы. 2017. № 3–4. С. 41–44.
- Горяева Л. И., Лебедева Е. Л. Разработка стандартного образца минерального состава воды природной, предназначенного для контроля точности измерений мутности // Стандартные образцы. 2017. № 1. С. 27–35. DOI: 10.20915/2077-1177-2017-13-1-27-36
- Kipphardt H., Matschat R., Vogl J., Gusarova T., Czerwensky M., Heinrich H. J., Hioki A., Konopelko L. A., Methven B., Miura T. et al. Purity determination as needed for the realization of primary standards for elemental determination – status of international comparability. Accred Qual Assur. 2010;15(1):29–37. <https://doi.org/10.1007/s00769-009-0557-0>
- ISO Guide 35:2017 Reference materials—guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability.
- ISO Guide 34–2009 General requirements for competence of reference material producers.
- Стандартные образцы в обеспечении прослеживаемости результатов измерений показателей качества и безопасности воды / А. Н. Атанов [и др.] // Контроль качества продукции. 2017. № 4. С. 39–46.
- Исаев М. А., Головкин И. Г., Юрк С. А. Родниковые и артезианские воды Ижевска. Ижевск: Издательский дом «Секреты красоты и здоровья», 2004. 109 с.
- Brown R. J. C., Milton M. J. T. Development in accurate and traceable chemical measurements // Chemical Society Reviews. 2008. № 36, pp. 904–913.
- Васильева И. Е., Шабанова Е. В. Роль и перспективы развития стандартных образцов химического состава природных и техногенных сред в геоанализе // Стандартные образцы. 2016. № 2, С. 16–35. DOI: 10.20915/2077-1177-2016-0-2-16-35
- Осинцева Е. В. Об оценивании коммутативности стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов // Стандартные образцы. 2016. № 3. С. 61–68. DOI: 10.20915/2077-1177-2016-0-3-61-68.
- Домбровская М. А., Лисенко Д. Г., Кубрина Е. Д. Создание методик определения содержания основных компонентов в реактивах, используемых для синтеза стандартных образцов // Стандартные образцы. 2017. № 2. С. 27–36. DOI: 10.20915/2077-1177-2017-13-2-27-36.
- Войда А., Матвеев А., Ежак Б. Десять барьеров на пути стандартных образцов // Контроль качества продукции. 2018. № 6. С. 44–48.
- Войда А., Матвеев А., Ежак Б. Проблемы дистрибуции стандартных образцов химического состава веществ и материалов // Контроль качества продукции. 2017. № 11. С. 5–8.
- О состоянии санитарно-эпидемиологического благополучия населения в Удмуртской Республике в 2018 году: Государственный доклад – Управление Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека по Удмуртской Республике, 2019. 180 с.
- ГОСТ 10398–76 Реактивы и особо чистые вещества. Комплексонометрический метод определения содержания основного вещества. М.: Стандартинформ, 2002. 15 с.
- Кристиан Г. Аналитическая химия: в 2 томах / пер. с англ Г. Кристиан. М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2012.

18. Аналитическая химия. Проблемы и подходы: в 2 т / пер.с англ./ под ред. Р. Кельнера [и др.]. М.: Мир; ООО «Издательство АСТ», 2004.
19. Ноллет Лео М. Л., Де Геллер Лин С. П. Анализ воды. Справочник /пер. с англ. / под ред. И. В. Васильевой, Е. Л. Пролетарской. СПб.: ЦОП «Профессия», 2012. 920 с.
20. Ходаковская И. В., Попкова Г. Н., Базьянова В. В. Сравнение методов аттестации микропримесей олова, сурьмы и свинца в стандартных образцах сталей // Стандартные образцы. 2016. № 3. С. 32–36. DOI: 10.20915/2077-1177-2016-0-3-32-37.
21. Аналитическая химия. Методы идентификации и определения веществ / Под ред. Л. Н. Москвина. СПб.: Издательство «Лань», 2019. 587 с.
22. ПНД Ф 14.1:2.4.217–06 Методика выполнения измерений массовых концентраций сурьмы, висмута и марганца в питьевых, природных, минеральных и сточных водах методом инверсионной вольтамперометрии на анализаторе типа ТА. Томск, 2006. 21 с.
23. Пупышев А. А. Атомно-абсорбционный спектральный анализ. М.: Техносфера, 2009. 784 с.
24. Комиссаренко А. А., Андреев С. Б. Рентгенофлуоресцентный метод анализа: методические указания к лабораторным работам. С.-Петербург: ГОУ ВПО «Санкт-Петербургский государственный технологический университет растительных полимеров», 2008. 36 с.
25. ПНД Ф 14.1:2.4.130–98 (ФР.1.31.2011.09284) Методика выполнения измерений массовой концентрации ванадия, висмута, железа, кобальта, марганца, меди, никеля, свинца, хрома, цинка в питьевых, природных и сточных водах рентгенофлуоресцентным методом после концентрирования на целлюлозных ДЭТАТА-фильтрах. С.-Петербург: ООО «НПО «СПЕКТРОН», 2009. 17 с.
26. ГОСТ 31870–2012 Вода питьевая. Определение содержания элементов методами атомной спектроскопии.– М.: Стандартинформ, 2013. 18 с.
27. ПНД Ф 14.1:2.61–96 Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений массовой концентрации марганца в природных и сточных водах фотометрическим методом с персульфатом аммония. М.ФБУ «ФЦАО», 2013. 16 с.
28. ГОСТ 4974–2014 Вода питьевая. Определение содержания марганца фотометрическими методами.– М.: Стандартинформ, 2015. 15 с.
29. Рабинович В. А., Хавин З. Я. Краткий химический справочник / Под ред. А. А. Потехина и А. И. Ефимова. Л.: Химия, 1991. 432 с.
30. ПНД Ф 14.1:2.4.111–97 Количественный химический анализ вод. Методика измерений массовой концентрации хлорид-ионов в питьевых, поверхностных и сточных водах меркуриметрическим методом. М.: Госстандарт России, 2011. 20 с.
31. ПНД Ф 14.1:2.4.4–95 Количественный химический анализ вод. Методика измерений массовой концентрации нитрат-ионов в питьевых, поверхностных и сточных водах фотометрическим методом с салициловой кислотой. М.: Госстандарт России, 2011. 13 с.
32. ПНД Ф 14.1:2.3:4.121–97 Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений pH в водах потенциометрическим методом. М.: Госстандарт России, 2018. 16 с.
33. ГОСТ 31957–2012 Методы определения щелочности и массовой концентрации карбонатов и гидрокарбонатов. М.: Стандартинформ, 2013. 25 с.
34. Р 50.2.058-2007 ГСИ Оценивание неопределенностей аттестованных значений стандартных образцов. М.: Стандартинформ, 2008. 28 с.
35. ГОСТ 8.531-2002 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности. М.: Стандартинформ, 2008. 12 с.
36. Осинцева Е. В. ГОСТ 8.315 «ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения»: основные принципы пересмотра // Стандартные образцы. 2016. № 4. С. 15–24.
37. Терещенко А. Г. Внутрिलाбораторный контроль качества результатов химического анализа. Томск: STT, 2017. 266 с.

REFERENCE

1. GOST ISO/IEC17025–2019 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. Moscow, Standartinform, 2019, 32 p. (In Russ.).
2. Medvedevskikh M. Y., Baranovskaja V. B. Proficiency testing and other interlaboratory comparisons. EURACHEM leaflet. Reference materials. 2017;13(3–4):41–44. (In Russ.).
3. Gorjaeva L. I., Lebedeva E. L. Development of certified reference material of mineral composition of natural water designed to control of turbidity measurement accuracy. Reference materials. 2017;13(1):27–36. DOI: 10.20915/2077-1177-2017-13-1-27-36
4. Kipphardt H., Matschat R., Vogl J., Gusarova T., Czerwensky M., Heinrich H. J., Hioki A., Konopelko L. A., Methven B., Miura T. et al. Purity determination as needed for the realization of primary standards for elemental determination—status of international comparability. Accred Qual Assur. 2010;15(1):29–37. DOI: 10.1007/s00769-009-0557-0
5. SO Guide 35:2017 Reference materials—guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability.
6. ISO Guide 34–2009 General requirements for competence of reference material producers.
7. Atanov A. N., Boldina O. V., Gagarin S. V., Propisnova V. A., Sidorov L. S. Standartnye obraztsy v obespechenii proslezhivaemosti rezul'tatov izmerenii pokazatelei kachestva i bezopasnosti vody [Reference materials in providing traceability of measurement results quality indicators and water safety]. Kontrol' kachestva produktsii. 2017;(4):39–46. (In Russ.).

8. Isaev M. A., Golovkov I. G., Iurk S. A. Rodnikovye i artezijskie vody Izhevsk [Spring and artesian waters of Izhevsk]. Izhevsk, publishing house «Secrets of beauty and health», 2004. 109 p.
9. Brown R. J. C., Milton M. J. T. Development in accurate and traceable chemical measurements. Chemical Society Reviews. 2008;(36):904–913. (In Russ.).
10. Vasileva I. E., Shabanova E. V. The role and prospects of development of certified reference materials of chemical composition of natural and man-made environments in geoanalysis. Reference materials. 2016;(2):16–35. DOI: 10.20915/2077-1177-2016-0-2-16-35. (In Russ.).
11. Osintseva E. V. Commutability evaluation of reference materials of composition and properties of substances and materials. Reference materials. 2016;(3):61–68. DOI: 10.20915/2077-1177-2016-0-3-61-68. (In Russ.).
12. Dombrovskaya M. A., Lisienko D. G., Kubrina E. D. Creating procedures for determining the content of main components in reagents used for synthesizing certified reference materials for composition. Reference materials. 2017;13(2):27–36. DOI: 10.20915/2077-1177-2017-13-2-27-36. (In Russ.).
13. Voids A., Matveev A., Ezhak B. Desiat' bar'ero na puti standartnykh obraztsov [Ten barriers to reference materials]. Kontrol' kachestva produktov. 2018;(6):44–48. (In Russ.).
14. Voids A., Matveev A., Ezhak B. Problemy distributsii standartnykh obraztsov khimicheskogo sostava veshchestv i materialov [Problems of distribution of standard samples of the chemical composition of substances and materials], Kontrol' kachestva produktov. 2017;(11):5–8. (In Russ.).
15. O sostoyanii sanitarno-epidemiologicheskogo blagopoluchii naselenii v Udmurtskoi Respublike v 2018 godu: Gosudarstvennyi doklad – Upravlenie Federal'noi sluzhby po nadzoru v sfere zashchity prav potrebiteli i blagopoluchii cheloveka po Udmurtskoi Respublike [On the state of sanitary and epidemiological welfare of the population in the Udmurt Republic in 2018: State report-Department of the Federal service for supervision of consumer rights protection and human welfare in the Udmurt Republic]. 2019. 180 p. (In Russ.).
16. GOST 10398–76 Reagents and super pure substances. Complexonometric method for determination of basic matter content. Moscow, Standartinform, 2002, 15 p. (In Russ.).
17. Kristian G. Analiticheskaya khimiya [Analytical chemistry]: In 2 vol. (G. Christian translation from English). Moscow, BINOM. Knowledge lab, 2012. (In Russ.).
18. Analiticheskaya khimiya. Problemy i podkhody [Analytical chemistry. Problems and approaches]: In 2 vol. R. Kelner, J.-M. Mermet, M. Otto, M. Widmer (ed.). Moscow, Mir: LLC «Publishing house AST», 2004. (In Russ.).
19. Leo M. L. Nollet, Lin S. P. Degeler Analiz vody. Spravochnik [Analysis of water. Reference]: translated from English. (G). I. V. Vasilyeva, E. L. Proletarskaya translation from English). St. Petersburg, TSOP «Profession». 2012. 920 p. (In Russ.).
20. Khodakovskaya I. V., Popkova G. N., Bazianova V. V. Comparison of methods for certification of stannic, stibium and lead traces in reference materials for steel. Reference materials. 2016;(3):32–37. DOI: 10.20915/2077-1177-2016-0-3-32-37. (In Russ.).
21. Moskvina L. N. (ed.). Analiticheskaya khimiya. Metody identifikatsii i opredeleniia veshchestv [Analytical chemistry. Methods of identification and determination of substances]. St. Petersburg, LAN publishing House. 2019. 587 p. (In Russ.).
22. PND f 14.1.2:4.217–06 Method of measurement of mass concentration of manganese by the method of IVA for the instrument type THAT. Tomsk, 2006. 21 p. (In Russ.).
23. Pypyshev A. A. Atomno-absorbtsionnyi spektral'nyi analiz [Atomic absorption spectrum analysis]. Moscow, Technosphere. 2009. 784 p. (In Russ.).
24. Komissarenko A. A., Andreev S. B. Rentgeno fluoresentsnyi metod analiza: metodicheskie ukazaniia k laboratornym rabotam [x-ray Fluorescence method of analysis: guidelines for laboratory work]. St. Petersburg, GOU VPO «Saint Petersburg state technological University of plant polymers», 2008. 36 p. (In Russ.).
25. PND F 14.1: 2: 4.130–98 Method of measuring the mass concentration of vanadium, bismuth, iron, cobalt, manganese, copper, Nickel, lead, chromium, zinc in drinking, natural and waste water by x-ray fluorescence method after concentration on cellulose DETATE filters (FR.1.31.2011.09284). St. Petersburg: LLC «NPO «SPECTRON», 2009. 17 p. (In Russ.).
26. GOST 31870–2012 Drinking water. Determination of elements content by atomic spectrometry methods. Moscow, Standartinform, 2013, 18 p. (In Russ.).
27. PND F 14.1:2.61–96 Measuring the mass concentration of Mn²⁺ in natural and waste waters by photometric method with the use of ammonium persulfate. Moscow, FBU «FCO», 2004, 16 p. (In Russ.).
28. GOST 4974–2014 Drinking water. Determination of manganese content by photometric methods. Moscow, Standartinform, 2015. 15 p. (In Russ.).
29. Rabinovich V. A., Khavin Z. Ia. Kratkii khimicheskii spravochnik [Short chemical Handbook], A. A. Potekhin and A. I. Efimova (eds.). Leningrad, Chemistry, 1991. 432 p. (In Russ.).
30. PND F 14.1:2: 4.111–97 Quantitative chemical analysis of water. Methods of measuring the mass concentration of chloride ions in drinking, surface and waste water by mercurimetric method. Moscow, State Standard Of Russia, 2011. 20 p. (In Russ.).
31. PND F 14.1:2: 4.4–95 Quantitative chemical analysis of water. Method of measuring the mass concentration of nitrate ions in drinking, surface and waste water by photometric method with salicylic acid. Moscow, State Standard Of Russia, 2011. 13 p. (In Russ.).
32. PND F 14.1:2:3.4.121–97 Quantitative chemical analysis of waters. Technique of pH measurements in water by potentiometric method. Moscow, State Standard Of Russia, 2004. 16 p. (In Russ.).

33. GOST 31957–2012 Water. Methods for determination of alkalinity and mass concentration of carbonates and hydrocarbonates. Moscow, Standardinform, 2013. 25 p. (In Russ.).
34. R50.2.058-2007 GSI Assessment of uncertainties of certified values of standard samples. Moscow, Standardinform, 2008. 28 p. (In Russ.).
35. GOST 8.531-2002 State system for ensuring the uniformity of measurements. Reference materials of composition of solid and disperse materials. Ways of homogeneity assessment. Moscow, Standardinform, 2002. 12 p. (In Russ.).
36. Osintseva E. V. GOST 8.315 «GSI. Reference materials of composition and properties of substances and materials. Basic concepts»: basic principles of revision. Reference materials. 2016;(4):15–24. (In Russ.).
37. Tereshchenko A. G. Vnutrilaboratornyi kontrol' kachestva rezul'tatov khimicheskogo analiza [Intra-Laboratory quality control of chemical analysis results]. Tomsk, STT, 2017. 266 p. (In Russ.).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Трубачева Лариса Викторовна – канд. хим. наук, доцент, заведующий кафедрой фундаментальной и прикладной химии ФГБОУ ВО «Удмуртский государственный университет». Российская Федерация, 426034, г. Ижевск, ул. Университетская, 1
e-mail: trub12@mail.ru

Лоханина Светлана Юрьевна – канд. техн. наук, доцент кафедры фундаментальной и прикладной химии ФГБОУ ВО «Удмуртский государственный университет». Российская Федерация, 426034, г. Ижевск, ул. Университетская, 1
e-mail: swetlei@mail.ru

Белова Татьяна Ивановна – инженер Центральной экологической лаборатории химического анализа кафедры фундаментальной и прикладной химии ФГБОУ ВО «Удмуртский государственный университет». Российская Федерация, 426034, г. Ижевск, ул. Университетская, 1
e-mail: tatyana.belova.96–96@yandex.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Larisa. V. Trubacheva – PhD (Chemical), associate professor, head of the department of fundamental and applied chemistry, Udmurt State University.
1 Universitetskaya str.,
Izhevsk, 426034,
Russian Federation
e-mail: trub12@mail.ru

Svetlana Yu. Lohanina – PhD (Engineering), associate professor, head of the department of fundamental and applied chemistry, Udmurt State University.
1 Universitetskaya str.,
Izhevsk, 426034,
Russian Federation
e-mail: swetlei@mail.ru

Tat'iana I. Belova – engineer central ecological laboratory of chemical analysis, department of fundamental and applied chemistry Udmurt State University.
1 Universitetskaya str.,
Izhevsk, 426034,
Russian Federation
e-mail: tatyana.belova.96–96@yandex.ru

■ СЛИЧЕНИЯ / COMPARISONS

DOI: 10.20915/2687-0886-2020-16-2-57-61

МЕЖЛАБОРАТОРНЫЕ СЛИЧИТЕЛЬНЫЕ ИСПЫТАНИЯ
В ОБЛАСТИ ИЗМЕРЕНИЙ ДЕФОРМАЦИИ

© Шимолин Ю. Р., Трибушевская Л. А., Остроухова Л. А.

УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Российская Федерация
e-mail: form233@uniim.ruПоступила в редакцию – 30 января 2019 г., после доработки – 16 июня 2020 г.
Принята к публикации – 20 июня 2020 г.*В статье приведены: понятие деформации, единицы измерений деформации, средства, способы и особенности измерений деформации.**Описан раунд межлабораторных сличительных испытаний в области измерений деформации по определению характеристик тензорезисторов с помощью установок чистого изгиба. Представлены результаты раунда, анализ и выводы.***Ключевые слова:** установка чистого изгиба, тензорезистор, деформация

DOI: 10.20915/2687-0886-2020-16-2-57-61

INTERLABORATORY COMPARISONS IN THE FIELD
OF STRAIN MEASUREMENTS

© Yuri R. Shimolin, Lydia A. Tribushevskaya, Lydia A. Ostroukhova

UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology
Ekaterinburg, Russia
e-mail: form233@uniim.ruReceived – 30 January, 2019. Revised – 16 June, 2020.
Accepted for publication – 20 June, 2020.*The article puts forward the concept of strain, the strain measurement units, means, methods and specifics of strain measurement.***Ссылка при цитировании:**

Шимолин Ю. Р., Трибушевская Л. А., Остроухова Л. А. Межлабораторные сличительные испытания в области измерений деформации // Эталоны. Стандартные образцы. 2020. Т. 16. № 2. С. 57–61. DOI: 10.20915/2687-0886-2020-16-2-57-61.

For citation:Shimolin Yu. R., Tribushevskaya L. A., Ostroukhova L. A. Interlaboratory comparisons in the field of deformation measurements. *Measurement standards. Reference materials*. 2020;16(2): 57–61. DOI 10.20915/2687-0886-2020-16-2-57-61 (In Russ.).

The round of interlaboratory comparisons in the field of measuring strain by determining the characteristics of tensoresistors with the help of pure bending installations. The results of the round, the analysis and the conclusions are presented

Keywords: pure bending installation, tensoresistor, deformation, strain

Введение

Деформацией называется изменение размеров и формы физических тел, обусловленное изменением взаимного положения частиц тела, связанное с их перемещением друг относительно друга, вызванное либо полем напряжений (механическая деформация), либо изменением температуры (тепловое расширение). Изучение и измерение деформации необходимо при установлении прочности, жесткости и устойчивости деталей, элементов конструкций и сооружений. В технике обычно используют понятие относительной деформации, то есть отношение абсолютной деформации к первоначальному значению длины. Относительная деформация – величина безразмерная и измеряется в относительных единицах. Постановлением Правительства РФ от 31 октября 2009 г. № 879 [1] в качестве относительных единиц предусмотрены: процент, промилле, миллионная доля. Для деформации используется миллионная доля, которая соответствует принятой за рубежом единице микрострейн ($\mu\epsilon$) или мкм/м. Средства измерений деформации очень разнообразны в зависимости от области применения: тензорезисторы и датчики измерений локальных деформаций; тензометры различных типов; экстензометры для измерений деформации образцов при испытаниях материалов; тензокалибраторы и установки воспроизведения деформации. Особенностью измерений деформации является необходимость использования артефакта или средства сравнения, обладающего установленными в результате характеристики механическими свойствами (модуль упругости, напряжение, соответствующее пределу пропорциональности и др.).

По результатам анализа зарубежных и отечественных стандартов [2–6] для наклеиваемых, привариваемых преобразователей можно выделить основные методы передачи единицы:

- на основе изгиба балки постоянного сечения по схеме чистого изгиба;
- на основе изгиба балки равного сопротивления изгибу;
- сличение с показаниями экстензометра, установленного на балке подвергающейся растяжению.

Наибольшее распространение в нашей стране нашел способ с применением установок чистого изгиба,

так как использование гипотезы Бернулли [7] позволяет с достаточно высокой точностью рассчитать деформацию верхних и нижних волокон балки, обладая информацией об ее прогибе и размерах поперечного сечения. Для измерений прогиба используют высокоточные датчики перемещений, с высокой точностью определяют длину базы прогибомера и параметры поперечного сечения балки, то есть все, входящие в уравнение измерений параметры, тогда как влияние дополнительных факторов на результат измерений, как правило, не оценивается. Современные международные стандарты в области менеджмента качества продукции и услуг, в том числе испытательных и калибровочных лабораторий, предусматривают полный количественный анализ всех влияющих на результаты измерений факторов. И межлабораторные сравнительные испытания (МСИ) – являются эффективным способом оценки качества результатов измерений деформации помимо оценки качества компетентности лабораторий.

Проведение межлабораторных сличительных испытаний

В 2019 г. ФГУП «УНИИМ» (г. Екатеринбург), являющийся аккредитованным провайдером межлабораторных сличительных испытаний (аттестат аккредитации RA.RU.430158 от 23 сентября 2016 г.), в рамках исследовательской работы «Развитие метрологического обеспечения в области измерений деформации на основе новых методологических и технических подходов» провел межлабораторные сличительные испытания средств измерений деформации.

В качестве участников были приглашены лаборатории, оснащенные установками чистого изгиба. Всего разослано около 15 приглашений. Многие лаборатории оказались не готовы участвовать по техническим причинам (установки в нерабочем состоянии) или по причине отсутствия квалифицированного персонала. В качестве участников раунда выступило пять лабораторий.

В качестве образцов для испытаний были выбраны фольговые тензорезисторы. Для целей минимизации влияния неоднородности образца, обусловленной технологией конкретного производителя, образец сличений представлял собой две группы одиночных тензорезисторов по 12 штук производства Hottinger Baldwin

Messtechnik (HBM), Германия и Zhonghang Electronic Measuring Instruments Co., Китай.

Каждый участник МСИ должен был определить коэффициент чувствительности тензорезисторов, который определяется посредством монтажа тензорезисторов на балку с последующим ее изгибом до значений относительной деформации 1000 млн^{-1} . В основу методики расчета и определения характеристики тензорезистора была взята методика определения чувствительности, изложенная в документе ГОСТ 21616–91 [2].

Коэффициент чувствительности устанавливает связь между деформацией тензорезистора и изменением его сопротивления. Измерение деформации балки, на которой смонтированы тензорезисторы, производится каждым участником в соответствии с документацией на применяемые установки чистого изгиба.

Инструкцией для участника схемы проведения МСИ установлены:

- метод воспроизведения деформации;
- схема монтажа и подключения тензорезисторов;
- алгоритм расчета коэффициента чувствительности.

Приписанные значения устанавливались по согласованному значению от участников согласно приложению В ГОСТ ISO/IEC17043–2013 [8]. Значения метрологических характеристик образца рассчитаны как робастные средние значения результатов измерений, полученные участниками. Данный метод был выбран как эффективный и высоко устойчивый к выбросам. В качестве статистического показателя для оценки

результатов участников выбран E_n –индекс в соответствии с 9.7 ГОСТ Р 50779.60–2017 [9]. Схема раунда параллельная.

Полученные результаты

Графическое представление результатов участников и расширенные неопределенности их результатов измерений (расширенная неопределенность измерений участников учитывает только случайную составляющую) представлены на рис. 1. На графике также приведены приписанные значения характеристики образцов и их расширенная неопределенность.

Обсуждение и заключение

Проведенные испытания показали, что большая часть лабораторий-участников получила удовлетворительные результаты измерений, что свидетельствует о хорошем уровне технической компетентности.

По результатам анализа протоколов, предоставленных участниками, провайдер отметил следующее:

- четыре участника не предоставили метрологические характеристики используемого оборудования и средств измерений;
- некоторые участники не представили результаты измерений в нужном виде согласно инструкции;
- один участник неверно рассчитал среднее квадратическое отклонение чувствительности в группе.

На рис. 1 видно, что оба графика с результатами измерений по двум разным группам тензорезисторов

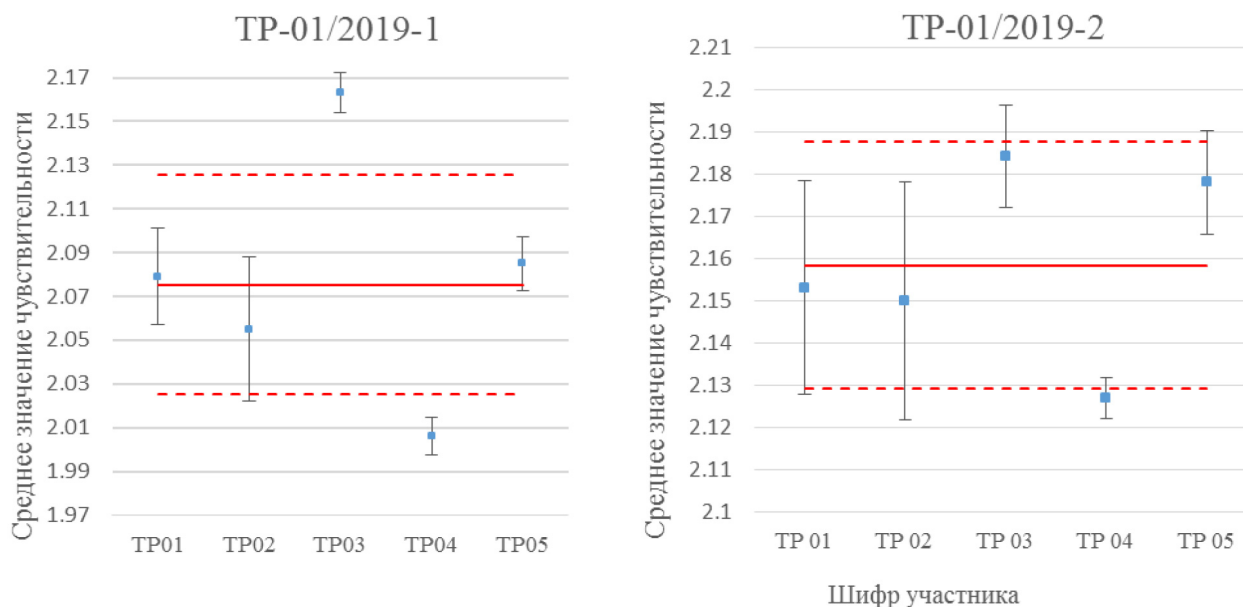


Рис. 1. Результаты проведения испытаний в области измерений деформации, полученные участниками раунда МСИ
Fig. 1. The results of tests in the field of deformation measurement obtained by the participants of the round of the interlaboratory comparisons

имеют общий характер относительного расположения результатов измерений участников, что свидетельствует о наличии систематического сдвига в измерениях лабораторий, вероятно, это обусловлено ошибкой при измерении деформации балки.

Анализ результатов участия всех лабораторий в МСИ позволяет объективно взглянуть на полученные результаты испытаний, оценить уровень не только конкретной лаборатории в ряду лабораторий аналогичного профиля, но и уровень метрологического обеспечения средств измерений деформации, принять необходимые меры и выработать стратегию улучшения. Так, при использовании косвенных измерений относительной деформации, воспроизводимой на поверхности балки, очевидна необходимость разработки и аттестации методик измерений для средств воспроизведения деформации при их аттестации в качестве рабочих эталонов или испытаний в целях утверждения типа.

Вклад соавторов

Шимолин Ю. Р.: концепция и инициация исследования, критический анализ текста, анализ литературных данных на иностранных языках.

Трибушевская Л. А.: курирование экспериментальных исследований, проверка правильности расчета результатов, анализ литературных данных, подготовка первоначального варианта текста статьи, компьютерная работа с текстом, написание текста, доработка текста.

Остроухова Л. А.: получение экспериментальных данных, сбор литературных данных, в том числе на иностранных языках.

Благодарности

Работа выполнена в рамках темы ОКР «Развитие метрологического обеспечения в области измерений деформации на основе новых методологических и технических подходов», шифр «Деформация».

Авторы выражают благодарность участникам раунда за проведение экспериментальных исследований, получение массива статистических данных.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

ЛИТЕРАТУРА

1. Об утверждении Положения о единицах величин, допускаемых к применению в Российской Федерации (с изменениями и дополнениями): Постановление правительства Рос. Федерации от 31 октября 2009 г. № 879 // Российская газета. 2015. 19 августа.
2. ГОСТ 21616–91 Тензорезисторы. Общие технические условия. М.: Комитет стандартизации и метрологии, 1991.
3. ASTM E251–92 Standard Test Methods for Performance Characteristics of Metallic Bonded Resistance Strain Gages.
4. AIA/NAS942 1964 Aerospace Industries Association of America Inc. Strain gages, bonded resistance.
5. BS6888:1988 Methods for calibration of bonded electrical resistance strain gauges.
6. COMPETITIVE AND SUSTAINABLE GROWTH (GROWTH) PROGRAMME. Contract for Shared-cost RTD Standardization Project for Optical Techniques of Strain measurement (SPOTS) standard.
7. Композиционные материалы: В 8 т. пер. с англ./ Под ред. Л. Браутмана и Р. Крока. М.: Машиностроение, 1978. Пер. изд.: Composite Materials/ Нью-Йорк, 1975. Т. 7. Анализ и проектирование конструкций. Часть 1/ Под ред. К. Чамиса. 1978. 300 с.
8. ГОСТ ISO/IEC17043–2013 Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации. М.: Стандартиформ, 2014.
9. ГОСТ Р 50779.60–2017 (ISO 13528:2015) Статистические методы. Применение при проверке квалификации посредством межлабораторных испытаний. М.: Стандартиформ, 2017.

REFERENCE

1. Ob utverzhdenii Polozheniia o edinitakh velichin, dopuskaemykh k primeneniiu v Rossiiskoi Federatsii (s izmeneniiami i dopolneniiami) [On approval of the Regulation on units of quantities allowed for use in the Russian Federation (as amended and supplemented). Postanovlenie pravitel'stva Rossiiskoi Federatsii ot 31 oktiabria 2009 goda № 879 [Decree of the Government of the Russian Federation. Federation of October 31, 2009 No. 879]. In Russian newspaper, 19 August 2015. (In Russ.).
2. GOST 21616–91 Strain gauges. General specifications. Moscow, Komitet standartizatsii i metrologii, 2091. (In Russ.).
3. ASTM E251–92 Standard Test Methods for Performance Characteristics of Metallic Bonded Resistance Strain Gages.
4. AIA/NAS942 1964 Aerospace Industries Association of America Inc. Strain gages, bonded resistance.
5. BS6888:1988 Methods for calibration of bonded electrical resistance strain gauges.
6. COMPETITIVE AND SUSTAINABLE GROWTH (GROWTH) PROGRAMME. Contract for Shared-cost RTD Standardization Project for Optical Techniques of Strain measurement (SPOTS) standard.
7. Composite materials: In 8 vols. Moscow, Mechanical Engineering, 1978. (Russ. ed.: Ed. Brautman L., Krok R.).

8. GOST ISO/IEC17043–2013 Conformity assessment. Basic requirements for proficiency testing. Moscow, Standartinform, 2014 p. (In Russ.).
9. GOST R50779.60–2017 (ISO 13528:2015) Statistical methods. Use in proficiency testing by interlaboratory comparison. Moscow, Standartinform, 2017 p. (In Russ.).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Шимолин Юрий Романович – заведующий лаборатории метрологии измерений массы, силы и линейно-угловых величин Уральского научно-исследовательского института метрологии – филиала ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева». Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: shimolin@uniim.ru

Трибушевская Лидия Александровна – заместитель заведующего лаборатории метрологии измерений массы, силы и линейно-угловых величин Уральского научно-исследовательского института метрологии – филиала ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева». Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: Form233@uniim.ru

Остроухова Лидия Александровна – инженер первой категории лаборатории метрологии измерений массы, силы и линейно-угловых величин Уральского научно-исследовательского института метрологии – филиала ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева». Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: Ostrouhova@uniim.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Yuri R. Shimolin – head of the laboratory of metrology for measurement of mass, force and linear angular quantities of the UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendelev Institute for Metrology 4 Krasnoarmeyskaya str., Ekaterinburg, 620075, Russian Federation
e-mail: shimolin@uniim.ru

Lydia A. Tribushevskaya – deputy head of the laboratory of metrology for measurement of mass, force and linear angular quantities of the UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendelev Institute for Metrology 4 Krasnoarmeyskaya str., Ekaterinburg, 620075, Russian Federation
e-mail: Form233@uniim.ru

Lydia A. Ostroukhova – engineer of metrology for measurement of mass, force and linear angular quantities of the UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendelev Institute for Metrology 4 Krasnoarmeyskaya str., Ekaterinburg, 620075, Russian Federation
e-mail: Ostrouhova@uniim.ru

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

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

Цели ведения Госреестра СО:

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

СВЕДЕНИЯ О НОВЫХ ТИПАХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

DATA ON NEW REFERENCE MATERIALS APPROVED IN 2019–2020

Агишева С. Т.

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

В этом разделе продолжается публикация сведений о стандартных образцах, утвержденных Росстандартом в соответствии с Административным регламентом по предоставлению Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии государственной услуги по утверждению типа стандартных образцов или типа средств измерений (Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 ноября 2018 г. № 2346, зарегистрирован в Министерстве юстиции Российской Федерации 8 февраля 2019 г. № 53732) и зарегистрированных в Госреестре СО. Сведения об утвержденных типах стандартных образцов представлены также в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (<https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry>). Дополнительная информация на СО может быть получена по запросу, направленному на e-mail: uniim@uniim.ru, gsso@gsso.ru.

ГСО 11443-2019 СО МАССОВОЙ ДОЛИ СЕРЫ В МИНЕРАЛЬНОМ МАСЛЕ (СМ-05-СХ)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли серы в нефтепродуктах, градуировки и контроля метрологических характеристик СИ массовой доли серы в нефтепродуктах при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа. СО может быть использован для поверки, калибровки СИ массовой доли серы в нефтепродуктах при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик поверки, калибровки.

Область применения – нефтехимическая и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля серы, млн⁻¹.

СО представляет собой смесь минерального масла и дибутилсульфида. СО расфасованы объемом не менее 50 см³ или 100 см³ во флаконы из темного стекла или полимерные флаконы с завинчивающейся крышкой вместимостью не менее 50 см³ или 100 см³, или объемом не менее 5 см³ в запаянные стеклянные ампулы вместимостью не менее 5 см³ с этикеткой.

ГСО 11444-2019 СО СОСТАВА МОНОГИДРАТА ОКСАЛАТА КАЛЬЦИЯ (МОК СО УНИИМ)

СО предназначен для калибровки, градуировки СИ, аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений, основанных на использовании термогравиметрического метода. СО может применяться для поверки СИ, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; установления метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

Область применения – пищевая, химическая, фармацевтическая, угольная, нефтеперерабатывающая, бумажная промышленность, черная и цветная металлургия, научные исследования.

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

Аттестованная характеристика СО – массовая доля воды, % (при высушивании при 200 °С); потери массы при прокаливании, % (450 °С и 850 °С).

Материал СО представляет собой белый порошок моногидрата оксалата кальция ($\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) с массовой долей основного вещества не менее 99 %, расфасо-

ванный по (10–30) г в виалы из темного стекла с закручивающимися крышками, помещенные в картонную упаковку или в двойной герметичный полиэтиленовый пакет с этикеткой.

ГСО 11445-2019 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ НИКЕЛЕВОЙ ПЛЕНКИ (ИМИТАТОР ПОКРЫТИЯ НА МЕТАЛЛЕ) (СО ППТ-Н/Ме 1)

СО предназначен для калибровки и градуировки СИ толщины покрытий при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик поверки, калибровки и методик измерений; испытаний СИ толщины покрытий в целях утверждения типа.

Область применения – электронная и ювелирная промышленность, федеральный государственный метрологический надзор.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО – поверхностная плотность покрытия, г/м²; толщина покрытия, мкм.

СО представляет собой пленку из никеля круглой формы диаметром 6 мм, закрепленную в прямоугольную металлическую рамку размерами (32×24×0,2) мм. На металлическую рамку с одной из сторон наклеена этикетка, на которой указан индекс СО, номер СО в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов. Металлическая рамка со стандартными образцами уложена в футляр с этикеткой.

ГСО 11446-2019 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ НИКЕЛЕВОЙ ПЛЕНКИ (ИМИТАТОР ПОКРЫТИЯ НА МЕТАЛЛЕ) (СО ППТ-Н/Ме 2)

СО предназначен для поверки, калибровки и градуировки СИ толщины покрытий при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик поверки, калибровки и методик измерений; испытаний СИ толщины покрытий в целях утверждения типа.

Область применения – электронная и ювелирная промышленность, федеральный государственный метрологический надзор.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – поверхностная плотность покрытия, г/м²; толщина покрытия, мкм.

СО представляет собой пленку из никеля круглой формы диаметром 6 мм, закрепленную в прямоугольную металлическую рамку размерами (32×24×0,2) мм. На металлическую рамку с одной из сторон наклеена этикетка, на которой указан индекс СО, номер СО в Государственном реестре утвержденных типов стан-

дартных образцов. Металлическая рамка со стандартными образцами уложена в футляр с этикеткой.

**ГСО 11447-2019 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ
И ТОЛЩИНЫ НИКЕЛЕВОЙ ПЛЕНКИ (ИМИТАТОР
ПОКРЫТИЯ НА МЕТАЛЛЕ) (СО ППТ-Н/Ме 3)**

СО предназначен для проверки, калибровки и градуировки СИ толщины покрытий при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик проверки, калибровки и методик измерений; испытаний СИ толщины покрытий в целях утверждения типа.

Область применения – электронная и ювелирная промышленность, федеральный государственный метрологический надзор.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – поверхностная плотность покрытия, г/м²; толщина покрытия, мкм.

СО представляет собой пленку из никеля круглой формы диаметром 6 мм, закрепленную в прямоугольную металлическую рамку размерами (32×24×0,2) мм. На металлическую рамку с одной из сторон наклеена этикетка, на которой указан индекс СО, номер СО в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов. Металлическая рамка со стандартными образцами уложена в футляр с этикеткой.

**ГСО 11448-2019 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ
И ТОЛЩИНЫ НИКЕЛЕВОЙ ПЛЕНКИ (ИМИТАТОР
ПОКРЫТИЯ НА МЕТАЛЛЕ) (СО ППТ-Н/Me 4)**

СО предназначен для проверки, калибровки и градуировки СИ толщины покрытий при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик проверки, калибровки и методик измерений; испытаний СИ толщины покрытий в целях утверждения типа.

Область применения – электронная и ювелирная промышленность, федеральный государственный метрологический надзор.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – поверхностная плотность покрытия, г/м²; толщина покрытия, мкм. СО представляет собой пленку из никеля круглой формы диаметром 6 мм, закрепленную в прямоугольную металлическую рамку размерами (32×24×0,2) мм. На металлическую рамку с одной из сторон наклеена этикетка, на которой указан индекс СО, номер СО в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов. Металлическая рамка со стандартными образцами уложена в футляр с этикеткой.

**ГСО 11449-2019 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ
И ТОЛЩИНЫ СЕРЕБРЯНОЙ ПЛЕНКИ (ИМИТАТОР
ПОКРЫТИЯ НА МЕТАЛЛЕ) (СО ППТ-Cp/Me)**

СО предназначен для проверки, калибровки и градуировки СИ толщины покрытий при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик проверки, калибровки и методик измерений; испытаний СИ толщины покрытий в целях утверждения типа.

Область применения – электронная и ювелирная промышленность, федеральный государственный метрологический надзор.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – поверхностная плотность покрытия, г/м²; толщина покрытия, мкм.

СО представляет собой пленку из серебра круглой формы диаметром 6 мм, закрепленную в прямоугольную металлическую рамку размерами (32×24×0,2) мм. На металлическую рамку с одной из сторон наклеена этикетка, на которой указан индекс СО, номер СО в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов. Металлическая рамка со стандартными образцами уложена в футляр с этикеткой.

**ГСО 11450-2019 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ
И ТОЛЩИНЫ ЗОЛОТОЙ ПЛЕНКИ (ИМИТАТОР
ПОКРЫТИЯ НА МЕТАЛЛЕ) (СО ППТ-3л/Ме 1)**

СО предназначен для поверки, калибровки и градуировки СИ толщины покрытий при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик поверки, калибровки и методик измерений; испытаний СИ толщины покрытий в целях утверждения типа.

Область применения – электронная, ювелирная промышленность, федеральный государственный метрологический надзор.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – поверхностная плотность покрытия, г/м²; толщина покрытия, мкм.

СО представляет собой пленку из золота круглой формы диаметром 6 мм, закрепленную в прямоугольную металлическую рамку размерами (32×24×0,2) мм. На металлическую рамку с одной из сторон наклеена этикетка, на которой указан индекс СО, номер СО в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов. Металлическая рамка со стандартными образцами уложена в футляр с этикеткой.

ГСО 11451-2019 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ ЗОЛОТОЙ ПЛЕНКИ (ИМИТАТОР ПОКРЫТИЯ НА МЕТАЛЛЕ) (СО ППТ-Зл/Ме 2)

СО предназначен для поверки, калибровки и градуировки СИ толщины покрытий при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик поверки, калибровки и методик измерений; испытаний СИ толщины покрытий в целях утверждения типа.

Область применения – электронная и ювелирная промышленность, федеральный государственный метрологический надзор.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – поверхностная плотность покрытия, г/м²; толщина покрытия, мкм.

СО представляет собой пленку из золота круглой формы диаметром 6 мм, закрепленную в прямоугольную металлическую рамку размерами (32×24×0,2) мм. На металлическую рамку с одной из сторон наклеена этикетка, на которой указан индекс СО, номер СО в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов. Металлическая рамка со стандартными образцами уложена в футляр с этикеткой.

ГСО 11452-2019 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ МЕДНОЙ ПЛЕНКИ (ИМИТАТОР ПОКРЫТИЯ НА МЕТАЛЛЕ) (СО ППТ-М/Ме 1)

СО предназначен для поверки, калибровки и градуировки СИ толщины покрытий при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик поверки, калибровки и методик измерений; испытаний СИ толщины покрытий в целях утверждения типа.

Область применения – электронная и ювелирная промышленность, федеральный государственный метрологический надзор.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – поверхностная плотность покрытия, г/м²; толщина покрытия, мкм.

СО представляет собой пленку из меди круглой формы диаметром 6 мм, закрепленную в прямоугольную металлическую рамку размерами (32×24×0,2) мм. На металлическую рамку с одной из сторон наклеена этикетка, на которой указан индекс СО, номер СО в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов. Металлическая рамка со стандартными образцами уложена в футляр с этикеткой.

ГСО 11453-2019 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ МЕДНОЙ ПЛЕНКИ (ИМИТАТОР ПОКРЫТИЯ НА МЕТАЛЛЕ) (СО ППТ-М/Ме 2)

СО предназначен для поверки, калибровки и градуировки СИ толщины покрытий при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик поверки, калибровки и методик измерений; испытаний СИ толщины покрытий в целях утверждения типа.

Область применения – электронная и ювелирная промышленность, федеральный государственный метрологический надзор.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – поверхностная плотность покрытия, г/м²; толщина покрытия, мкм.

СО представляет собой пленку из меди круглой формы диаметром 6 мм, закрепленную в прямоугольную металлическую рамку размерами (32×24×0,2) мм. На металлическую рамку с одной из сторон наклеена этикетка, на которой указан индекс СО, номер СО в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов. Металлическая рамка со стандартными образцами уложена в футляр с этикеткой.

ГСО 11454-2019 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ МЕДНОЙ ПЛЕНКИ (ИМИТАТОР ПОКРЫТИЯ НА МЕТАЛЛЕ) (СО ППТ-М/Ме 3)

СО предназначен для поверки, калибровки и градуировки СИ толщины покрытий при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик поверки, калибровки и методик измерений; испытаний СИ толщины покрытий в целях утверждения типа.

Область применения – электронная и ювелирная промышленность, федеральный государственный метрологический надзор.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – поверхностная плотность покрытия, г/м²; толщина покрытия, мкм.

СО представляет собой пленку из меди круглой формы диаметром 6 мм, закрепленную в прямоугольную металлическую рамку размерами (32×24×0,2) мм. На металлическую рамку с одной из сторон наклеена этикетка, на которой указан индекс СО, номер СО в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов. Металлическая рамка со стандартными образцами уложена в футляр с этикеткой.

ГСО 11459-2019 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ ЦИНКОВОЙ ПЛЕНКИ (ИМИТАТОР ПОКРЫТИЯ НА МЕТАЛЛЕ) (СО ППТ-Ц/Ме 1)

СО предназначен для поверки, калибровки и градуировки СИ толщины покрытий при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик поверки, калибровки и методик измерений; испытаний СИ толщины покрытий в целях утверждения типа.

Область применения – электронная и ювелирная промышленность, федеральный государственный метрологический надзор.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – поверхностная плотность покрытия, г/м²; толщина покрытия, мкм.

СО представляет собой пленку из цинка круглой формы диаметром 6 мм, закрепленную в прямоугольную металлическую рамку размерами (32×24×0,2) мм. На металлическую рамку с одной из сторон наклеена этикетка, на которой указан индекс СО, номер СО в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов. Металлическая рамка со стандартными образцами уложена в футляр с этикеткой.

ГСО 11460-2019 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ ЦИНКОВОЙ ПЛЕНКИ (ИМИТАТОР ПОКРЫТИЯ НА МЕТАЛЛЕ) (СО ППТ-Ц/Ме 2)

СО предназначен для поверки, калибровки и градуировки СИ толщины покрытий при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик поверки, калибровки и методик измерений; испытаний СИ толщины покрытий в целях утверждения типа.

Область применения – электронная и ювелирная промышленность, федеральный государственный метрологический надзор.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – поверхностная плотность покрытия, г/м²; толщина покрытия, мкм.

СО представляет собой пленку из цинка круглой формы диаметром 6 мм, закрепленную в прямоугольную металлическую рамку размерами (32×24×0,2) мм. На металлическую рамку с одной из сторон наклеена этикетка, на которой указан индекс СО, номер СО в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов. Металлическая рамка со стандартными образцами уложена в футляр с этикеткой.

ГСО 11461-2019 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ ЦИНКОВОЙ ПЛЕНКИ (ИМИТАТОР ПОКРЫТИЯ НА МЕТАЛЛЕ) (СО ППТ-Ц/Ме 3)

СО предназначен для поверки, калибровки и градуировки СИ толщины покрытий при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик поверки, калибровки и методик измерений; испытаний СИ толщины покрытий в целях утверждения типа.

Область применения – электронная и ювелирная промышленность, федеральный государственный метрологический надзор.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – поверхностная плотность покрытия, г/м²; толщина покрытия, мкм.

СО представляет собой пленку из цинка круглой формы диаметром 6 мм, закрепленную в прямоугольную металлическую рамку размерами (32×24×0,2) мм. На металлическую рамку с одной из сторон наклеена этикетка, на которой указан индекс СО, номер СО в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов. Металлическая рамка со стандартными образцами уложена в футляр с этикеткой.

ГСО 11462-2019 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ ЦИНКОВОЙ ПЛЕНКИ (ИМИТАТОР ПОКРЫТИЯ НА МЕТАЛЛЕ) (СО ППТ-Ц/Ме 4)

СО предназначен для поверки, калибровки и градуировки СИ толщины покрытий при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик поверки, калибровки и методик измерений; испытаний СИ толщины покрытий в целях утверждения типа.

Область применения – электронная и ювелирная промышленность, федеральный государственный метрологический надзор.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – поверхностная плотность покрытия, г/м²; толщина покрытия, мкм.

СО представляет собой пленку из цинка круглой формы диаметром 6 мм, закрепленную в прямоугольную металлическую рамку размерами (32×24×0,2) мм. На металлическую рамку с одной из сторон наклеена этикетка, на которой указан индекс СО, номер СО в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов. Металлическая рамка со стандартными образцами уложена в футляр с этикеткой.



чика в виалы из стекла объемами 2 см³, или 4 см³, или 10 см³ с обжимными колпачками. Каждая виала снабжается этикеткой с указанием идентификационного номера экземпляра, помещается в zip-пакет, снабженный этикеткой, оформленной согласно требованиям ГОСТ Р 8.691-2010 ГСИ. Стандартные образцы материалов (веществ). Содержание паспортов и этикеток.

ГСО 11467-2019 СО СОСТАВА БЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТЫ

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли бензойной кислоты в бензойной кислоте и пищевой продукции, в состав которой входит бензойная кислота. СО может использоваться для поверки, калибровки и градуировки СИ при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики поверки, калибровки, методики измерений.

Область применения – химическая и пищевая промышленность, испытания и контроль качества продукции, санитарно-эпидемиологический надзор.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля бензойной кислоты, %.

Материал СО представляет собой бесцветные шелковистые блестящие чешуйки (пластинки) или кристаллы (кристаллический порошок) белого цвета, расфасованные массой по (3,00±0,01) г в полимерные флаконы с контролем первого вскрытия, снабженные этикеткой.

ГСО 11468-2019 СО СОСТАВА СОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли сорбиновой кислоты в сорбиновой кислоте и пищевой продукции, в состав которой входит сорбиновая кислота. СО может использоваться для поверки, калибровки и градуировки СИ при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики поверки, калибровки, методики измерений.

Область применения – химическая и пищевая промышленность, испытания и контроль качества продукции, санитарно-эпидемиологический надзор.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля сорбиновой кислоты, %.

Материал СО представляет собой бесцветные кристаллы, расфасованные массой по (3,00±0,01) г в полимерные флаконы с контролем первого вскрытия, снабженные этикеткой.

ГСО 11469-2019 СО СОСТАВА НИЗКОЛЕГИРОВАННОГО СПЛАВА ТИТАНА (BS T 80)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений массовых долей элементов в титане и сплавах титана атомно-эмиссионным методом с индуктивно-связанной плазмой и рентгенофлуоресцентным методом. СО может быть использован при поверке, калибровке СИ при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки, калибровки СИ.

Область применения – цветная металлургия, машиностроение, атомная энергетика.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля элементов, %; мг/кг.

СО представляет собой диск, изготовленный из низколегированного сплава титана диаметром 40 мм, толщиной 12 мм. На каждый экземпляр СО нанесена гравировка с индексом СО. Каждый экземпляр СО помещен в полиэтиленовый пакет с этикеткой.

ГСО 11470-2019 СО СОСТАВА НИЗКОЛЕГИРОВАННОГО СПЛАВА ТИТАНА (BS T 81)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений массовых долей элементов в титане и сплавах титана атомно-эмиссионным методом с индуктивно-связанной плазмой и рентгенофлуоресцентным методом. СО может быть использован при поверке, калибровке СИ при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки, калибровки СИ.

Область применения – цветная металлургия, машиностроение, атомная энергетика.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля элементов, %; мг/кг.

СО представляет собой диск, изготовленный из низколегированного сплава титана диаметром 40 мм, толщиной 12 мм. На каждый экземпляр СО нанесена гравировка с индексом СО. Каждый экземпляр СО помещен в полиэтиленовый пакет с этикеткой.

ГСО 11471-2019/ГСО 11482-2019 СО УДЕЛЬНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ КРЕМНИЯ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО (набор СО УНИИМ УЭС-К-30)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений удельного электрического сопротивления. СО могут применяться для испытаний в целях утверждения типа, для поверки,

калибровки СИ удельного электрического сопротивления четырехзондовым методом типа «Рометр», «ВИК УЭС-А», «ВИК УЭС» и др. при условии их соответствия требованиям методик поверки, калибровки.

Область применения – цветная и черная металлургия, приборостроение, радиопромышленность, электронная промышленность.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

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

СО представляют собой диски диаметром (28 ± 2) мм и толщиной (6 ± 2) мм, изготовленные из кремния монокристаллического по ГОСТ 19658–81. СО помещены в алюминиевые контейнеры с этикеткой. Набор СО помещен в пенал с этикеткой. Набор СО удельного электрического сопротивления кремния монокристаллического состоит из 12 типов СО.

ГСО 11483–2020 СО ДИФРАКЦИОННЫХ СВОЙСТВ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ РЕШЕТКИ (ОКСИД АЛЮМИНИЯ) (SRM 1976c)

СО предназначен для калибровки рентгеновских дифрактометров, контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа, контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений методом рентгеновской порошковой дифракции. СО может применяться для поверки СИ при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик поверки.

Область применения – nanoиндустрия, научные исследования.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – параметры кристаллической решетки, нм; относительная интенсивность выходного сигнала для дифракционных максимумов, %.

СО представляет собой диск диаметром (25–26) мм и высотой 2,2 мм из спеченного порошка оксида алюминия структуры корунда, с этикеткой. Размеры гранул порошка составляют (5–10) мкм в диаметре и (2–3) мкм по толщине. СО упакован в картонную коробку с этикеткой. СО является аналогом ГСО 10440–2014.

ГСО 11484–2020 СО МАССОВОЙ ДОЛИ ОБЩЕГО ФТОРА В УГЛЕ КАМЕННОМ КУЗНЕЦКОГО БАСЕЙНА (УК-1 СО МИСИС)

СО предназначен для градуировки СИ, аттестации методик измерений, контроля точности результатов изме-

рений массовой доли общего фтора в углях, продуктах их обогащения, переработки и сжигания.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля общего фтора, мкг/г (ppm) в расчете на материал, высушенный при 105 °С.

СО изготовлен из угля каменного Кузнецкого бассейна в виде порошка с размерами частиц не более 0,2 мм, расфасованного по (30–70) г в герметично закрывающиеся полиэтиленовые банки с этикеткой.

ГСО 11485–2020 СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ ХИМИЧЕСКИ АКТИВНЫХ ГАЗОВ (ХА-НК-1)

СО предназначен для поверки, калибровки, градуировки СИ, а также контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений; контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

Область применения – контроль технологических процессов и промышленных выбросов.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – объемная доля компонентов, %.

СО представляет собой искусственную газовую смесь в газе разбавителе – гелии (He), азоте (N₂), аргоне (Ar) или воздухе. Определяемые компоненты – оксид азота (NO), аммиак (NH₃), сероводород (H₂S). Смесь находится под давлением (1–10) МПа в баллоне из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949–73, в баллоне из алюминиевого сплава по ТУ 1411-016-03455343-2004, в баллоне из алюминиевого сплава фирмы Luxfer или в аналогичных баллонах вместимостью (1–50) дм³. Баллоны оборудованы вентилями типа ВС-16, ВС-16Л, ВС-16М, ВЛ-16 или их аналогами.

ГСО 11486–2020 СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ В КИСЛОРОДЕ (О₂-НК-1)

СО предназначен для поверки, калибровки, градуировки СИ, а также контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) изме-

вмонтирован резистор сопротивления с соответствующим номинальным значением сопротивления. Цилиндр изготовлен из нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632–2014, изолирующая часть выполнена из электроизоляционного материала полиэфирэфиркетон (ПЭЭК). На каждом экземпляре выгравирован номер по Госреестру СО, индекс СО и номер экземпляра. СО упакован в пластиковый или деревянный футляр с этикеткой.

**ГСО 11497-2020 СО УДЕЛЬНОГО
ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ ГОРНЫХ
ПОРОД (ИМИТАТОР) (УЭСГП-0,2)**

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

Область применения – геология, научные исследования, нефтяная промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методов измерений.

Аттестованная характеристика СО – удельное электрическое сопротивление ($\text{Ом} \cdot \text{м}$).

СО представляет собой цилиндр, внешним диаметром 30 мм и высотой 30 мм, во внутреннюю часть которого вмонтирован резистор сопротивления с соответствующим номинальным значением сопротивления. Цилиндр изготовлен из нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632–2014, изолирующая часть выполнена из электроизоляционного материала полиэфирэфиркетон (PEEK). На каждом экземпляре выгравирован номер по Госреестру СО, индекс СО и номер экземпляра. СО упакован в пластиковый или деревянный футляр с этикеткой.

**ГСО 11498-2020 СО УДЕЛЬНОГО
ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ ГОРНЫХ
ПОРОД (ИМИТАТОР) (УЭСГП-2)**

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

Область применения – геология, научные исследования, нефтяная промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – удельное электрическое сопротивление ($\text{Ом} \cdot \text{м}$).

СО представляет собой цилиндр, внешним диаметром 30 мм и высотой 30 мм, во внутреннюю часть которого вмонтирован резистор сопротивления с соответствующим номинальным значением сопротивления. Цилиндр изготовлен из нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632–2014, изолирующая часть выполнена из электроизоляционного материала полиэфирэфиркетон (PEEK). На каждом экземпляре выгравирован номер по Госреестру СО, индекс СО и номер экземпляра. СО упакован в пластиковый или деревянный футляр с этикеткой.

**ГСО 11499-2020 СО УДЕЛЬНОГО
ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ ГОРНЫХ
ПОРОД (ИМИТАТОР) (УЭСГП-20)**

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

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

Способ аттестации – применение аттестованных методов измерений.

Аттестованная характеристика СО – удельное электрическое сопротивление ($\text{Ом} \cdot \text{м}$).

СО представляет собой цилиндр, внешним диаметром 30 мм и высотой 30 мм, во внутреннюю часть которого вмонтирован резистор сопротивления с соответствующим номинальным значением сопротивления. Цилиндр изготовлен из нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632–2014, изолирующая часть выполнена из электроизоляционного материала полиэфирэфиркетон (PEEK). На каждом экземпляре выгравирован номер по Госреестру СО, индекс СО и номер экземпляра. СО упакован в пластиковый или деревянный футляр с этикеткой.

**ГСО 11500-2020 СО УДЕЛЬНОГО
ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ ГОРНЫХ
ПОРОД (ИМИТАТОР) (УЭСГП-200)**

СО предназначен для аттестации методик измерений.



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

Область применения – геология, научные исследования, нефтяная промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – удельное электрическое сопротивление ($\text{Ом} \cdot \text{м}$).

СО представляет собой цилиндр, внешним диаметром 30 мм и высотой 30 мм, во внутреннюю часть которого вмонтирован резистор сопротивления с соответствующим номинальным значением сопротивления. Цилиндр изготовлен из нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632–2014, изолирующая часть выполнена из электроизоляционного материала полиэфирэфиркетон (ПЕЕК). На каждом экземпляре выгравирован номер по Госреестру СО, индекс СО и номер экземпляра. СО упакован в пластиковый или деревянный футляр с этикеткой.

ГСО 11501–2020 СО УДЕЛЬНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ ГОРНЫХ ПОРОД (ИМИТАТОР) (УЗСП-2000)

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

Область применения – геология, научные исследования, нефтяная промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – удельное электрическое сопротивление ($\text{Ом} \cdot \text{м}$).

СО представляет собой цилиндр, внешним диаметром 30 мм и высотой 30 мм, во внутреннюю часть которого вмонтирован резистор сопротивления с соответствующим номинальным значением сопротивления. Цилиндр изготовлен из нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632–2014, изолирующая часть выполнена

из электроизоляционного материала полиэфирэфиркетон (ПЕЕК). На каждом экземпляре выгравирован номер по Госреестру СО, индекс СО и номер экземпляра. СО упакован в пластиковый или деревянный футляр с этикеткой.

ГСО 11502–2020 СО СОСТАВА КАЛИЯ ХЛОРИСТОГО ФЛОТАЦИОННОГО МАРКИ «МЕЛКИЙ» (СО ЕвроХим-УКК-1)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовых долей компонентов в калии хлористом.

Область применения – производство солей и минеральных удобрений, химическая промышленность, сельское хозяйство, геология.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля хлорида калия; хлорида натрия; нерастворимого в воде остатка; 6-водного хлорида магния; сульфата кальция; хлорида кальция; сульфат-иона; бромид-иона, %.

СО представляет собой порошок калия хлористого флотационного марки «мелкий» производства ООО «ЕвроХим – УКК» с размером частиц не более 0,16 мм, расфасованный по 100 г в полиэтиленовые банки вместимостью 100 см³ с плотно закручивающимися крышками. На каждую банку наклеена этикетка.

СВЕДЕНИЯ О СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦАХ УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ, СРОК ДЕЙСТВИЯ СВИДЕТЕЛЬСТВ КОТОРЫХ ПРОДЛЕН

DATA ON REFERENCE MATERIALS OF APPROVED TYPE THE PERIOD OF VALIDITY OF WHICH HAS BEEN EXTENDED

Агишева С. Т.

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

Процедура продления срока действия свидетельств об утверждении типов стандартных образцов осуществляется Росстандартом на основании заявок, поступающих от изготовителей стандартных образцов, держателей свидетельств об утверждении типов стандартных образцов. По результатам рассмотрения указанных заявок принимается решение, оформленное в виде приказа Росстандарта «О продлении срока действия свидетельств об утверждении типов стандартных образцов».

В случае принятия положительного решения по продлению срока действия свидетельств изготовителям выдают свидетельства об утверждении типов стандартных образцов нового срока действия. Для стандартных образцов, форма выпуска которых – серийное производство, срок действия свидетельств продлевают на последующие пять лет. Для стандартных образцов, выпущенных единичными партиями, устанавливают срок действия свидетельств, соответствующий сроку годности экземпляров стандартных образцов.

Стандартные образцы, срок действия свидетельств которых продлен в первой половине 2020 г., представлены в табл. 1.

Таблица 1. Стандартные образцы, срок действия свидетельств которых продлен

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Производство СО
<i>Приказ Росстандарта от 18 мая 2020 г. № 923</i>		
ГСО 10695–2015	СО массовой доли элементов в нефтепродукте (МДЭН 21 СО УНИИМ)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 18 мая 2020 г. № 924</i>		
ГСО 10696–2015	СО состава продуктов изнашивания авиационного газотурбинного двигателя (СОЧПИ ГТД СО УНИИМ)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 18 мая 2020 г. № 925</i>		
ГСО 9513–2010	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,0003-НС)	серийное
ГСО 9514–2010	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,0005-НС)	серийное
ГСО 9515–2010	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,0010-НС)	серийное
ГСО 9516–2010	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,0025-НС)	серийное
ГСО 9562–2010	СО содержания хлорорганических соединений в нефти (ХОН-2-НС)	серийное

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Производство СО
<i>Приказ Росстандарта от 18 мая 2020 г. № 926</i>		
ГСО 7101–94	СО состава фенола	серийное
ГСО 7141–95	СО состава бензола	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 18 мая 2020 г. № 927</i>		
ГСО 9430–2009	СО состава раствора этилмеркаптана в этаноле (ЭМК-1)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 18 мая 2020 г. № 929</i>		
ГСО 2960–84	СО состава трилона Б 1-го разряда	серийное
ГСО 9654–2010	СО состава раствора соляной кислоты	серийное
ГСО 9655–2010	СО состава этилендиаминтетрауксусной кислоты	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 18 мая 2020 г. № 930</i>		
ГСО 10734–2015	СО сорбционных свойств нанопористого цеолита (Zeolite СО УНИИМ)	серийное
ГСО 10735–2015	СО сорбционных свойств нанопористого углерода (С СО УНИИМ)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 26 мая 2020 г. № 990</i>		
ГСО 7552–99	СО химического потребления кислорода	серийное
ГСО 7758–2000	СО состава раствора ионов алюминия	серийное
ГСО 7759–2000	СО состава раствора ионов бериллия	серийное
ГСО 7760–2000	СО состава раствора ионов бария	серийное
ГСО 7762–2000	СО состава раствора ионов марганца (II)	серийное
ГСО 7767–2000	СО состава раствора ионов магния	серийное
ГСО 7768–2000	СО состава раствора ионов молибдена (VI)	серийное
ГСО 7770–2000	СО состава раствора ионов цинка	серийное
ГСО 7771–2000	СО состава раствора ионов калия	серийное
ГСО 7772–2000	СО состава раствора ионов кальция	серийное
ГСО 7773–2000	СО состава раствора ионов кадмия	серийное
ГСО 7774–2000	СО состава раствора ионов ванадия (V)	серийное
ГСО 7775–2000	СО состава раствора ионов натрия	серийное
ГСО 7776–2000	СО состава раствора ионов олова (IV)	серийное
ГСО 7778–2000	СО состава раствора ионов свинца	серийное
ГСО 7779–2000	СО состава раствора ионов селена (IV)	серийное

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Производство СО
ГСО 7780–2000	СО состава раствора ионов лития	серийное
ГСО 7782–2000	СО состава раствора ионов серебра	серийное
ГСО 7783–2000	СО состава раствора ионов стронция	серийное
ГСО 7785–2000	СО состава раствора ионов никеля	серийное
ГСО 7789–2000	СО состава раствора фторид-ионов	серийное
ГСО 7791–2000	СО состава раствора фосфат-ионов	серийное
ГСО 7797–2000	СО перманганатной окисляемости воды	серийное
ГСО 7861–2000	СО состава раствора сульфид-ионов	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 26 мая 2020 г. № 991</i>		
ГСО 10592–2015	СО изотопного состава урана в диоксиде урана (комплект СО ОУ)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 29 июня 2020 г. № 1111</i>		
ГСО 9734–2010	СО состава зерна и продуктов его переработки	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 29 июня 2020 г. № 1112</i>		
ГСО 7839–2000	СО состава концентрата апатитового (АК)	единичное
ГСО 7840–2000	СО состава концентрата апатитового «Супер» (СК)	единичное
ГСО 7841–2000	СО состава концентрата нефелинового (НК)	единичное
<i>Приказ Росстандарта от 29 июня 2020 г. № 1115</i>		
ГСО 8749–2006	СО состава раствора антрацена в ацетонитриле (СО-Антр)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 29 июня 2020 г. № 1116</i>		
ГСО 7950–2001	СО состава раствора нефтепродуктов в гексане (СО Люм-НПГ)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 29 июня 2020 г. № 1117</i>		
ГСО 8159–2002	СО температуры вспышки в закрытом тигле (углеводороды) (ТЗТ-6)	серийное
ГСО 10803–2016	СО температуры вспышки в закрытом тигле (углеводороды) (ИНТЕГРСО ТЗТ-1)	серийное
ГСО 10804–2016	СО температуры вспышки в закрытом тигле (углеводороды) (ИНТЕГРСО ТЗТ-2)	серийное
ГСО 10805–2016	СО температуры вспышки в закрытом тигле (углеводороды) (ИНТЕГРСО ТЗТ-3)	серийное
ГСО 10806–2016	СО температуры вспышки в закрытом тигле (углеводороды) (ИНТЕГРСО ТЗТ-4)	серийное
ГСО 10807–2016	СО температуры вспышки в закрытом тигле (углеводороды) (ИНТЕГРСО ТЗТ-5)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 29 июня 2020 г. № 1118</i>		
ГСО 10663–2015	СО состава черного серебра (ЧС-1)	единичное

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Производство СО
<i>Приказ Росстандарта от 29 июня 2020 г. № 1119</i>		
ГСО 10628–2015	СО состава искусственной газовой смеси инертных и постоянных газов (ИП-А-0)	серийное
ГСО 10629–2015	СО состава искусственной газовой смеси инертных, постоянных и углеводородных газов (ИПУ-А-2)	серийное
ГСО 10630–2015	СО состава искусственной газовой смеси углеводородных газов (УГ-А-0)	серийное
ГСО 10631–2015	СО состава искусственной газовой смеси хладонов (ХЛ-А-0)	серийное

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

ИНФОРМАЦИЯ ДЛЯ АВТОРОВ И ЧИТАТЕЛЕЙ

Журнал «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 специалистов, работающих в области метрологии и смежных наук, связанных с вопросами стандартных образцов на территории Российской Федерации и за рубежом.

Приоритетные задачи и направления журнала состоят в создании открытой площадки для обмена научной информацией, отражающие научные взгляды, результаты и достижения фундаментальных и прикладных исследований специалистов, работающих в области метрологии и смежных наук, связанных с вопросами разработки и внедрения новых эталонов единиц физических величин, а также вопросов, связанных со стандартными образцами состава и свойств веществ и материалов на территории Российской Федерации и за рубежом.

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, изданий и авторства научных публикаций и рекомендациями Комитета по этике научных публикаций.

Статьи, содержащие результаты диссертационных работ, публикуются вне очереди.

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

За достоверность информации, опубликованной в статьях и рекламных материалах, а также за 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.

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



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

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



ПРАВИЛА ДЛЯ АВТОРОВ

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

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

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

Мониторинг несанкционированного цитирования осуществляется с помощью системы «Антиплагиат».

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

Условия опубликования статьи:

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

Правила предоставления статьи:

- статья направляется в редакцию журнала по адресу: 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4, 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. Аффiliation авторов. И.О.Ф. автора; полное наименование организации (сокращенное наименование организации), г. Город, Российская Федерация; ORCID; e-mail.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Правила рецензирования статьи

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

Политика редакции

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

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

Электронные версии статей размещаются на сайтах: журнала «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

© «Эталоны. Стандартные образцы», 2020

INFORMATION FOR AUTHORS

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

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

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

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

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

Conditions for paper publication:

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

Paper submission rules:

- the paper is submitted to the editorial office of the journal to the address: for Chief Editor «UNIIM – 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.

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

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

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

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

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

Paper review rules

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

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

Editorial Staff policy

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

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

Electronic versions of papers are posted on the websites of the journal «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

© «Measurement standards.Reference materials», 2020

