

III МЕЖДУНАРОДНАЯ
НАУЧНАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ

III INTERNATIONAL
SCIENTIFIC CONFERENCE



Ru

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ В ИЗМЕРЕНИЯХ И ТЕХНОЛОГИЯХ

REFERENCE MATERIALS IN MEASUREMENT AND TECHNOLOGY

Тезисы докладов
конференции
Conference
abstracts

11-14 сентября
september

2018

Екатеринбург, Россия
Ekaterinburg, Russia

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
ФГУП «УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ»
НАУЧНЫЙ МЕТОДИЧЕСКИЙ ЦЕНТР
ГОСУДАРСТВЕННОЙ СЛУЖБЫ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ
СОСТАВА И СВОЙСТВ ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

III МЕЖДУНАРОДНАЯ
НАУЧНАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ В ИЗМЕРЕНИЯХ И ТЕХНОЛОГИЯХ

Тезисы докладов

Российская Федерация
г. Екатеринбург
11-14 сентября 2018 г.

УДК 006.9:53.089.68

ISBN 978-5-9907104-3-6

III Международная научная конференция «Стандартные образцы в измерениях и технологиях»: Сборник трудов. Часть «Ru». Екатеринбург, Россия: ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии», 2018.

Сборник трудов содержит материалы, посвященные общим теоретическим, метрологическим и практическим вопросам создания, применения стандартных образцов. Предоставленные авторами материалы не рецензируются. Ответственность за аутентичность и точность цитат, имен, названий и иных сведений, а также за соблюдение законов об интеллектуальной собственности несут авторы публикуемых материалов.

Уважаемые коллеги!
Приветствуем Вас на III международной научной конференции
«Стандартные образцы в измерениях и технологиях»

III Международная научная конференция «Стандартные образцы в измерениях и технологиях» (11-14 сентября 2018 г.) проводится в год, когда в фокусе внимания находится цифровая трансформация экономики, промышленности, социальной сферы и в целом инфраструктуры качества.

Обеспечение единства измерений должно стать одним из главных инструментов в развитии инновационных направлений цифровой экономики, в связи с этим стремительно возрастает информатизация и цифровизация функционирования системы обеспечения единства измерений.

Метрологическая деятельность при цифровой трансформации является инфраструктурной и обеспечивающей за счет получения полных, своевременных, объективных, достоверных результатов измерений. Особенно это важно в областях здравоохранения, фармацевтики, производства и обслуживания диагностирующего оборудования, обеспечения безопасности окружающей среды и безопасности труда. Тенденция идет в сторону средств измерений с распределенными, виртуализированными компонентами и применения «облачных» услуг и баз данных.

Интеллектуальные системы позволяют упростить и оптимизировать производство, помочь в разработке новых технологий, веществ. Уже сейчас новые технологии позволяют получать все более точные данные об объектах измерений, технологии обработки данных помогают разрабатывать новые, усовершенствованные подходы и алгоритмы анализа получаемых измерительных данных. Все это позволит получать более точные данные при экспериментальных исследованиях в рамках разработки стандартных образцов. В тоже время эти же аспекты показывают необходимость совершенствования номенклатуры стандартных образцов, одновременно с возросшими требованиями к качеству стандартных образцов.

Созрела необходимость формулирования предложений по совершенствованию законодательства и разработке необходимых решений в этой области. Это первоочередные шаги, направленные на развитие цифровых технологий и электронной регистрации основных результатов метрологических работ.

В рамках цифровизации одна из главных проблем - совершенствование системы обеспечения сбора, обработки, хранения, распространения данных. Стремительное развитие интеграционных процессов, а также необходимость в повышении степени обеспеченности стандартными образцами российских потребителей, ставит вопрос об оптимизации механизмов и методологии исследования и прогнозирования потребностей государства и общества в метрологическом обеспечении измерений, в т.ч. посредством применения стандартных образцов, повышения конкурентоспособности и признания стандартных образцов на международном рынке. Основными задачами метрологического обеспечения становится мониторинг и оперативное реагирование на растущие требования промышленности и экономики в рамках глобальной цифровизации. Недаром в утвержденной распоряжением Правительства Стратегии обеспечения единства измерений Российской Федерации до 2025 г. значительная роль отводится вопросам в области стандартных образцов и созданию необходимой номенклатуры стандартных образцов.

Над решением этих и других вопросов работают ведущие специалисты в области измерений и стандартных образцов разных стран, обсуждают на заседаниях международных метрологических организаций, на международных и региональных конференциях.

III Международная научная конференция «Стандартные образцы в измерениях и технологиях», объединяющая изготовителей и потребителей стандартных образцов разных стран, нацелена на обсуждение актуальных вопросов в области создания, применения стандартных образцов в целях обеспечения точности, единства и сопоставимости измерений.

*Организаторы III Международной научной конференции
«Стандартные образцы в измерениях и технологиях»
желают участникам конференции активной и плодотворной работы,
установления новых контактов для формирования новых перспективных проектов!*

СОДЕРЖАНИЕ

1.	Angelique Botha Harmonised guidance for the producers and users of reference materials – the current status and future prospects	11
2.	Wolfram Bremser, Wulf Menzel Validation of methods for the determination of qualitative properties	13
3.	Wolfram Bremser Forthcoming Endeavours of ISO/REMCO	14
4.	Johannes van de Kreeke, Rita Pradel COMAR, where do you go?	15
5.	Ива Kuselman, Francesca R. Pennechi, Ricardo J. N. B. da Silva, D. Brynn Hibbert Conformity assessment of multicomponent materials - who and why takes risks?	16
6.	Kenneth W. Pratt Evaluating long-term capability in primary pH metrology using techniques of the CCQM key comparisons in pH	18
7.	Adriaan M. H. van der Veen Bayesian methods in the certification of reference materials	19
8.	Samuel Wunderli Combined measurement uncertainty for pH-values using certified reference materials in potentiometric measurements with glass electrodes	20
9.	Агишева С.Т., Кремлева О.Н., Сулова В.В. Государственный реестр утвержденных типов стандартных образцов Российской Федерации	22
10.	Аронов П. М., Кремлева О. Н. Оценка согласованного значения результатов межлабораторных измерений с минимальным увеличением их неопределенности	24
11.	Батулин А. С., Муравская Н. П. Международное сотрудничество в области стандартных образцов для лабораторной медицины	27
12.	Белов А. В. Межлабораторные сличительные испытания - основной инструмент оценки компетентности	31
13.	Богачева А. М. Разработка образцов для межлабораторных сличительных испытаний и стандартных образцов для обеспечения качества результатов измерений показателей состава воздушных сред	33
14.	Борисова В. В., Кутвицкий В. А., Миронова Е. В. Использование висмутсодержащих стекловидных образцов для определения переходных элементов люминесцентным методом	35
15.	Будко А. Г., Михеева А. Ю., Крылов А. И. Метрологическое обеспечение измерений «Диоксинов». Разработка нового типа стандартного образца массовой доли «Диоксинов» в животном жире	38

16.	<u>Васильева И. Е., Шабанова Е. В., Дрегля А. И.</u> О многопараметрических стандартных образцах, необходимых для анализа геологических проб на драгоценные металлы	41
17.	<u>Волегова Е. А., Маслова Т. И., Малыгин М. А., Васьковский В. О., Волегов А. С.</u> Разработка набора стандартных образцов магнитных свойств магнитотвердых материалов на основе сплава NdFeB	44
18.	<u>Горяева Л. И., Фаткулина Э. К.</u> Проведение межлабораторных сличительных испытаний по определению показателей состава и свойств питьевой, природной и очищенной сточной воды с использованием стандартных образцов	46
19.	<u>Горяева Л. И., Щукина Е. П., Фаткулина Э. К.</u> Разработка стандартного образца минерального состава воды природной, аттестованного на общую щёлочность	49
20.	<u>Грязских Н. Ю., Ермакова Я. И., Зябликова И. Н., Иванов А. В.</u> Разработка стандартных образцов в области лабораторной медицины. Стандартные образцы электролитов в сыворотке крови	52
21.	<u>Гуляева А. Ю., Кис И. В., Колячкина С. В., Комаров А. А.</u> Стандартные образцы в области ветеринарии	54
22.	<u>Демьянов А. А., Неклюдова А. А.</u> Стандартные образцы состава и свойств для определения параметров качества нефти и нефтепродуктов	56
23.	<u>Добровольский В. И., Оганян Н. Г., Прокунин С. В.</u> Деятельность ФГУП «ВНИИФТРИ» в сфере физико-химических измерений	58
24.	<u>Добровольский В.И., Оганян Н. Г., Прокунин С. В., Стахеев А. А.</u> Участие ФГУП «ВНИИФТРИ» в международных сличениях в области физико-химических измерений	60
25.	<u>Емельяненко И. А., Тенишев В. П.</u> Разработка чувствительных плёночных стандартных образцов поглощенной дозы для диапазона 50 - 1000 Гр	62
26.	<u>Ермакова Я. И., Иванов А. В., Зябликова И. Н., Шобина А. Н.</u> Разработка стандартных образцов в области физико -химического анализа. Стандартные образцы состава водных растворов ионов алюминия, индия, магния, никеля и титана	65
27.	<u>Забелина А. А., Толмачев В. В.</u> Оценка эффективности корректирующих действий в лаборатории неразрушающего контроля	67
28.	<u>Засухин А. С., Собина Е. П., Мигаль П. В.</u> Разработка стандартного образца массовой доли водорода в гидриде титана	70
29.	<u>Зеленкова А. В., Прокопьева С. В., Ступакова Е. В.</u> Опыт участия аккредитованной лаборатории в межлабораторных сравнительных испытаниях	72
30.	<u>Зыскин В. М., Собина А. В.</u> К вопросу о повышении точности изготовления стандартных образцов состава растворов ионов железа (III) и меди (II)	75

31.	Казанцев В. В., Васильев А. С. О многопараметрических стандартных образцах для метрологического обеспечения в области контроля параметров покрытий	78
32.	Казарцев Я. В., Корчагина Е. Н., Мишина К. А., Шеховцов Д. А. О разработке стандартных образцов температуры плавления чистых органических веществ	79
33.	Конопелько Л. А., Колобова А. В., Фатина О. В. Проблема тождественности характеристик стандартных образцов состава газовых смесей одного вида, выпускаемых разными предприятиями	81
34.	Конопелько Л. А., Кустиков Ю. А., Окрепилов М. В., Пронин А. Н. Об измерительных и калибровочных возможностях национальных метрологических институтов КОOMET в области физико-химических измерений	84
35.	Корнилова О. Г., Кривых М. А., Волкова Р. А., Борисевич И. В. Стандартные образцы в оценке специфической безопасности препаратов иммуноглобулинов и альбумина человека: особенности разработки, аттестации и применения	87
36.	Корюкова В. А., Собина Е. П. Метрологическое обеспечение газоадсорбционного анализа	91
37.	Крашенинина М. П., Медведевских М. Ю., Ильина Е. В., Галеев Р. Р. Применение спектromетрии комбинационного рассеяния света с целью контроля качества лекарственных средств, находящихся в инъекционной форме	93
38.	Крашенинина М. П., Сергеева А. С., Медведевских М. Ю., Милюшкин А. Л., Шаталов И. С. О ходе разработки стандартного образца глютенa	97
39.	Кремлёва О. Н., Табатчикова Т. Н. Стандартные образцы изотопного состава для реализации метода масс-спектрометрии с изотопным разбавлением	100
40.	Кропанев А. Ю. Методики анализа воздушных сред. Аттестация и организация внутрилабораторного контроля качества результатов анализа с использованием стандартных образцов	102
41.	Кулябина Е.В., Мелкова О.Н., Гуськова Е.А. Стандартные образцы каталитической активности как средство обеспечения метрологической прослеживаемости результатов измерений. КАТАЛ	105
42.	Кузнецова М. Ф., Собина А. В., Зыскин В. М., Шимолин А. Ю. Разработка стандартных образцов массовой доли элементов в твердой матрице для метрологического обеспечения рентгенофлуоресцентного и атомно-эмиссионного анализа	109
43.	Лебедева М. И. Производитель стандартных образцов ФГБУ «ВИМС»: ключевые аспекты обеспечения качества стандартных образцов твердых полезных ископаемых	112
44.	Лебедева М. И., Кит А. Ю. Анализ отраслевой базы стандартных образцов минерального сырья	113
45.	Лисиенко Д. Г., Домбровская М. А., Кубрина Е. Д. Изготовление и аттестация стандартных образцов массовой доли бора в силумине	115

46.	Лисовский С. В. Методика контроля содержания Се и Gd в порошках YGAG:Ce средствами масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой	117
47.	Максакова И. Б., Смирнов В. В., <u>Крылов А. И.</u> О возможности разработки референтной методики или первичной референтной методики для обеспечения прослеживаемости измерений ртути в газовых средах...	118
48.	Марчук А. Ю., <u>Старовойтова О. В.</u>, Максимова И. М., Степанова О. В., Тадевосян Ю. А., Семенов М. А., Чухланцева Е. В., Плеханов В. В. Разработка стандартного образца утвержденного типа на основе диоксида плутония на содержание плутония общего	120
49.	<u>Матвеева И. Н.</u>, Толмачев В. В. Валидация методики испытания на растяжение по ГОСТ 10446-80 с использованием образца проволоки для контроля качества	122
50.	<u>Матвеева И. Н.</u>, Толмачев В. В. Разработка стандартного образца физических свойств грунта глинистого (суглинка)	124
51.	Медведевских С. В., Казанцев В. В., <u>Медведевских М. Ю.</u>, Сергеева А. С. Создание системы автоматического контроля и учета сбросов загрязняющих веществ в водные объекты	126
52.	<u>Медведевских М. Ю.</u>, Крашенинина М. П., Сергеева А. С., Никонова Н. А. О разработке стандартных образцов показателей качества пищевых продуктов	129
53.	Медведевских С. В., <u>Крашенинина М. П.</u>, Медведевских М. Ю. Оценка качества подготовки материала стандартных образцов твердых влажных веществ	132
54.	<u>Медведевских С.В.</u>, Кремлева О.Н. Стандартные образцы Российской Федерации: Стратегия обеспечения единства измерений до 2025.....	135
55.	<u>Мигаль П. В.</u>, Медведевских С. В., Фирсанов В. А. Способ оценки неопределенности аттестованного значения многокомпонентного стандартного образца.....	137
56.	Мошкова М. В., <u>Демченко А. С.</u> Опыт внедрения системы качества производителя стандартных образцов состава пород и руд в НТЦ «МинСтандарт»	140
57.	<u>Неклюдова А. А.</u>, Демьянов А. А. Новые стандартные образцы вязкости жидкости	144
58.	<u>Непомилуев А. М.</u>, Казанцев В. В., Шипицын А. П. Перспективы развития стандартных образцов термодинамических свойств для метрологического обеспечения измерений в области термического анализа и калориметрии в Российской Федерации	147
59.	Олефир Ю. В., <u>Волкова Р. А.</u>, Фадейкина О. В, Саканян Е. И., Меркулов В. А., Мовсесянц А. А., Бондарев В. П. Проблемы стандартных образцов биологических лекарственных средств	148
60.	Осинцева Е. В. Риск - ориентированный подход при производстве стандартных образцов	151

61.	<u>Парфенова Е. Г.,</u> Молодых С. Н. Метрологическое обеспечение инфракрасных анализаторов состава зерна	154
62.	<u>Пономарева О. Б.,</u> Котов М. В. Опыт внешнего контроля качества измерений состава пищевой продукции с использованием образцов для межлабораторных сличительных испытаний	157
63.	<u>Приписнова В. А.,</u> Атанов А. Н. Фальсификация стандартных образцов. Как выявить и как бороться?	158
64.	<u>Свистунов И. Н.,</u> Горбунов Р. А., Левин А. Е. Практическое использование стандартных образцов при поверке средств измерений	161
65.	<u>Сердюков С. В.,</u> Маслова Т. И. Применение стандартного образца для решения проблем при оценке качества электротехнической стали в соответствии с требованиями Российских и зарубежных стандартов	163
66.	Собина А. В. Межлабораторные сличительные испытания с реализованной прослеживаемостью к государственному первичному эталону ГЭТ 176-2017	165
67.	Собина Е. П. Разработка стандартных образцов пористости на основе оксида алюминия для метода ртутной порометрии	168
68.	<u>Столбоушкина Т. П.,</u> Стахеев А. А. Разработка и испытания ИСП-стандартного образца состава раствора массовой доли свинца	170
69.	Степановских В. В. Разработка, производство, испытания и применение стандартных образцов материалов металлургического производства	172
70.	<u>Фадейкина О. В.,</u> Волкова Р. А. Методические подходы к статистической обработке результатов испытаний, полученных при аттестации стандартных образцов для оценки качества биологических лекарственных средств	174
71.	Фалкин Д. В. Процедуры управления реактивами и стандартными образцами в лаборатории в соответствии с ISO/IEC 17025:2017	179
72.	Федоров С. Г. Проблемы дозиметрии и спектрометрии нейтронного излучения	181
73.	<u>Ченцова Ю. С.,</u> Толмачев В. В. Использование образца асфальтобетонной смеси при оценке навыков персонала дорожностроительной лаборатории	182
74.	<u>Шабанова Е. В.,</u> Васильева И. Е., Зак А. А., Мустафина О. К. Новый многоэлементный стандартный образец состава хвои сосны	185
75.	<u>Шимолин А. Ю.,</u> Собина А. В. Разработка стандартного образца состава 0,1 м раствора бихромата калия ГСО 10992-2017	187
76.	Шушунова С. Н. Работы по производству стандартных образцов, выполненные АО «Западно – Сибирским испытательным центром» в 2017 - 2018 гг.	191

77.	<u>Ямщикова Л. Н., Матющенко Е. В.</u> Деятельность специализированной организации государственной службы стандартных образцов ВНИИЦветмет	193
78.	<u>Рудницкая Е.В.</u> Кафедра «Метрология стандартных образцов»	196
79.	<u>Тараева Н.С., Квеглис А.В.</u> Стандартные образцы: научно – технический журнал в области разработки и применения стандартных образцов	198
80.	Алфавитный указатель	199

HARMONISED GUIDANCE FOR THE PRODUCERS AND USERS OF REFERENCE MATERIALS – THE CURRENT STATUS AND FUTURE PROSPECTS

Angelique Botha

National Metrology Institute of South Africa (NMISA), Pretoria, South Africa
ORCID 0000-0003-3987-359X, e-mail: abotha@nmisa.org

Keywords: International Organization for Standardization, reference materials, Guide

ISO/REMCO, the ISO Committee on Reference Materials, has actively been updating its guidance documents over the past five years. Since the conversion of the third edition of ISO Guide 34 to the international standard ISO 17034 to address the conformity assessment of reference material producers, the work of the committee has focussed on the revision of ISO Guide 35 and the development of up to date guidance for the users of reference materials.

The prospects for the future work of the committee include the development of more field specific guidance. A few areas that have been identified include guidance for the preparation of qualitative reference materials. In 2015 a technical report (TR 79) was published containing a range of examples of qualitative reference materials and how they were prepared. At the beginning of 2018 a new work item proposal was approved for the development of a guidance document for the preparation of qualitative reference materials (ISO Guide 85).

A new work item proposal (ISO Guide 86) was also approved for the development of harmonised guidance for the preparation of high purity reference materials for small organic molecules. Furthermore, an ad-hoc working group has been established with the terms of reference to collect a repository of examples and information on the state of our knowledge related to high purity reference materials for inorganic elements.

In 2014, ISO Guide 80, a guidance document for the in-house preparation of quality control materials (QCMs) was published by the committee. QCMs are mostly used to monitor laboratory methods that have already been validated to be able to detect change or when a method goes out of statistical control. QCMs are RMs and as such must be sufficiently homogeneous and stable for the intended use.

The third edition of ISO Guide 33, 'Reference materials – Good practice in using reference materials' was published early in 2015. The previous edition focussed on the use of certified reference materials. The new edition includes all types of reference materials and their uses. In the document the difference between certified reference materials and other reference materials is highlighted in terms of the different applications they can be utilised for based on their characteristics.

A brief introduction will be provided to the new editions of these and other guidance documents developed by ISO/REMCO.

REFERENCES

1. ISO Guide 80:2014 Guidance on the in-house preparation of quality control materials, (2014), International Organisation for Standardisation (ISO), Geneva, Switzerland.
2. ISO Guide 33:2015, «Reference materials – Good practice in using reference materials», (2015), International Organisation for Standardisation (ISO), Geneva, Switzerland.
3. ISO Guide 30:2015, «Reference materials -- Selected terms and definitions», (2015), International Organisation for Standardisation (ISO), Geneva, Switzerland.
4. ISO Guide 34:2009, «General requirements for the competence of reference material producers», (2009), International Organisation for Standardisation (ISO), Geneva, Switzerland.

5. ISO 17034:2016 «General requirements for the competence of reference material producers», (2016), International Organisation for Standardisation (ISO), Geneva, Switzerland.
6. ISO Guide 31:2015, «Reference materials – Contents of certificates, labels and accompanying documentation», (2015), International Organisation for Standardisation (ISO), Geneva, Switzerland.
7. ISO Guide 35:2017, «Reference materials – Guidance for characterisation and assessment of homogeneity and stability», (2017), International Organisation for Standardisation (ISO), Geneva, Switzerland.

VALIDATION OF METHODS FOR THE DETERMINATION OF QUALITATIVE PROPERTIES

Wolfram Bremser¹, Wulf Menzel²

¹ Federal Institute for Materials Research and Testing (BAM), Berlin, Germany
e-mail: wolfram.bremser@bam.de

² Leibniz-Institut DSMZ-Deutsche Sammlung von Mikroorganismen und Zellkulturen GmbH

Reference materials play a key role in external quality assurance of calibration and testing laboratories. Their production is governed by ISO/REMCO documents from Guide 30 to 35, and the International Standard ISO 17034 setting the requirements for the competence of reference material producers. One of the core requirements is a complete method validation for all methods used in RM production.

Approaches to method validation are well described, in a multitude of publications and text books, for quantitative analytical applications. Qualitative properties and their reliable determination are much less considered, although a minimum of half of all clinical analyses alone are purely qualitative. However, for qualitative assessments (as e.g. a pregnancy test or an assignment of IgB), clinical laboratories strictly follow the recommendations of the Chambers of Physicians in their countries, as e.g. in Germany the GI:FCP [1] In this connection, the paper will partially refer to the current edition of the GI:FCP.

Beyond this field of application, not much has been done (despite any efforts of ISO/REMCO) in the area of validation of qualitative methods.

The paper will describe some feasible approaches to validation of methods assigning a qualitative (nominal) property to an object (later on certified as a CRM), exemplified for a virus identification using a combination of four methods ELISA, RT-PCR, electron microscopy and Sanger sequencing.

ISO/REMCO is about the development of a more comprehensive guideline for these kinds of analyses.

REFERENCES

1. Guidelines of the German Federal Chamber of Physicians (GI:FCP) on quality assurance; 2015

FORTHCOMING ENDEAVOURS OF ISO/REMCO

Wolfram Bremser

Federal Institute for Materials Research and Testing (BAM), Berlin, Germany
e-mail: wolfram.bremser@bam.de

Already for 41 years, REMCO is the Committee on reference materials of the International Standardization Organisation ISO. It develops and maintains guidance documents on the production and use of reference materials in general and certified reference materials in particular.

After a period of dense activities in converting a basic document, namely Guide 34, into an International Standard, and comprehensively revising all other basic documents (Guide 30 on Terms and Definitions, G31 on the Contents of Certificates, Guide 33 on Uses of RM, Guide 35 on Characterisation and Value Assignment to (C)RM, together with TR 79 on qualitative RM, and TR 16476 on metrological traceability), ISO/REMCO is in the phase of focusing on, and scrutinising, more specific issues in connection with reference materials. This includes pure inorganic and organic materials mainly designated to be used as calibration substances, and a completely new project considering specific requirements to reference materials used in process analytical technologies.

The talk will give an overview on the current endeavours of REMCO, making emphasis on the progress achieved within the numerous projects.

COMAR, WHERE DO YOU GO?

Johannes van de Kreeke, Rita Pradel

Federal Institute for Materials Research and Testing (BAM), Berlin, Germany
e-mail: johannes.kreeke@bam.de

In the late 1970s, COMAR was setup to shed light on the availability of RMs worldwide. For a long time, it was a reputed international directory, and the only one that helped finding those rare, high-quality CRMs.

But the scene has changed dramatically in the meantime. Today, major resellers maintain databases with 100,000s of RMs or CRMs, and the market has become big business dominated by large international players.

So, the question arises whether there is a future for COMAR. At BAM we believe there is, and are working on it. We would like to present our current efforts and invite you to share your thoughts with us.

CONFORMITY ASSESSMENT OF MULTICOMPONENT MATERIALS – WHO AND WHY TAKES RISKS?

Ilya Kuselman¹, Francesca R. Pennechi², Ricardo J. N. B. da Silva³, D. Brynn Hibbert⁴

¹ Independent Consultant on Metrology, Modiin, Israel, e-mail: ilya.kuselman@gmail.com

² Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica (INRIM), Turin, Italy, e-mail: f.pennechi@inrim.it

³ Centro de Química Estrutural, Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa,
Lisboa, Portugal, e-mail: rjsilva@fc.ul.pt

⁴ School of Chemistry, UNSW Sydney, Australia, e-mail: b.hibbert@unsw.edu.au

Standard specifications for the chemical composition of a multicomponent material – a denatured alcohol, medication, an environmental compartment, alloy, etc. - limit the actual ('true') concentration c_i of the i -th component, $i = 1, 2, \dots, n$, including base components, impurities or groups of impurities. Conformity assessment of a material batch is based on comparing the concentration test/measurement results c_{im} with such specification limits. Since any c_{im} value has an associated measurement uncertainty [1], several kinds of risk of a false decision on conformity of a batch may be defined. The probability of accepting a batch of the material when it should have been rejected is named 'consumer's risk', whereas the probability of falsely rejecting the batch is the 'producer's risk'. For a specified batch, they are referred to as the 'specific consumer's risk' and the 'specific producer's risk' R_{ci}^* for the i -th particular component of the material under control. The risks of incorrect conformity assessment of a batch randomly drawn from a statistical population of such batches are the 'global consumer's risk' and the 'global producer's risk' R_{ci} , as they characterize the material production globally [2].

In general a component-by-component evaluation of the risks of a material conformity assessment is not complete, as this approach does not give an answer to the question of the probability of a false decision on conformity of the material as a whole. When conformity assessment for each i -th component of a material is successful (i.e. the particular specific R_{ci}^* or global R_{ci} risks are small enough), the total probability of a false decision concerning the material as a whole (the *total* specific R_{total}^* or *total* global R_{total} risk) might still be significant [3]. Using the law of total probability relating marginal probabilities to conditional probabilities, the total risk can be evaluated as a combination of the particular risks whenever the variables (actual component content values c_i , and corresponding test results c_{im}) are independent. When the number n of components of the same material under control increases, the total risk also increases [4, 5].

Evaluating total risk for correlated quantities has been discussed in our paper [6], where specification limits of the active components' contents in tablets of a multicomponent medication were interpreted as a multivariate specification domain. Actual values of components' contents and corresponding test results were modelled by multivariate distributions, and the total global risk of a false decision on the material conformity was evaluated based on calculation of integrals of their joint probability density function. A total specific risk was evaluated as the joint posterior cumulative function of actual values of a specific batch lying outside the multivariate specification domain, when the vector of test results, obtained for the batch, is completely inside this domain. It was shown that the influence of correlation on the risk is not easily predictable.

REFERENCES

1. Joint Committee for Guides in Metrology, JCGM 200:2012. International Vocabulary of Metrology – Basic and General Concepts and Associated Terms. <http://www.bipm.org/en/publications/guides/vim.html>

2. Joint Committee for Guides in Metrology, JCGM 106:2012. Evaluation of Measurement Data – The Role of Measurement Uncertainty in Conformity Assessment. http://www.bipm.org/utils/common/documents/jcgm/JCGM_106_2012_E.pdf
3. IUPAC Project 2016-007-1-500. Risk of conformity assessment of multicomponent material or object in relation to measurement uncertainty of its test results. <http://iupac.org/project/2016-007-1-500>
4. Kuselman I., Pennechi F.R., da Silva R.J.N.B., Hibbert D.B. Conformity assessment of multicomponent materials or objects: Risk of false decisions due to measurement uncertainty – A case study of denatured alcohols. *Talanta*, 2017, vol. 164, pp. 189-195.
5. Pennechi F.R., Kuselman I., da Silva R.J.N.B., Hibbert D.B. Risk of false decision on conformity of an environmental compartment due to measurement uncertainty of concentrations of two or more pollutants. *Chemosphere*, 2018, vol. 202, pp. 165-176.
6. Kuselman I., Pennechi F.R., da Silva R.J.N.B., Hibbert D.B. Risk of false decision on conformity of a multicomponent material when test results of the components' content are correlated. *Talanta*, 2017, vol. 174, pp. 789-796.

EVALUATING LONG-TERM CAPABILITY IN PRIMARY pH METROLOGY USING TECHNIQUES OF THE CCQM KEY COMPARISONS IN pH

Kenneth W. Pratt

National Institute of Standards and Technology (NIST), Rockville, USA
e-mail: kwpratt2@gmail.com

CCQM Key Comparisons in pH (KC) assess the primary pH measurement capability of participants by evaluating the Degrees of Equivalence (DoE), the difference between the results of a given participant and a measure of central tendency of all results, the Reference Value (RV). The uncertainty of the DoE gives a quantitative estimate of a participant's measurement capability for a single buffer *at a single point in time*.

The *long-term* performance of a given participant may be assessed using an analogous approach with multiple measurements (i.e., batches) of a pH reference material (RM) over time, i.e., a longitudinal meta-analysis. Here, the RV is the mean (over all batches) at each temperature, T . The analog to the DoE, $\Delta\text{pH}(S)$, is the difference between the reported value for a given batch and the RV. The standard deviation of $\Delta\text{pH}(S)$ yields a quantitative estimate of the performance of this participant at each point in time. Batch-to-batch differences in the RM composition (buffer ratio) yield T -independent (constant) deviations in $\Delta\text{pH}(S)$ and do not contribute to the standard deviation of $\Delta\text{pH}(S)$. In contrast, T -dependent changes in $\Delta\text{pH}(S)$ result from artifacts of the measurement process.

Examples are shown using data taken from pH RM certified by the National Institute of Standards and Technology (NIST), USA, over a period of 70 years..

BAYESIAN METHODS IN THE CERTIFICATION OF REFERENCE MATERIALS

Adriaan M.H. van der Veen

Dutch Metrology Institute (VSL), Delft, Netherlands

e-mail: avdveen@vsl.nl

The evaluation of measurement data in the production and certification of reference materials is often complicated by several factors. In homogeneity and stability studies, the effect of measurement precision can lead to problems in quantifying effects arising from (batch) inhomogeneity or instability. Bayesian methods can often be employed to overcome these problems in the data evaluation. Compared to their frequentist counterparts, they characterise in a more comprehensive manner these effects. Models are presented for the evaluation of batch homogeneity and long-term stability, taking into account the precision information of the methods used. The outcome of these models is compared with models known from meta analysis and traditional analysis of variance.

Bayesian models combine prior knowledge with data to provide a posterior probability distribution, from which an estimate, standard uncertainty, coverage interval, among others, can be computed. Special attention is paid to how prior information in reference material production can be elicited and included in the evaluation of homogeneity and stability study data.

In reference material characterisation, often additional dispersion, that cannot be explained from the uncertainty calculation of the results, needs to be taken into account. It is shown how this extra dispersion can be evaluated using traditional meta-analysis and Bayesian methods.

It is concluded that in some instances Bayesian methods clearly outperform over traditional statistical methods. In most cases however, when the prior information is not too strong and therefore modelled by weakly informative probability density functions, frequentist and Bayesian methods provide broadly the same estimates and similar standard uncertainties when based on the same assumptions.

COMBINED MEASUREMENT UNCERTAINTY FOR pH-VALUES USING CERTIFIED REFERENCE MATERIALS IN POTENTIOMETRIC MEASUREMENTS WITH GLASS ELECTRODES

Samuel Wunderli

Atomolmetrion GmbH, Sugiez, Switzerland
e-mail: xiongmao@gmx.ch

Key words: *pH*-measurement, hydrogen electrode, *pH*-glass electrode, Harned-cell, certified *pH*-reference materials, CRM, uncertainty, calibration, ISO-GUM

The practical realisation of *pH*-measurements with Harned-cell type equipment used for the measurement of primary standards as recommended by IUPAC is shortly outlined.

In contrast to the Harned-cell without transference, the glass electrode with a junction is preferred and more practical for field laboratories. The combined measurement uncertainty is evaluated step by step in a systematic way according to ISO-GUM for a sample *pH*-value measured using a glass type electrode system, that was calibrated with two certified *pH*-reference material solutions.

REFERENCES

1. S. P. L. Sørensen, Enzymstudien II, Über die Messung und die Bedeutung der Wasserstoffionenkonzentration bei enzymatischen Prozessen, Biochem. Zeitschr. (1909), 21, 131-200, continuation 201–304.
2. R. P. Buck, S. Rondinini, A. K. Covington, F. G. K. Baucke, C. M. A. Brett, M. F. Camões, M. J. T. Milton, T. Mussini, R. Naumann, K. W. Pratt, P. Spitzer, G. S. Wilson, Measurement of pH. Definition, Standards, and Procedures, (IUPAC Recommendations 2002) Working Party on pH, Pure Appl. Chem. (2001), 74(11), 2169–2200.
3. Petra Spitzer, Kenneth W. Pratt, The history and development of a rigorous metrological basis for pH measurements, J.Solid State Electrochem. (2011), 15, 69-76.
4. R.G.Bates, E.A.Guggenheim, Report on the standardization of pH and related terminology, Pure Appl. Chem. (1960), 1, 163-168.
5. Donald G.Archer, Peiming Wang, The dielectric constant of water and Debye-Hückel limiting law slopes, J. Phys. Chem. Ref. Data (1990), 19(2), 371.
6. M. Tanaka, G. Girard, R. Davis, A. Peuto, N. Bignell, Recommended table for the density of water between 0 °C and 40 °C based on recent experimental reports, Metrologia (2001), 38, 301-309.
7. Kenneth S.Pitzer, Activity coefficients in electrolyte solutions, (2nded.), Boca-Raton: CRC Press (1991), ISBN 0849354153.
8. Daniel Berdat, Hanspeter Andres, Samuel Wunderli, Development of suitable ISE measurement procedures for SI-traceable chemical activity determination, Chimia (2009, 63(10), 671-677.
9. Frank Baskowski, Petra Spitzer, Ralf Eberhardt, Beatrice Adel, Samuel Wunderli, Daniel Berdat, Hanspeter Andres, Olivier Brunschwig, Michal Máriássy, Roger Fehér, Caspar Demuth, Fabiano Barbieri Gonzaga, Paulo Paschoal Borges, Wiler Batista da Silva Junior, Alena Vospělová, Martina Vičarová, Sirinapha Srithongtim, Pitzer ion activities in mixed electrolytes for calibration of ion-selective electrodes used in clinical chemistry, Accred.Qual.Assur, (2013), 18, 469-479.
10. A.K.Covington, R.G.Bates, R.A.Durst, Definition of pH scales, standard reference values, measurement of pH and related terminology, Pure Appl. Chem. (1985), 57(3), 531-542
11. Handbook of reference electrodes, eds.: György Inzelt, Andrzej Lewenstam, Fritz Scholz, Springer (2013), chapter 5.1: Reference electrodes for aqueous solutions, The hydrogen electrode, by Petra Spitzer, Samuel Wunderli.
12. Ivo Leito, Liisi Strauss, Eve Koort, Viljar Pihl, Estimation of uncertainty of routine pH measurement, Accred. Qual. Assur. (2002), 7, 242-249.
13. Ivo Leito, Rouvim Kadis, Evaluation of residual liquid junction potential contribution to the uncertainty in pH measurement: A case study on low ionic strength natural waters, Anal. Chim. Acta (2010), 664(2), 129-135.
14. Günter Tauber, Industrielle pH-Messung – Beiträge der Temperatur zur Messunsicherheit, Technisches Messen (2010), 77(3), 150-155.

15. Günter Tauber, Industrielle pH-Messung – Beiträge der Diffusionspotenziale zur Messunsicherheit, *Technisches Messen* (2009), 76(6), 308-316.
16. Thomas Wilhelm, Torsten Pechstein, Einflüsse realer Einsatzbedingungen auf die pH-Messung mit Glaselektroden, *Technisches Messen* (2010), 77(3), 140-149.
17. R. Naumann, Ch. Alexander-Weber, R. Eberhardt, J. Giera, P. Spitzer, Traceability of pH measurements by glass electrode cells: performance characteristics of pH electrodes by multi-point calibration, *Anal. Bioanal. Chem.* (2002), 374, 778-786.
18. pH-Messung – pH-Messung von wässrigen Lösungen mit pH-Glaselektroden und Abschätzung der Messunsicherheit, DIN 19268 (2007).
19. Water quality – Determination of pH, ISO 10523 (2008) 2nd ed..
20. Ralf Degner, pH-Messung, Der Leitfaden für Praktiker, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim (2009), ISBN 978-3-527-32359-3.
21. Helmuth Galster, pH-Messung, Grundlagen, Methoden, Anwendungen, Geräte, VCH-Verlagsgesellschaft (1990), ISBN 3-527-27836-2.
22. P. Spitzer, R. Eberhardt, I. Schmidt, U. Sudmeier, Improved traceability of pH measurements, *Fresenius J. Anal. Chem.* (1996), 356, 178-181.
23. Günther Meinrath, Petra Spitzer, Uncertainties in determination of pH, *Mikrochim. Acta* (2000), 135, 155-168.
24. Roger G. Bates, determination of pH, Theory and practice, John Wiley & Sons, 2nd. Ed.(1973), ISBN 0-471-05657-2.
25. Kurt Schwabe, pH-Messtechnik, Verlag Theodor Steinkopff, Dresden, 4.Auflage (1976).
26. Kurt Schwabe, pH-Messung, Akademie-Verlag Berlin, (1980)
27. Petra Spitzer, Traceable measurements of pH, *Accredit. Qual. Assur.* (2001), 6, 55-60.
28. Petra Spitzer, Beatrice Adel, Barbara Werner, Diana Jehnert, Zuverlässige Kalibrierung von pH-Messeinrichtungen, *Technisches Messen* (2010), 77(3), 156-161.
29. Günther Meinrath, Petra Spitzer, Importance of traceable pH measurements in science and technology, 166th PTB-Seminar, PTB-ThEx-25, Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig u. Berlin (2001), ISBN 3-89701-903-5
30. Roger G. Bates, Orest Popovych, The Modern meaning of pH, *CRC Critical Reviews in Analytical Chemistry*, (1981), 10(3), 247-278.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РЕЕСТР УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Агишева С.Т., Кремлева О.Н., Суслова В.В.

ФГУП «Уральский научно - исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»), г. Екатеринбург, РФ
e-mail: gssso@gssso.ru

Ключевые слова: стандартный образец, Государственный реестр утвержденных типов стандартных образцов

Государственный реестр утвержденных типов стандартных образцов (Государственный реестр утвержденных типов стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов, Госреестр СО) является контрольно-учетным элементом Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов и предназначен для регистрации стандартных образцов, типы которых утверждены в установленном порядке Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт).

Решение об утверждении типа стандартного образца, оформленное в виде приказа, Росстандарт принимает на основании результатов испытаний стандартного образца.

Госреестр СО состоит из следующих разделов:

- стандартные образцы, типы которых утверждены Росстандартом;
- фонд документов на утвержденные типы стандартных образцов.

Ведение Государственного реестра утвержденных типов стандартных образцов возложено на Научный методический центр Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов – ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии».

Цели ведения Госреестра СО:

- регистрация и учет стандартных образцов утвержденных типов;
- создание централизованного фонда информационных данных о стандартных образцах утвержденных типов;
- создание централизованного фонда документов по разработке, испытанию и утверждению стандартных образцов, допущенных к производству, выпуску в обращение и применению на территории Российской Федерации;
- регистрация и учет выданных свидетельств об утверждении типа стандартных образцов;
- организация информационного обслуживания заинтересованных юридических и физических лиц, в том числе участников Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов.

Одной из основных функций при осуществлении деятельности Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов является информационное обслуживание в области стандартных образцов – удовлетворение потребностей в сферах: информационного обеспечения программ развития и функционирования Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов, научных исследований и разработок стандартных образцов,

производства, метрологического надзора за их применением, программ сотрудничества в области стандартных образцов.

Для обеспечения доступности информации о применяемых стандартных образцах в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений Росстандартом России создан Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, один из разделов которого включает «Сведения об утвержденных типах стандартных образцов» [<https://fgis.gost.ru/fundmt/>], формирование которого осуществляется на основании данных Государственного реестра утвержденных типов стандартных образцов и включает следующую информацию: наименование СО; номер в Госреестре СО; номер свидетельства об утверждении типа СО; срок действия свидетельства об утверждении типа СО; Описание СО; страна, изготовитель СО; наименование аттестованной характеристики СО; способ установления аттестованного значения СО.

Вопросы расширения видов и форм информационного обслуживания по вопросу стандартных образцов являются приоритетными направлениями деятельности Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов Российской Федерации, инструментом в решении которых, является Госреестр СО.

ОЦЕНКА СОГЛАСОВАННОГО ЗНАЧЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ ИЗМЕРЕНИЙ С МИНИМАЛЬНЫМ УВЕЛИЧЕНИЕМ ИХ НЕОПРЕДЕЛЁННОСТИ

Аронов П.М., Кремлёва О. Н.

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

Ключевые слова: межлабораторный эксперимент, неопределенность, дисперсия, согласованное значение

Применение межлабораторного эксперимента при характеристике стандартных образцов и другие задачи метрологии приводят к необходимости оценивания согласованного значения измеряемой величины по данным измерений $\{x_i, u_i\}$, $i = \overline{1, n}$ (результат измерения и его стандартная неопределённость), полученным в n независимых лабораториях. Стандартной оценкой значения измеряемой величины является взвешенное среднее

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

где u_0^2 - квадрат стандартной неопределённости (дисперсия) оценки $u_0^2 = \left(\sum_{i=1}^n u_i^{-2} \right)^{-1}$, (2)

Такая оценка применяется, когда данные $\{x_i, u_i\}$ при $i = \overline{1, n}$ согласованы, то есть с высокой вероятностью P выполняется условие

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

где $\chi^2(P; n-1)$ - P -квантиль хи-квадрат распределения с $(n-1)$ степенями свободы. Если условие (3) не выполняется, данные считаются не согласованными, то есть результаты измерений содержат систематические погрешности, не учтенные в заявленных лабораториями неопределённостях.

Часто несогласованность данных, то есть разброс результатов измерений x_i между лабораториями моделируют с помощью нормального распределения с центром в искомом значении измеряемой величины и межлабораторной дисперсией σ^2 , характеризующей несогласованность результатов измерений. В этом случае для согласования данных стандартные неопределённости каждой лаборатории увеличивают с u_i^2 до $u_i^2 + \sigma^2$ ($i = \overline{1, n}$) и далее вычисляются взвешенное среднее \bar{x}_{σ^2} и его дисперсия $u_{\sigma^2}^2$ по формулам (1) с новыми весами. Известны методы оценивания параметра σ^2 [1]. После увеличения описанным образом неопределённостей результатов измерений лабораторий данные становятся согласованными, то есть удовлетворяют критерию (3).

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

Воспользуемся схемой, предложенной в [2]. Если условие согласованности (3) для n лабораторий не выполняется, упорядочим пары данных $\{x_i, u_i\}$ ($i = \overline{1, n}$) так, что

$$\frac{(x_1 - \bar{x}_0)^2}{u_1} < \frac{(x_2 - \bar{x}_0)^2}{u_2} < \dots < \frac{(x_n - \bar{x}_0)^2}{u_n}, \quad (4)$$

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

$$\sum_{i=1}^k \frac{(x_i - \bar{x}_k)^2}{u_i} \leq \chi^2(P; k-1) \quad (5)$$

$$\text{где } \bar{x}_k = \left(\sum_{i=1}^k u_i^{-2} \right)^{-1} \sum_{i=1}^k u_i^{-2} x_i \quad (6)$$

Таким образом, мы выделили максимальное множество согласованных данных размером $k=2, \dots, n$.

Рассмотрим параметрическое семейство статистик

$$\bar{x}_\lambda = u_\lambda^2 \left(\sum_{i=1}^k u_i^{-2} x_i + \sum_{i=k+1}^n (u_i^2 + \lambda)^{-1} x_i \right) \quad (7)$$

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

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

где параметр $\lambda \geq 0$ задаёт увеличение дисперсий у несогласованной части данных. При надлежащем выборе значения параметра λ формула (7) - есть оценка измеряемой величины и её дисперсия, формула (9) – статистика хи-квадрат, построенная с учётом увеличения дисперсий несогласованной части данных. В предположении, что разброс результатов измерений в несогласованной группе данных описывается нормальным распределением с дисперсией σ^2 , статистика (9) при значении параметра $\lambda = \sigma^2$ имеет хи-квадрат распределение с $(n-1)$ степенями свободы и математическим ожиданием равным $(n-1)$. Это даёт основание выбрать значение параметра λ из уравнения

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

Нетрудно показать, что функция $g(\lambda)$ монотонно убывает, причём

$$\lim_{\lambda \rightarrow \infty} g(\lambda) = \sum_{i=1}^k \frac{(x_i - \bar{x}_k)^2}{u_i} \quad (11)$$

Отсюда с учётом (5) следует, что уравнение (10) имеет решение тогда и только тогда, когда

$$\chi^2(P; k-1) < n-1 \quad (12)$$

Это решение легко может быть найдено численно, оно является статистической оценкой межлабораторной дисперсии σ^2 . Если условие (12) не выполняется и уравнение (10) не имеет решения, то необходимое значение λ можно найти из неравенства

$$g(\lambda) \leq \chi^2(P; n-1) \quad , (13)$$

которое всегда имеет решение, так как $\inf g(\lambda) \leq \chi^2(P; k-1) < \chi^2(P; n-1)$ при $k < n$.

Таким образом предлагаемая процедура при согласованных данных ($k=n$) даёт стандартное решение (1), при несогласованных данных ($1 < k < n$) по построению гарантирует меньшую неопределённость, чем рекомендуемые в [1] методы и лишь в случае отсутствия согласованного множества ($k \leq 1$) эквивалентна им (совпадает с оценкой Манделя-Пауэла).

ЛИТЕРАТУРА

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

МЕЖДУНАРОДНОЕ СОТРУДНИЧЕСТВО В ОБЛАСТИ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ЛАБОРАТОРНОЙ МЕДИЦИНЫ

Батурин А. С., Муравская Н. П.

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

Ключевые слова: стандартный образец, биопроба, лабораторная медицина, калибратор, контрольный материал, прослеживаемость, эталон, анализ, единицы величин

Построение системы метрологического обеспечения в области лабораторной медицины имеет важное значение для оказания качественных медицинских услуг. С учетом широкого разнообразия методов исследований, применяемых в лабораторной медицине, в том числе использовании различных методов для измерения одного и того же параметра биопроб, особую актуальность приобретает создание стандартных образцов. Использование стандартных образцов (reference materials) для метрологического обеспечения в области лабораторной медицины позволяет определять концентрацию компонентов в биопробах на высоком уровне точности, а также предоставляет объективный инструмент для контроля качества лабораторных исследований проводимых в аналитических лабораториях. В настоящее время международное метрологическое сообщество уделяет особое внимание обеспечению прослеживаемости результатов измерений до национальных эталонов или единиц Международной системы единиц (СИ).

В июне 2002 г. был создан Объединенный комитет по прослеживаемости в области лабораторной медицины (JCTLM). JCTLM образован Международным бюро весов и мер (МБМВ), Международной Федерацией клинической химии и лабораторной медицины (IFCC) и Международной организацией по аккредитации лабораторий (ИЛАС). Основной целью JCTLM является обеспечение реализации требований Директивы 98/79/ЕС (IN-VITRO-диагностика). Основной задачей этого комитета является обеспечение на международном уровне достоверности и эквивалентности результатов измерений в области лабораторной медицины, в том числе пропагандирование концепции по необходимости обеспечения прослеживаемости к единицам СИ или другим международно признанным. В настоящее время в работе JCTLM принимают участие 35 организаций из 23 стран, в том числе из Российской Федерации: ВНИИМ им. Д. И. Менделеева г. Санкт-Петербург), ВНИИМС (г. Москва), ВНИИОФИ (г. Москва).

Для выполнения своей миссии JCTLM организованы и ведутся базы данных стандартных образцов (reference materials), референтных методик/процедур (reference methods/procedures) и референтных измерительных услуг (reference measurement services) в области лабораторной медицины.

В базу данных стандартных образцов (reference materials) включаются стандартные образцы, удовлетворяющие требованиям стандарта ISO 15194:2003 (ГОСТ Р 15194-2013. Изделия медицинские для диагностики *in vitro*. Измерение величин в пробах биологического происхождения Требования к аттестованным стандартным образцам и содержанию сопроводительной документации). Кроме стандартных образцов, прослеживаемых к единицам СИ (List 1), в базе данных JCTLM также содержатся стандартные образцы, не прослеживаемые к единицам СИ, но признанные международными соглашениями (List 2). По состоянию на июль 2018 года в базе данных содержится 293 стандартных образца (основной вклад - США- 48 %, ЕС-21 %, Япония -13 %, Великобритания -8 %; остальные

страны: Франция, Бразилия, Китай, Сингапур, Австралия, Мексика от 1 до 4 %). Также в области лабораторной медицины применяются калибраторы и контрольные материалы, требования к которым определены в стандарте ISO 17511:2003 (ГОСТ Р 17511-2011. Изделия медицинские для диагностики *in vitro*. Измерения в биологических пробах. Метрологическая прослеживаемость значений, приписанных калибраторам и контрольным материалам).

База данных JCTLM по референтным методикам/процедурам формируется из методик, удовлетворяющих требованиям стандарта ISO 15193:2009 (ГОСТ Р 15193-2015. Изделия медицинские для диагностики *in vitro*. Измерение величин в пробах биологического происхождения. Требования к описанию референтных методик выполнения измерений). База содержит 184 референтные методики.

База данных референтных метрологических услуг включает перечень измерений, проводимых лабораториями, удовлетворяющими требованиям стандарта ISO 15195:2003 (ГОСТ Р 15195-2006. Лабораторная медицина. Требования к лабораториям референтных измерений). База содержит 161 измерительную услугу по различным анализам в различных матрицах биопроб (основной вклад Германия – 39 %, Китай – 33%, Великобритания – 7 %; остальные страны Япония, Бельгия, Франция, Испания, Италия от 4 до 6 %).

JCTLM был разработан документ WG-2-P-00 «Иерархическая схема калибровки и измерений в области лабораторной медицины. Политика в области качества и определения», в котором определены основные принципы для национальных систем прослеживаемости в измерениях:

- развитие и поддержание национальных (главным образом первичных) эталонов как основы прослеживаемости в пределах страны;
- обеспечение международной эквивалентности этих эталонов;
- распространение прослеживаемости до уровня рабочих средств измерений.

Международные сличения являются основным элементом межгосударственного признания измерительных и калибровочных возможностей. Международное бюро по мерам и весам (МБМВ) организовано проведение сличений по следующим анализам:

- кальций в сыворотке человека (2003 год);
- креатинин в сыворотке человека (2005 год);
- глюкоза в сыворотке человека (2005 год);
- непептидные гормоны в сыворотке человека (кортизол) (2007 год);
- непептидные гормоны в сыворотке человека (прогестерон) (2007 год);
- количественный ПЦР (2007 год);
- стероидные анаболики в моче (тестостерон) (2008 год);
- креатинин в сыворотке человека (2010 год);
- относительная количественная оценка фрагментов геномной ДНК, выделенных из биологической ткани (2010 год);
- креатинин в сыворотке человека (2012 год);
- глюкоза в сыворотке человека (2012 год);
- холестерин в сыворотке человека (2012 год);
- элементы и селен в сыворотке человека (2013 год);
- определение чистоты пептида - синтетический пептид человека С (НСР) (2014 год).

Планируется проведение международных сличений по следующим анализам: фолат в сыворотке крови и мочевины и мочевая кислота в сыворотке человека.

На сегодняшний день доля отечественных стандартных образцов для лабораторной медицины не велика по сравнению с зарубежными стандартными образцами (reference materials). Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений содержит 24 типа стандартных образцов:

ГСО 9104-2008 – стандартный образец состава крови, содержащей свинец (Pb(50-300 мкг/дм³))

ГСО 9056-2008 – стандартный образец состава сыворотки крови СКЧ-1

ГСО 9057-2008 – стандартный образец состава сыворотки крови СКЧ-2

ГСО 9279-2008 – стандартный образец раствора глюкозы и лактата (РГЛ-1)

ГСО 9280-2008 – стандартный образец раствора глюкозы и лактата (РГЛ-2)

ГСО 9281-2008 – стандартный образец раствора глюкозы и лактата (РГЛ-3)

ГСО 9624-2010 – стандартный образец состава форменных элементов крови – гематологический контроль (HbA 95-160 г/л, Эритроцитов $2,0-5,5 \cdot 10^{12}/л$, Счетная концентрация лейкоцитов $2,5-9,0 \cdot 10^{12}/л$)

ГСО 9653-2010 – стандартный образец состава крови, содержащей ртуть (Hg 4-40 мкг/дм³)

ГСО 9866-2011 – стандартный образец ДНК СОИ

ГСО 9913-2011 – стандартный образец молярной концентрации холестерина в крови

ГСО 10023-2001 – стандартный образец искусственной мочи

ГСО 10128-2012 – стандартный образец состава крови, содержащей кадмий, (BI-Cd)

ГСО 10129-2012 – стандартный образец состава крови, содержащей кадмий, (BI-Be)

ГСО 10157-2012 – стандартный образец фрагмента плазмиды pUC18, состоящего из 717 пар нуклеотидов

ГСО 10167-2012 – стандартный образец массовой концентрации иммуноглобулинов класса G к вирусу краснухи в сыворотке, плазме крови человека (КРАСНУХА-IgG-ЛСЧ)

ГСО 10236-2013 – стандартный образец состава крови, содержащей таллий, (BI-TL)

ГСО 10237-2013 – стандартный образец массовой концентрации иммуноглобулинов класса G к бактерии TREPONEMA PALLIDUM в сыворотке, плазме крови человека (TREPONEMA PALLIDUM-IgG)

ГСО 10238-2013 – стандартный образец состава гемоглобинцианида

ГСО 10280-2013 – стандартный образец массовой концентрации антигена HBsAg вируса гепатита в сыворотке, плазме крови человека (HBsAg ВГВ)

ГСО 10281-2013 – стандартный образец массовой концентрации антигена p24 вируса иммунодефицита человека первого типа в сыворотке, плазме крови человека (p24 ВИЧ-1)

ГСО 10390-2013 – стандартный образец молярной концентрации тестостерона в сыворотке крови (комплект ТЕСТОСТЕРОН-ВНИИМ)

ГСО 10669-2015 – стандартный образец состава форменных элементов крови – гематологический контроль (комплект ГК-ВНИИМ)

ГСО 10818-2016 – стандартный образец массовой доли мономера пептида амилоид-Бета (mAβ42)

ГСО 10920-2017 – стандартный образец массовой концентрации рекомбинантного токсина CLOSTRIDIUM DIFFICILE в физиологическом буфере

ГСО 10921-2017 – стандартный образец массовой концентрации рекомбинантного белка GP вируса Эбола в фосфатно-солевом растворе

ГСО 10922-2017 – стандартный образец массовой концентрации рекомбинантного протективного антигена BACILILUS ANTHRACIS в фосфатно-солевом растворе.

Для повышения роли России на международном уровне в области лабораторной медицины требуется развитие системы стандартных образцов и референтных методик, установления их соответствия с международными перечнями, включения в базы JCTLM, а также аккредитация российских аналитических лабораторий по требованиям JCTLM.

МЕЖЛАБОРАТОРНЫЕ СЛИЧИТЕЛЬНЫЕ ИСПЫТАНИЯ - ОСНОВНОЙ ИНСТРУМЕНТ ОЦЕНКИ КОМПЕТЕНТНОСТИ

Белов А. В.

ФБУ «Государственный региональный центр стандартизации, метрологии и испытаний в Ростовской области»
(ФБУ «Ростовский ЦСМ»), г. Ростов-на-Дону, РФ, e-mail: belov85@inbox.ru

Ключевые слова: межлабораторные сличительные испытания, оценка компетентности, метрология, обеспечение единства измерений, количественный химический анализ, провайдер, аккредитация, стандартный образец

Более десяти лет ФБУ «Ростовский ЦСМ» является Провайдером межлабораторных сличительных испытаний (МСИ) в области пищевых продуктов, продовольственного сырья, объектов окружающей среды, металлов и сплавов, нанообъектов и наноматериалов. В 2015 году стал первым Провайдером межлабораторных сличительных испытаний [1], успешно прошедшим процедуру аккредитации в национальной системе аккредитации, в соответствии с требованиями Критериев аккредитации (Приказ Минэкономразвития РФ от 30.05.2014 г. № 326) и получившим аттестат аккредитации № RA.RU.10РД01 от 04.09.2015 г., позволяющий организовывать и проводить межлабораторные сличения как в области количественного химического анализа (КХА), так и в совершенно новой и востребованной области обеспечения единства измерений (поверка/калибровка СИ).

Межлабораторные сличительные испытания организуются с целью:

- подтверждения компетентности лабораторий (центров) в соответствующей области деятельности;
- оценки характеристик метода испытаний, а также межлабораторной аттестации методики испытаний (измерений);
- оценки характеристики стандартного образца, а также межлабораторной аттестации образца для контроля.

В качестве образца для контроля (ОК) при проведении сличений по обеспечению единства измерений является средство измерения (СИ), которое должно иметь действующее свидетельство о поверке (сертификат калибровки), быть стабильным (сохранять свои метрологические характеристики на протяжении всего периода испытаний). При проведении сличений по количественному химическому анализу, в качестве ОК выступают образцы, имеющие ранг ГСО (государственный стандартный образец), СОП (стандартный образец предприятия), а также образцы, специально создаваемые для проведения межлабораторных сличений, которые должны быть стабильными и однородными.

В соответствии с «Политикой Росаккредитации в отношении проверки квалификации путем проведения межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний» [2] участие аккредитованных лабораторий в МСИ является обязательным. Лаборатория должна не реже одного раза в год принимать участие в программах МСИ. Аккредитованная лаборатория в течение пяти лет с момента принятия решения об аккредитации, должна принять участие в МСИ по всем методам испытаний, включенным в область аккредитации.

Участие в межлабораторных сличительных испытаниях – это серьезная и ответственная процедура, по результатам которой выдается заключение о качестве выполненных испытаний (измерений). От ошибок никто не застрахован, и участник может иногда получить неудовлетворительный результат внешнего контроля. Только лишь проведя грамотную работу над ошибками, выявив причины неудовлетворительного результата можно

понять, что необходимо сделать для улучшения качества услуг, тем самым соответствовать высоким требованиям как российских, так и международных стандартов.

Чтобы оставаться конкурентоспособным и вести успешную экономическую деятельность – необходимо регулярно подтверждать качество оказываемых услуг. С практической точки зрения, участие в межлабораторных сличительных испытаниях является универсальным способом продемонстрировать техническую компетентность организации. Организации, регулярно принимающие участие в межлабораторных сличениях, показывающие высокое качество выполнения работ вызывают доверие у потребителя, который, как известно, всегда выбирает проверенных, надежных и качественно оказывающих услуги поставщиков.

ЛИТЕРАТУРА

1. Белов А.В. Межлабораторные сличения – путь к доверию качества услуг // Национальные приоритеты, № 1-2 (108-109), Ростов-на-Дону, 2016, С. 52-54.
2. Политика Росаккредитации в отношении проверки квалификации путем проведения межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний, утв. 28.10.2016, Федеральная служба по аккредитации, 2016. 7 с.

РАЗРАБОТКА ОБРАЗЦОВ ДЛЯ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ И СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПОКАЗАТЕЛЕЙ СОСТАВА ВОЗДУШНЫХ СРЕД

Богачева А. М.

ФГУП «Уральский научно - исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»), г. Екатеринбург, РФ
ORCID iD: 0000-0002-3061-6979, e-mail: anna-bogacheva86@yandex.ru

Ключевые слова: межлабораторные сличительные испытания (МСИ), провайдер МСИ, образцы для МСИ, стандартные образцы, воздушные среды, атмосферный воздух, воздух рабочей зоны, промышленные выбросы в атмосферу, лабораторная проба.

Межлабораторные сличительные испытания (МСИ) с целью контроля точности результатов измерений содержания вредных веществ в воздушных средах: атмосферном воздухе, воздухе рабочей зоны и промышленных выбросах в атмосферу, были проведены провайдером МСИ ФГУП «УНИИМ» впервые в 2015 году. На протяжении трех лет, МСИ воздушных сред собирают большое количество участников (лабораторий), из чего можно сделать вывод о том, что внешний контроль качества измерений состава воздушных сред, является востребованным, а создание образцов для МСИ (образцов для проверки квалификации, образцов для контроля, далее – образцов) и идентичных им стандартных образцов (СО), являются перспективными направлениями.

Главным отличием при разработке образцов для МСИ воздушных сред, от разработки образцов по другим объектам (почва, вода, пищевая продукция и др.), является то, что в большинстве случаев (применительно к используемым методам измерений) отправляют не пробу состава объекта воздушной среды, а лабораторную пробу. Лабораторная проба, в данном случае, представляет собой твердый сорбент, фильтр или жидкий поглотитель с сорбированным из воздушной среды анализируемым компонентом. Исходя из этого было принято решение, что образцы для проверки квалификации необходимо создавать в аналогичном виде лабораторным пробам.

К образцу предъявляются определенные требования: образец должен быть однороден и стабилен в течение времени проведения проверки квалификации лабораторий. Помимо однородности и стабильности важным критерием хорошего образца, является его универсальность. Так как в МСИ участвуют разные лаборатории, у которых в области аккредитации могут быть разные методики определения одного и того же компонента в воздушных средах, провайдер МСИ проводит большую работу по анализу всех используемых методик. В каждой методике прописан аспирируемый объем воздуха, и в каждой методике он разный. Исходя из аспирируемого объема воздуха рассчитывают диапазоны измерений содержания определяемого компонента в лабораторной пробе для каждой методики. Находят общую область измерений содержания определяемого компонента, присущую любой из используемых методик. Содержание определяемого компонента в образце должно находиться в этой общей области. При создании образца учитывают, какие материалы используются для поглощения анализируемого компонента (сорбенты, фильтры, жидкие поглотители), способы подготовки проб к анализу (озоление «сухое» и «мокрое» и др.), порядок вычисления результатов измерений (единицы измерений), методы измерений (гравиметрия, фотометрия, атомная абсорбция и др.), количество лабораторной пробы, необходимой для проведения измерений.

Из накопленного опыта можно сделать вывод о том, что разработка образцов для МСИ воздушных сред – это трудоёмкая деятельность, требующая анализа большого объема методик измерений и соответствующей квалификации специалистов. На основе проведенных работ (в том числе анализа результатов МСИ воздушных сред) специалистами ФГУП «УНИИМ» разрабатываются стабильные, однородные и универсальные применительно к различным методам измерений СО. В настоящее время ФГУП «УНИИМ» разрабатывает СО по показателям железо, марганец, пыль. Список СО будет расширяться.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ВИСМУТСОДЕРЖАЩИХ СТЕКЛОВИДНЫХ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕРЕХОДНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫМ МЕТОДОМ

Борисова В. В., Кутвицкий В. А., Миронова Е. В.

ФГБОУ ВО «МИРЭА - Российский технологический университет» (РТУ МИРЭА), г. Москва, РФ
e-mail: vv_borisova@mail.ru

Ключевые слова: висмутсодержащие образцы, переходные элементы, люминесцентный метод анализа

Для анализа огромного числа оксидных материалов используются современные экспрессные методы аналитического контроля, возможности которых ограничиваются отсутствием универсальных гомогенных, однородных образцов сравнения.

Наиболее эффективным способом приготовления таких образцов сравнения является метод стеклования. Висмутатно-боратные стекловидные образцы ранее были использованы в качестве образцов сравнения для определения состава сложных оксидных систем рентгенофлуоресцентным методом (РФЛА) [1]. Введение в состав стекол редкоземельных элементов (РЗЭ) позволило проводить их определение не только с помощью РФЛА, но и люминесцентным методом [2].

В настоящей работе предложено применение висмутатно-боратных стекловидных образцов для определения переходных элементов люминесцентным методом. Люминесцентный анализ обеспечивает большую селективность и при его использовании достигаемые пределы обнаружения обычно составляют $1 \cdot 10^{-6}$ – $1 \cdot 10^{-4}$ % масс. элемента-примеси в анализируемых объектах.

Стекловидные образцы получали с использованием висмутатно-боратной матрицы путем ее плавления при $T=1273$ – 1373 К и послезакалочного отжига при температуре 673К в течение 12 час. Переходные и РЗЭ вводили в состав образцов в виде оксидов. Были получены стекловидные образцы, содержавшие 70 % масс. Bi_2O_3 , (30- X - Y) % масс. B_2O_3 , X (0–2%) % масс. Ln_2O_3 ($\text{Ln} = \text{Sm}, \text{Eu}, \text{Tb}, \text{Dy}, \text{Tm}$), Y (0–1%)% масс. ($Y=\text{CuO}, \text{Fe}_2\text{O}_3, \text{Co}_2\text{O}_3$).

Микротвердость полученных образцов определяли по методу Виккерса. Ее величина составляла 450-490 Н/мм².

Однородность стекловидных образцов определяли методами РФА, РСМА, спектрофотометрическим и люминесцентным, а также по результатам измерения микротвердости. Оценку однородности проводили согласно алгоритму, установленному в ГОСТ 8.531 [3].

Устойчивость к воздействию окружающей среды была оценена по Р 50.2.031 [4]. Значение аттестованной характеристики образца сравнения (ОС) изменялась в пределах погрешности ОС при соблюдении условий хранения и применения в течение 3 лет.

Люминесцентные исследования синтезированных висмутатно-боратных стекловидных образцов проводили на установке, описанной в монографии [5].

Спектр люминесценции стекловидного образца состава 70 % масс. Bi_2O_3 –30 % масс. B_2O_3 при облучении светом с длинами волн, соответствующими краю полосы поглощения ($T=77$ К) представляет собой широкую асимметричную полосу в области 400–600 нм с максимумом, соответствующим 520 нм. Данный спектр аналогичен спектру люминесценции висмутсодержащих кристаллов со структурой эвлитина. Излучательный процесс в висмутатно-боратных стекловидных образцах можно отнести к ${}^3\text{P}_0 \rightarrow {}^1\text{S}_0$ переходу Bi^{3+} и предположить, что в стекловидных образцах есть такие же кластеры $[\text{BiO}_6]^{9-}$, как это имеет место в кристаллах со структурой эвлитина.

Люминесцентные свойства висмутатно-боратных стекол успешно используются для фазового анализа висмутсодержащих систем, и могут в элементном анализе применяться для аналитического определения тушителей люминесценции, которые подавляют излучение активаторов. Типичными тушителями являются Fe^{3+} , Fe^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , имеющие в спектре поглощения полосы переноса заряда, максимумы которых находятся в ультрафиолетовой области спектра, но интенсивность их настолько велика, что хвост этих полос простирается в видимую и даже (Fe^{3+}) в ближнюю инфракрасную область [6]. Полоса переноса заряда тушит свечение всех активаторов, полосы испускания которых перекрываются ею.

Установлен эффект тушения интенсивности экситонной полосы люминесценции Bi^{3+} ($\lambda_{\text{max}} = 520$ нм) при введении в состав висмутатно-боратной матрицы индивидуальных оксидов переходных элементов (CuO , Fe_2O_3 , Co_2O_3). Уравнение Штерна-Фольмера адекватно описывает процесс тушения и доказывает участие переходных элементов в рекомбинационной люминесценции в висмутатно-боратных стеклах и концентрационном тушении. Построены градуировочные зависимости в координатах $\ln[(I_0/I)-1]=f(\ln C)$ (где I_0 и I – интенсивность люминесценции Bi^{3+} в образце, не содержащем и содержащем ионы переходного элемента соответственно, C – концентрация иона переходного элемента в образце). Наибольший эффект тушения собственной люминесценции висмута наблюдали для образцов, содержащих ионы Cu^{2+} в ряду Cu-Co-Fe примерно в 1,5 раза. На основании установленного эффекта тушения люминесценции ионов висмута ионами меди в висмутатно-боратных стеклах разработана методика низкотемпературного люминесцентного определения содержания меди в высокотемпературных сверхпроводниках различного состава Bi-Sr-Ca-Cu-O и оценены ее метрологические характеристики. Погрешность люминесцентного определения меди в ВТСП не превышает 0,04 в относительных единицах, предел определения – 0,001 % масс.

Введение в состав висмутатно-боратной матрицы оксидов РЗЭ (Sm , Eu , Tb , Dy , Tm) приводит к уменьшению интенсивности люминесцентного излучения ионов Bi^{3+} при 77 К, которое также подчиняется закону Штерна-Фольмера. Получены уравнения градуировочных зависимостей, связывающие изменение интенсивности люминесценции ионов Bi^{3+} от содержания РЗЭ. Наибольшее изменение сигнала наблюдали в образцах, содержащих ионы Sm^{3+} .

Была изучена возможность применения люминесцентного метода для определения элементов в составе высокотемпературных сверхпроводящих оксидных фаз, содержащих как ионы РЗЭ, так и ионы переходных элементов. Были приготовлены стекловидные образцы, в матрицу которых вводили 0,5 % масс. Dy_2O_3 и CuO в концентрации от 0,001 до 0,25 % масс. Содержание Dy_2O_3 , равное 0,5 % масс., соответствует максимально возможному его содержанию в диапазоне линейной зависимости собственной люминесценции Dy^{3+} от его концентрации при комнатной температуре. Исследовали люминесцентные свойства полученных стекловидных образцов при температурах 77 и 298К. Установлено, что 90%-е уменьшение интенсивности люминесценции при 298К достигается при содержании Dy^{3+} в образцах, равном 0,06 % масс. Построена градуировочная зависимость в логарифмических координатах $\ln[(I_0/I)-1]=f(\ln C)$ для определения содержания меди от 0,001 до 0,06 % масс. (где I_0 – интенсивность люминесценции Dy^{3+} в образце, не содержащем ионы Cu^{2+} ; I – интенсивность люминесценции Dy^{3+} в образце, содержащем ионы Cu^{2+} , C – концентрация ионов Cu^{2+}). Установлено влияние температуры на тушение ионами Cu^{2+} люминесцентного

излучения Dy^{3+} . При $T=298$ К тушение люминесценции протекает более интенсивно. Анализ спектров при $77K$ показал, что имеет место одновременного тушения ионами Cu^{2+} люминесцентного излучения Bi^{3+} и Dy^{3+} . Разработана методика люминесцентного определения содержания меди при комнатной температуре с использованием висмутатно-боратных стекловидных образцов, легированных Dy_2O_3 .

ЛИТЕРАТУРА

1. Борисова В.В., Кутвицкий В.А., Миронова Е.В. Возможность использования висмутсодержащих стекловидных образцов для анализа сложных оксидов // Стандартные образцы в измерениях и технологиях: сб. тр. 1-ой Межд. науч. конф., Екатеринбург, 2013. Екатеринбург: ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии», 2013. Ч. II. С. 127-131.
2. Борисова В.В., Лебедев А.А., Кутвицкий В.А. и др. Использование висмутсодержащих стекловидных образцов для определения редкоземельных элементов люминесцентным методом // Стандартные образцы в измерениях и технологиях: сб. тр. 2-ой Межд. науч. конф., Екатеринбург., 2015. Екатеринбург: ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии», 2015. Ч. «Ru». С. 235-240.
3. ГОСТ 8.531-2002. Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности. М.: ИПК Издательство стандартов, 2002. 12 с.
4. Р 50.2.031-2003. Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Методика оценивания характеристики стабильности. М.: ИПК Издательство стандартов, 2003. 7с.
5. Кутвицкий В.А. Борисова В.В., Миронова Е.В. и др. Многоцелевые висмутсодержащие стандартные образцы состава для инструментальных методов анализа. М.: Издательство МИТХТ, 2014. 324 с.
6. Марфунин А.С. Спектроскопия, люминесценция и радиационные центры в минералах. М.: Недра, 1985. 320 с.

МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ «ДИОКСИНОВ». РАЗРАБОТКА НОВОГО ТИПА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА МАССОВОЙ ДОЛИ «ДИОКСИНОВ» В ЖИВОТНОМ ЖИРЕ

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

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева»
(ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), г. Санкт-Петербург, РФ
Researcher ID: O-8550-2018, e-mail: aa@b10.vniim.ru

Ключевые слова: диоксины, градуировка, валидация, прослеживаемость, аттестованное значение, неопределённость, матричный стандартный образец, метод массового баланса

Полихлорированные дибензо-(п)-диоксины (ПХДД) и полихлорированные дибензофураны (ПХДФ) относятся к группе стойких органических загрязнителей (СОЗ) и попадают под действие Стокгольмской конвенции. Определению подлежат 17 конгенов ПХДД и ПХДФ, имеющих атомы хлора в положениях 2,3,7,8 в базовой молекуле (далее - «диоксины»), которые характеризуются уникальной биологической активностью и могут стать одной из причин долговременного заражения биосферы.

Определение «диоксинов» во всех типах матриц является не только сложной аналитической задачей, но и самостоятельной проблемой с точки зрения метрологического обеспечения измерений.

Для измерения любых органических соединений, в том числе «диоксинов», методами газовой или жидкостной хроматографии, необходимо применение соответствующих стандартных образцов для построения градуировочных характеристик, а также средств валидации и верификации методов/методик измерений - материалов (матриц) с аттестованным (сертифицированным) содержанием аналитов. Использование в работе средств измерений и валидации, обеспеченных метрологической прослеживаемостью к соответствующим единицам величин, гарантирует не только высокую точность и достоверность получаемых результатов измерений, но и признание результатов измерений на международном уровне (Соглашение СИРМ МРА от 14.10.1999 г.[1]). Таким образом, прослеживаемость к соответствующей эталонной величине и/или национальному или международному эталону является ключевым требованием для обеспечения сопоставимости результатов измерений, полученных в различных аналитических лабораториях.

До настоящего времени в России не существовало стандартных образцов (далее – СО) состава «диоксинов» в виде растворов и/или матриц, обладающих метрологической прослеживаемостью к соответствующим единицам величин. Основная причина отсутствия прослеживаемых СО «диоксинов» напрямую связана со спецификой данных органических соединений.

Основой обеспечения прослеживаемости в органическом анализе являются чистые органические вещества с установленной массовой долей основного компонента и соответствующей неопределенностью. Традиционный и международно признанный косвенный метод определения чистоты органических соединений – метод массового баланса, предполагает измерение в чистом органическом веществе четырех вероятных групп примесей (родственные соединения, вода, летучие органические соединения и нелетучие вещества) и последующий расчет массовой доли основного компонента по формуле «100 % минус сумма примесей». Таким образом, первым необходимым условием для формирования цепочки

прослеживаемости является наличие чистого органического вещества в достаточном количестве для его полноценного исследования.

Чистые органические вещества ПХДД и ПХДФ, в том числе 17 опасных конгенов группы, не являются коммерческими продуктами и синтезируются в ограниченном количестве несколькими зарубежными лабораториями исключительно для аналитических целей. В сложившейся ситуации чистые органические вещества «диоксинов» труднодоступны и крайне дороги.

На настоящий момент в качестве средств измерений «диоксинов», обеспеченных метрологической прослеживаемостью (в статусе CRM – Certified Reference Materials), доступны только СО, производимые JRC-IRMM (Joint Research Centre - Institute for Reference Materials and Measurements). СО представляют собой растворы 17 нативных конгенов и их $^{13}\text{C}_{12}$ -меченых аналогов в органическом растворителе – нонане [2].

Используя данные CRM JRC-IRMM, как средство для градуировки аналитического оборудования, ВНИИМ разработал референтный материал – матричный образец с аттестованным (сертифицированным) содержанием «диоксинов». В качестве матрицы был выбран животный (свиной) жир, который может быть полноценной моделью жиросодержащих пищевых продуктов животного происхождения.

Материал для СО был приготовлен в научно-исследовательском отделе государственных эталонов в области органического и неорганического анализа ВНИИМ. Для этого была использована мясокостная мука, загрязненная «диоксинами» естественным способом. Выделенная из мясокостной муки жировая фракция, содержащая нативные «диоксины», была добавлена в расплавленный свиной жир, полученная жидкая матрица была тщательно гомогенизирована и расфасована в герметичные стеклянные емкости.

Полученный таким образом образец был исследован на однородность и стабильность в соответствии с ГОСТ ISO Guide 35—2015 [3]. В качестве аттестованных (сертифицированных) характеристик были приняты значения массовых долей 7 индивидуальных «диоксинов».

Аттестованные характеристики разработанного СО приведены в таблице 1.

Таблица 1. Аттестованные характеристики СО

Конгенер	Массовая доля, нг/кг	Расширенная неопределенность (при $k=2$), нг/кг
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

Опытная партия СО была использована в качестве объекта исследования при проведении межлабораторных сравнительных испытаний, в которых приняли участие ведущие российские и зарубежные лаборатории.

Проведение испытаний СО состава массовой доли «диоксинов» в животном жире с целью утверждения типа и внесение нового типа СО в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (ФИФ ОЕИ) запланировано на 2019 год.

ЛИТЕРАТУРА

1. Соглашение СИПМ МРА от 14.10.1999 г Взаимное признание национальных измерительных эталонов и сертификатов калибровки и измерений, издаваемых национальными метрологическими институтами // РОССТАНДАРТ Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/7>
2. The preparation and certification of nine solutions (S0 to S8) for measurements of Polychlorodibenzo-p-dioxins and Polychlorodibenzofurans BCR-614 // Joint Research Centre [сайт]. URL: <https://crm.jrc.ec.europa.eu/p/40455/40464/By-material-matrix/Pure-standards/BCR-614-SOLUTIONS-OF-PCDD-Fs-IN-N-NONANE/BCR-614>
3. ГОСТ ISO Guide 35 — 2015 Стандартные образцы – Общие и статистические принципы сертификации (аттестации). М.: Стандартиформ, 2016. 61 с.

О МНОГОПАРАМЕТРИЧЕСКИХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦАХ, НЕОБХОДИМЫХ ДЛЯ АНАЛИЗА ГЕОЛОГИЧЕСКИХ ПРОБ НА ДРАГОЦЕННЫЕ МЕТАЛЛЫ

Васильева И.Е., Шабанова Е.В., Дрегля А.И.

ФГБУН Институт геохимии им. А.П. Виноградова Сибирского отделения Российской академии наук
(ФГБУН ИГХ СО РАН), г. Иркутск, РФ

Researcher ID: E-7873-2013, ORCID: 0000-0001-6315-083X, e-mail: vasira@igc.irk.ru

Ключевые слова: драгоценные металлы, элементный и вещественный анализ, геологические пробы, многопараметрические стандартные образцы состава и свойств

Элементный и вещественный составы, структура и размеры минеральных фаз определяют физико-химические свойства природных образцов и произведенных из них материалов. Вариации только одного из этих признаков могут существенно изменить потребительские качества продукта. Поэтому использование многокомпонентных смесей на разных этапах производственных процессов, например, при переработке минерального сырья, получении материалов с заданными свойствами, нанесении покрытий и т.д., предусматривает выполнение контроля их состава и свойств. Наиболее часто аналитический контроль выполняется экспрессными физико-химическими и физическими методами по регламентированным (аттестованным) методикам анализа, в которых используют стандартные образцы (СО) для поверки измерительных приборов и контроля качества результатов [1-5]. При аттестации или верификации аналитических методик также используют стандартные образцы адекватные исследуемым пробам по составу или свойствам. Обычно это несколько комплектов СО, один из которых применяют для определения элементного состава, а другие – для измерения конкретного свойства (размер частиц известного фазового состава, гранулометрический состав частиц смеси, толщина слоя, электропроводимость, время жизни подвижных частиц и т.д.).

При проведении геолого-геохимических и геологоразведочных работ, поиске и отработке технологии обогащения благороднометалльных руд широко используют методы исследования минерального сырья, которые включают оценку в геологических пробах валовых содержаний драгоценных металлов (ДМ); фазового состава и размеров частиц, содержащих ДМ; описание общего количества частиц-носителей ДМ и их распределения по размерам. Информация о минеральных формах (фазах) ДМ и размерах их частиц в породах и рудах имеет первостепенное значение, даже если содержания благородных металлов незначительно превышают кларковые, так как позволяет установить минеральные парагенезисы, сопровождающие оруденение, и использовать их как прямые поисковые признаки для прогнозных оценок территорий и выявления рудных тел; а также разработать технологии обогащения руд и последующего извлечения полезного компонента при экономической оценке рудоперерабатывающих производств.

В последние десятилетия для решения перечисленных задач минералогического анализа применяют автоматизированную минералогию (АМ) [6-10]. Основой различных вариантов этой технологии является сканирующая электронная микроскопия (СЭМ) в сочетании с рентгеноспектральным микрозондовым анализом (РСМА) [11]. Минералогический анализ на основе метода сцинтилляционной атомно-эмиссионной спектроскопии (САЭС) с дуговым разрядом имеет лучшие пределы обнаружения и тоже не требует изменения агрегатного состояния твердых геологических проб, кроме измельчения [12-14]. САЭС позволяет определять валовые содержания ДМ, формы их присутствия в

породах и рудах, а также размеры минеральных фаз-носителей ДМ и их распределение по крупности.

Технологии автоматизированной минералогии, использующие методы САЭС и РСМА, предусматривают: (1) получение по определённой схеме (в заданных оптимизированных условиях) большого количества измерений аналитических сигналов от различных элементов пробы в оптических, электронных и/или рентгеновских спектрах; (2) компьютерную обработку полученных многомерных данных с использованием эвристических подходов [15]. Однако оба метода являются относительными, поэтому при первоначальной настройке спектрометров и выполнении анализа необходимо применение одно- и/или многопараметрических стандартных образцов [16] для таких этапов, как: градуировка по составу и размерам; экспериментальная оценка пределов обнаружения; коррекция измеряемой интенсивности спектральных линий и фона на влияние макросостава, спектральных помех, приборных шумов и др.; верификация математических моделей знания или задания формы частиц для стереологической реконструкции их размеров на основании измерений аналитических сигналов; контроль качества результатов измерений состава и размеров. Кроме того, каждый из методов имеет свои индивидуальные особенности пробоподготовки образцов к измерению. Это необходимо учитывать при интерпретации информации об объектах, полученной с помощью технологий АМ на основе принципиально разных аналитических методов [17-19].

Реализация и совершенствование автоматизированных технологий связаны с одновременным сбором разноплановой информации об элементном и вещественном составе, а также о размерных характеристиках минеральных фаз (гранулометрическом составе). Повышение достоверности получаемых с их помощью результатов возможно при обучении на материальных объектах, в которых надёжно установлены искомые признаки. К таким объектам, безусловно, относятся многопараметрические СО состава и свойств [16]. В данном контексте термин «многопараметрический» подразумевает не только аттестацию массовых долей элементов, но также установление таких характеристик вещества как состав, количество и размеры частиц отдельных минеральных фаз ДМ, гранулометрическое распределение фаз-носителей каждого конкретного металла.

Актуальность создания многопараметрических СО для анализа геологических проб на драгоценные металлы и их использование для разных методов анализа не вызывает сомнения. Трудности установления аттестованных метрологических характеристик таких СО очевидны и связаны с отсутствием аттестованных методик измерений необходимых параметров, а также с ограниченным числом возможных участников межлабораторного эксперимента. В целом методические подходы к разработке и аттестации многопараметрических СО состава и свойств природных сред отсутствуют.

Исследование проведено в рамках выполнения государственного задания по Проекту IX. 130.3.1. (0350-2016-0032).

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ Р ИСО 5725–2002. Точность (Правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Части 1-6. М.: ИПК Изд-во стандартов, 2002.
2. РМГ 61-2010 Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки. М.: Стандартинформ, 2012. 58 с.

3. РМГ 54-2002 ГСИ. Характеристики градуировочных средств измерений состава и свойств веществ и материалов. Методика выполнения измерений с использованием стандартных образцов. М.: ИПК Изд-во стандартов, 2004. 12 с.
4. Причард Э., Барвик В. Контроль качества в аналитической химии. СПб.: ЦОП «Профессия», 2011, 320 с.
5. Лесс В.Р., Экхардт С., Кеттнер М., Шмитт Ф., Вальтер Б. Практическое руководство для лаборатории. Специальные методы. СПб.: ЦОП «Профессия», 2014. 472 с.
6. Автоматизированная неразрушающая микроаналитическая система QEMSCAN 650F (FEI) [сайт] URL: <http://www.fei.com/applications/industry> (25.05.2018)
7. NATI Research. [сайт] URL: <http://www.natires.com> (25.05.2018)
8. Автоматизированный количественный минералогический анализ Mineralogic Mining CARL ZEISS. [сайт] URL: <http://www.optecgroup.com/upload/iblock/16d/ZeissMineralogicMining.pdf> (25.05.2018)
9. Goodall W.R., Scales P.J. An overview of the advantages and disadvantages of the determination of gold mineralogy by automated mineralogy // Minerals Engineering. 2007. V. 20. P. 506-517.
10. Панькин А.В., Макавецкас А.Р., Шехирев Д.В. Автоматизированный минералогический анализ для обогатительных процессов // Обогащение руд. 2013. № 1 (343). С. 40-43.
11. Рид С.Дж.Б. Электронно-зондовый микроанализ и растровая электронная микроскопия в геологии. М.: Техосфера, 2008. 232 с.
12. Раймбаум Я.Д., Стахеев Ю.И. Сцинтилляционный спектральный метод минералогического анализа // Журн. аналит. химии. 1965. Т. 20. № 3. С. 299-304.
13. Прокопчук С.И. Сцинтилляционный спектральный анализ в геологии. Иркутск: Институт геохимии СО РАН, 1994. 64 с.
14. Шабанова Е.В., Бусько А.Е., Васильева И.Е. Дуговой сцинтилляционный атомно-эмиссионный анализ порошковых проб при использовании МАЭС с высоким временным разрешением // Заводск. лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. № 1(II). С. 24-33.
15. Чернявский К.С. Современные методы микроскопического анализа формы частиц в порошках и компактных материалах (обзор) // Завод. лаборатория. 1981. № 4. С. 44-54.
16. Васильева И.Е., Шабанова Е.В. Стандартные образцы геологических материалов и объектов окружающей среды: проблемы и решения (обзор) // Журн. аналит. химии. 2017. Т. 72. № 2. С. 99-118.
17. Vasil'eva I.E., Shabanova E.V. / Comparison of analytical possibilities of scintillation atomic emission spectrometry and automated mineralogy for studying of gold-bearing samples. Advantage in Materials Science Research / Ed. Wythers M.C. New-York: Nova Science Publishers Inc., 2016. P. 255-271.
18. Определение благородных металлов в геологических пробах четырех золоторудных месторождений Северо-Востока России / И. Е. Васильева [и др.] // Журн. аналит. химии. 2017. Т. 73. № 6 (в печати).
19. Благородные металлы в образцах черных сланцев золоторудного месторождения Сухой Лог (Россия) по данным метода сцинтилляционной дуговой атомно-эмиссионной спектроскопии / И. Е. Васильева [и др.] // Геология и геофизика. 2018 (в печати).

РАЗРАБОТКА НАБОРА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ МАГНИТОТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ СПЛАВА NdFeB

Волегова Е. А.^{1,2}, Маслова Т. И.¹, Малыгин М. А.¹, Васьковский В. О.², Волегов А. С.^{1,2}.

¹ ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»), г. Екатеринбург, РФ
e-mail: Ekaterina.Volegova@gmail.com

² ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина» (УрФУ)
г. Екатеринбург, РФ

Ключевые слова: стандартный образец утвержденного типа, остаточная индукция, остаточная намагниченность, коэрцитивная сила, магнитотвердые материалы, государственный первичный эталон

Современное технологическое развитие человечества во многом определяется функциональными и конструкционными свойствами используемых материалов. Особое место занимают магнитотвердые материалы (далее – МТМ), изделия из которых представляют собой источники постоянных магнитных полей без затрат энергии. Для контроля магнитных свойств изделий из МТМ необходимы магнитоизмерительные установки высокой точности. Испытания и поверка таких средств измерений весьма затруднительна. Метрологическое обеспечение измерений магнитных характеристик изделий из МТМ осуществляется в основном поэлементной проверкой блоков магнитоизмерительных установок. В этом случае необходимо учитывать влияющие факторы (неоднородность магнитного поля в рабочей области, не параллельность торцевых поверхностей полюсных наконечников, несовершенство магнитной цепи, магнитную вязкость образца и многое другое) и вводить соответствующие поправки, что является практически не реализуемой задачей. Наиболее эффективным способом решения указанной проблемы является разработка стандартных образцов магнитных свойств МТМ утвержденного типа.

Одними из наиболее востребованных на практике являются постоянные магниты на основе сплава неодим-железо-бор (Nd-Fe-B). По этой причине спеченные магниты из этого материала были выбраны для исследований и дальнейшей разработки стандартных образцов (далее – СО) магнитных свойств. Работы по исследованию и разработке СО магнитных свойств МТМ на основе сплава Nd-Fe-B проведены в ФГУП «УНИИМ» в 2017-2018 гг.

В результате исследований утвержден тип СО магнитных свойств постоянных магнитов на основе сплава Nd-Fe-B (набор МС NdFeB), установлен интервал допускаемых аттестованных значений, определены погрешности и неопределенность аттестованных значений, установлен срок годности СО, также выпущена первая партия СО. Разработанный набор СО зарегистрирован в Государственном реестре стандартных образцов РФ под номером ГСО 11059-2018/ГСО 11062-2018. Комплект представляет собой цилиндры из сплава NdFeB, полученные прессованием порошка сплава в магнитном поле с последующим спеканием в вакууме или среде инертного газа. Для удобства потребителя стандартные образцы разработаны в виде набора образцов с различными значениями диаметра. Номинальная длина СО – 10 мм, номинальные диаметры – 7, 12, 22, 36 мм. Для предотвращения разрушения СО укреплены внешним кольцом из парамагнитного материала той же высоты, что и СО.

Установление аттестованных значений СО проведено на установке ЦИКЛ-3 из состава Государственного первичного эталона единиц мощности магнитных потерь, магнитной индукции постоянного магнитного поля в диапазоне от 0,1 до 2,5 Тл и магнитного потока в диапазоне от $1 \cdot 10^{-5}$ до $3 \cdot 10^{-2}$ Вб ГЭТ 198-2017 [1].

Значения нормированных метрологических характеристик, в соответствии с описанием типа СО, приведены в таблице 1.

Таблица 1. Нормированные метрологические характеристики

Индекс СО в наборе	Аттестуемая характеристика	Интервал допускаемых аттестованных значений СО	Границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО (P=0,95), ± δ, %	Допускаемые значения относительной расширенной неопределенности аттестованного значения СО при P=0,95 и k=2, не более, %
МС NdFeB-7	Остаточная магнитная индукция, B_r , Тл	от 0,900 до 1,500	2	2
МС NdFeB-12		от 0,900 до 1,500	2	2
МС NdFeB-22		от 0,900 до 1,500	2	2
МС NdFeB-36		от 0,900 до 1,500	2	2
МС NdFeB-7	Остаточная намагниченность, M_r , кА/м	от 715,0 до 1200,0	2	2
МС NdFeB-12		от 715,0 до 1200,0	2	2
МС NdFeB-22		от 715,0 до 1200,0	2	2
МС NdFeB-36		от 715,0 до 1200,0	2	2
МС NdFeB-7	Коэрцитивная сила по индукции, $H_{св}$, кА/м	от 680,0 до 990,0	3	3
МС NdFeB-12		от 680,0 до 990,0	3	3
МС NdFeB-22		от 680,0 до 990,0	3	3
МС NdFeB-36		от 680,0 до 990,0	3	3
МС NdFeB-7	Коэрцитивная сила по намагниченности, $H_{см}$, кА/м	от 800,0 до 3500,0	3	3
МС NdFeB-12		от 800,0 до 3500,0	3	3
МС NdFeB-22		от 800,0 до 3500,0	3	3
МС NdFeB-36		от 800,0 до 3500,0	3	3
МС NdFeB-7	Максимальное энергетическое произведение, $(BH)_{max}$, кДж/м ³	от 150,0 до 400,0	4	4
МС NdFeB-12		от 150,0 до 400,0	4	4
МС NdFeB-22		от 150,0 до 400,0	4	4
МС NdFeB-36		от 150,0 до 400,0	4	4

Ввиду высокой востребованности постоянных магнитов системы Sm-Co в 2018 г. запланирована разработка и утверждение нового типа СО магнитных свойств МТМ на основе постоянных магнитов Sm-Co.

ЛИТЕРАТУРА

1. Volegova E.A., Malygin M.A., Maslova T.I., Volegov A.S. GET 198–2017, State Primary Standard of Unit of Power of Magnetic Losses and Unit of Magnetic Induction of Constant Magnetic Field in Range from 0.1 to 2.5 T and Magnetic Flux from $1 \cdot 10^{-5}$ to $3 \cdot 10^{-2}$ Wb // Measurement Techniques, 2018, Vol. 61. no. 3, pp. 199-202. DOI 10.1007/s11018-018-1409-2.

ПРОВЕДЕНИЕ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ПОКАЗАТЕЛЕЙ СОСТАВА И СВОЙСТВ ПИТЬЕВОЙ, ПРИРОДНОЙ И ОЧИЩЕННОЙ СТОЧНОЙ ВОДЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

Горяева Л. И., Фаткулина Э. К.

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

Ключевые слова: межлабораторные сличительные испытания, провайдер МСИ, стандартный образец, метрологическая прослеживаемость

Перечень показателей, характеризующих степень естественного или техногенного загрязнения водных объектов, для которых в России установлены значения предельно допустимых концентраций (ПДК), содержит значительное число неорганических веществ. Анализ проб природной питьевой и сточной воды на содержание неорганических анионов, техногенных металлов и таких свойств как химическое и бактериологическое потребление кислорода является одним из наиболее массовых видов производственного и государственного экологического контроля. Результаты измерений, полученные экоаналитическими лабораториями, используются для выводов о качестве питьевой воды, о состоянии природных водных объектов, о составе сбрасываемых сточных вод. При аккредитации в национальной системе лаборатории в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 [1] должны подтвердить способность выполнять соответствующие измерения с требуемой точностью. Наиболее наглядными доказательствами такой способности являются документированные положительные результаты участия лаборатории в межлабораторных сличительных испытаниях (МСИ), проводимых с целью проверки квалификации.

В соответствии с ГОСТ ISO/IEC 17043-2013 [2] под межлабораторными сличительными испытаниями понимают организацию, выполнение и оценивание измерений или испытаний одного и того же или подобных образцов двумя или более лабораториями в соответствии с заранее установленными условиями. При проведении МСИ по количественным программам устанавливается соответствие точности результатов измерений, полученных участниками, нормам, установленным в методиках измерений или в программе проведения МСИ.

ФГУП «УНИИМ» является аккредитованным провайдером межлабораторных сличительных испытаний (Аттестат аккредитации RA.RU.430158 от 20.07.2016), в область деятельности которого входят объекты окружающей среды, в том числе природная, питьевая и сточная вода.

Достоверность заключений провайдера о качестве результатов измерений участников всецело зависит от правильности подготовки используемых при МСИ образцов. Провайдер должен гарантировать однородность и стабильность материала образца и точность установления значений контролируемых показателей. Это особенно важно при проведении МСИ среди экоаналитических лабораторий, поскольку для проб большинства объектов окружающей среды характерна крайне низкая временная стабильность.

В соответствии с Законом «Об обеспечении единства измерений» осуществление деятельности в области охраны окружающей среды входит в сферу государственного регулирования обеспечения единства измерений. Исходя из этого при проверках

квалификации лабораторий, выполняющих анализ проб воды водных объектов, следует использовать стандартные образцы утвержденных типов. Специалистами ФГУП «УНИИМ» разработаны и выпускаются на постоянной основе 14 типов стандартных образцов (СО), имитирующих состав природной, питьевой и очищенной сточной воды. Экземпляр СО минерального состава воды представляет собой навеску сухой механической смеси химических веществ известного состава, предназначенную для растворения в определенном количестве дистиллированной воды. Материал СО отличается высокой степенью однородности и стабильности. Перечень аттестуемых показателей СО приведен в таблице.

Основное назначение СО минерального состава воды - внешний и внутрилабораторный контроль точности результатов измерений, в том числе при проведении МСИ. Для лабораторий, анализирующих пробы воды по показателям минерального состава, разработано и с 2000 года проводятся 15 различных программ проверок квалификации, в том числе программы по измерениям таких показателей как цветность, мутность, жесткость, щелочность, ХПК, БПК и качество биотестирования. Практически все СО минерального состава воды позволяют оценить точность результатов измерений нескольких показателей состава и свойств в одной пробе. Только в 2017 г. в МСИ, проводимых ФГУП «УНИИМ» по измерениям показателей состава и свойств водных объектов, приняли участие 372 лаборатории. В число определяемых в МСИ компонентов состава воды входили основные неорганические анионы (нитраты, хлориды, фториды, фосфаты, сульфаты и ионы аммония), отдельные элементы (Ca, Mg, Na, K, Al, Fe, Mn, Pb, Cd, Cu, Zn, Cr), АПАВ, взвешенные вещества и сухой остаток.

Необходимо также отметить, что все СО минерального состава воды природной обладают свойством метрологической прослеживаемости к единицам СИ: к килограмму и метру кубическому по процедуре приготовления материала СО, к единице массовой доли компонента через применение СО состава исходных химических веществ при анализе исходных материалов. В силу этого участие с положительными результатами в МСИ, проводимых с использованием данных СО, дает возможность лабораториям-участникам декларировать метрологическую прослеживаемость результатов своих измерений.

Таблица 1. Стандартные образцы минерального состава воды природной, выпускаемые ФГУП «УНИИМ»

Номер по реестру и индекс	Аттестуемые компоненты
ГСО 7886-2001 (МСВ А1)	Нитраты, фториды, хлориды, сульфаты.
ГСО 8124-2002 (СО МСВ К1)	Медь, свинец, цинк, кадмий
ГСО 8938-2008 (МСВ АПАВ)	Хлориды, фториды, фосфаты, АПАВ
ГСО 9450-2009 (МСВ Ж)	Кальций, магний, калий, натрий, марганец, общая жесткость
ГСО 9511-2009 (МСВ ХПК)	Нитраты, фториды, хлориды, фосфаты, ХПК
ГСО 9565-2010 (МСВ ПО)	Нитраты, фториды, хлориды, фосфаты, перманганатная окисляемость
ГСО 9835-2011 (МСВ АК)	Нитраты, фториды, хлориды, фосфаты, сульфаты, марганец, железо
ГСО 9895-2011 (МСВ БТ-Cr)	Хром. Предназначен для биотестирования
ГСО 10168-2012 (МСВ БПК)	Биохимическое потребление кислорода за пять дней инкубации (БПК ₅)
ГСО 10448-2014 (МСВ NH ₄)	Ионы аммония, нитраты, фториды, хлориды, фосфаты, сульфаты, железо

<i>Окончание таблицы 1</i>	
Номер по реестру и индекс	Аттестуемые компоненты
ГСО 10815-2016 (МСВ М)	Нитраты, хлориды, фториды, железо, мутность по формазиневой шкале
ГСО 10912-2017 (МСВ В)	Нитраты, хлориды, фосфаты, сульфаты, железо, взвешенные вещества
ГСО 10917-2017 (МСВ АL)	Нитраты, хлориды, фосфаты, железо, алюминий
ГСО 11064-2018 (МСВ Ц)	Карбонаты, нитраты, хлориды, фториды, сульфаты, железо, марганец, общая щелочность

Одной из основных функций провайдера МСИ является установление обратной связи с лабораториями-участниками, в том числе оказание консультационных услуг по выбору программ, оцениванию качества результатов измерений и анализу возможных причин получения результатов измерений, точность которых признана сомнительной или неудовлетворительной. Как показывает практика, совместное обсуждение результатов проверки помогает лабораториям-участникам повысить точность выполняемых измерений.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.; Стандартиформ, 2011. 27 с.
2. ГОСТ ISO/IEC 17043-2013 Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации. М.; Стандартиформ, 2014. 34 с.

РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА МИНЕРАЛЬНОГО СОСТАВА ВОДЫ ПРИРОДНОЙ, АТТЕСТОВАННОГО НА ОБЩУЮ ЩЁЛОЧНОСТЬ

Горяева Л. И., Щукина Е. П., Фаткулина Э. К.

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

Ключевые слова: стандартный образец, природная вода, общая щёлочность, титриметрический метод анализа, потенциометрическое титрование, межлабораторные сличительные испытания, метрологическая прослеживаемость, контроль точности результатов измерений

Щёлочность питьевой и природной воды является количественной оценкой способности воды реагировать с ионами водорода (протонами). Акцепторами протонов (веществами основной природы) в водной среде могут выступать гидроксид-ионы, анионы слабых органических и неорганических кислот, аммиак и амины. Щёлочность питьевой воды и воды природных источников питьевого водоснабжения, незагрязнённых промышленными выбросами, в основном обусловлена присутствием гидроксид-ионов, карбонат-ионов и гидрокарбонат-ионов. Щёлочность, обусловленную суммарным содержанием гидроксидов, карбонатов и гидрокарбонатов, называют общей щёлочностью, определяют визуальным или потенциометрическим титрованием раствором сильной (обычно, соляной) кислоты до рН 4,5 [1, 2] и выражают в мг-экв/дм³ (ммоль/дм³).

Согласно СанПиН 2.1.4.1116-02 [3] щёлочность питьевой воды, расфасованной в ёмкости, не должна превышать 6,5 мг-экв/дм³. Повышенная щёлочность питьевой воды приводит к нарушению кислотно-щелочного равновесия в организме человека. Контроль щёлочности как питьевых, так природных вод является необходимой составляющей комплексного исследования вод экоаналитическими лабораториями и лабораториями предприятий пищевой промышленности, использующими воду при производстве продукции. Несмотря на сравнительную простоту процедуры измерений общей щёлочности, границы возможных значений относительной погрешности результатов измерений, установленные в аттестованных методиках измерений [2, 4, 5, 6], составляют от 9 % до 28 %. На точность результатов измерений оказывают влияние цветность и мутность воды, присутствующие в воде свободная углекислота, свободный хлор, сильные окислители и восстановители, слабые летучие кислоты.

В силу низкой временной стабильности состава питьевой и природной воды достаточно сложно организовать проведение внешнего контроля точности результатов измерений, в том числе проведение межлабораторных сличительных испытаний, с использованием проб реальных водных объектов. В Государственном реестре утверждённых типов СО имеется образец общей щёлочности воды (ГСО 9285-2009), который представляет собой водный раствор углекислого натрия. Данный образец предназначен для градуировки и калибровки средств измерений, используемых при определении общей щёлочности воды, но не позволяет с достаточной точностью оценивать качество результатов измерений природных вод, поскольку матрица его далека по составу от природной воды.

В 2018 году специалистами ФГУП «УНИИМ» был разработан стандартный образец СО МСВ Щ, имитирующий минеральный состав природной воды. СО предназначен для контроля точности результатов измерений содержания карбонат-ионов, нитрат-ионов, хлорид-ионов, фторид-ионов, сульфат-ионов, марганца, железа общего и общей щёлочности в питьевых, природных и очищенных сточных водах. СО может применяться для аттестации методик измерений. Материалом СО является механическая смесь растворимых в воде минеральных веществ. Каждый экземпляр СО представляет собой навеску исходного

материала массой (250 ± 3) мг, которая предназначена для получения 1 дм^3 раствора путем растворения в дистиллированной воде, не содержащей диоксида углерода. Состав раствора близок к составу природной хлоридно-натриевой воды с повышенной щёлочностью. Требования к метрологическим характеристикам СО были установлены с учетом диапазонов измерений и показателей точности результатов измерений наиболее распространенных аттестованных методик измерений аттестуемых характеристик СО.

В качестве исходных веществ для приготовления материала СО использованы промышленно выпускаемые реактивы. При выборе реактивов принимали во внимание растворимость в воде, отсутствие в составе вещества кристаллизационной воды, устойчивость состава каждого индивидуального вещества, отсутствие взаимодействия между веществами после смешивания в сухом виде и после растворения в воде, стабильность материала при хранении, цвет получаемого раствора и другие факторы. В каждом из реактивов, использованных в качестве исходных веществ для приготовления материала СО первой партии, были проведены измерения массовой доли основного вещества по аттестованным методикам измерений, основанным на методе визуальной титриметрии и применяемым при контроле качества реактивов при выпуске из производства. При проведении измерений коэффициенты поправки титрантов устанавливали с использованием СО состава исходных химических веществ: СО состава натрия углекислого (ГСО 4086-77), СО состава натрия хлористого (ГСО 4391-88), СО состава калия двуххромовокислого (ГСО 2215-81).

Исходные вещества были перетерты до крупности не более $0,05 \text{ мм}$, высушены при температуре $(105 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C}$ до постоянной массы. Навески исходных веществ были объединены и тщательно перемешаны в сосуде из нержавеющей стали методом «пьяная бочка».

Полученный материал был исследован на однородность по компоненту-индикатору, в качестве которого был выбран марганец. При выборе компонента-индикатора было учтено следующее:

1) Интервал допускаемых значений массовой концентрации марганца при растворении материала одного экземпляра СО в 1 дм^3 дистиллированной воды составляет от $0,025 \text{ мг/дм}^3$ до $0,100 \text{ мг/дм}^3$. При этом массовая доля марганца в материале СО составляет от $0,01 \%$ до $0,04 \%$, что существенно меньше массовой доли каждого из остальных компонентов материала СО.

2) Все исходные вещества, входящие в состав материала СО, имеют одинаковую крупность частиц.

3) Изготовитель имеет возможность для измерений массовой концентрации марганца в растворе материала СО методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой без проведения дополнительной пробоподготовки с использованием Государственного вторичного эталона единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации металлов в жидких и твердых веществах и материалах ГВЭТ 196-1-2012. Это позволяет провести исследования по оцениванию однородности материала СО в условиях, близких к условиям повторяемости.

В соответствии с требованиями технического задания на разработку СО величина стандартной неопределённости u_h , характеризующего неоднородность материала СО, для марганца не должна превышать $1,0 \%$. При выполнении этого условия относительные стандартные неопределенности от неоднородности материала СО для всех аттестуемых показателей принимают равными $1,0 \%$. Для материала первой партии СО величина u_h равна $0,96 \%$.

Стабильность аттестованного значения общей щелочности в течение предполагаемого срока годности (1 год) была подтверждена результатами специального эксперимента, выполненного на материале первой партии СО. Экспериментальные данные по контролю стабильности были получены в течение года методом потенциометрического титрования по ГОСТ 31957-2012 [2].

Установление аттестованных значений показателей состава СО и соответствующих значений относительной расширенной неопределенности при $k=2$ было выполнено по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления в соответствии с МИ 1992-98 [7]. Аттестованное значение общей щелочности было установлено методом потенциометрического титрования до $pH = 4,5$ по ГОСТ 31957-2012 с использованием СО состава натрия углекислого (ГСО 4086-87) для установки титра соляной кислоты. Метрологические характеристики первой партии СО приведены в таблице 1.

Таблица 1. Метрологические характеристики первой партии СО МСВ Щ

Аттестованная характеристика СО, единица величины	Аттестованное значение СО	Относительная расширенная неопределенность аттестованного значения СО при $k=2$, %
Массовая концентрация карбонат-ионов (CO_3^{2-}), мг/дм ³	20,0	3,5
Массовая концентрация нитрат-ионов (NO_3^-) мг/дм ³	20,0	3,5
Массовая концентрация хлорид-ионов (Cl^-), мг/дм ³	25,0	3,5
Массовая концентрация фторид-ионов (F^-), мг/дм ³	0,50	3,5
Массовая концентрация сульфат-ионов (SO_4^{2-}), мг/дм ³	93,1	3,5
Массовая концентрация марганца, мг/дм ³	0,050	3,5
Массовая концентрация железа общего, мг/дм ³	0,200	3,5
Общая щелочность, ммоль/дм ³	0,684	4,5

СО МСВ Щ был внесен в Государственный реестр утвержденных типов СО под номером ГСО 11064-2018.

Первая партия СО была использована при проведении МСИ среди 7 аккредитованных лабораторий по определению концентраций марганца, железа и общей щелочности в природных водах. Результаты МСИ свидетельствуют о хорошей воспроизводимости аттестованных значений массовых концентраций железа, марганца и общей щелочности стандартного образца. Средние значения результатов измерений, полученных участниками проверки, отклоняется от соответствующих аттестованных значений не более чем на 4,5 %, что является практическим подтверждением применимости разработанного СО.

ЛИТЕРАТУРА

1. ISO 9963-1:1994 Water quality – Determination of alkalinity – Part 1: Determination of total and composite alkalinity. Женева: ИСО, 1994. 6 с.
2. ГОСТ 31957-2012 Вода. Методы определения щелочности и массовой концентрации карбонатов и гидрокарбонатов. М.: Стандартинформ, 2013. 25 с.
3. СанПиН 2.1.4.1116-02 Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды, расфасованной в емкости. Контроль качества. М.: Минздрав России. 2002. 40 с.
4. РД 52.24.493-2006 Массовая концентрация гидрокарбонатов и величина щелочности поверхностных вод суши и очищенных сточных вод. Методика выполнения измерений титриметрическим методом. г. Ростов-на-Дону: Росгидромет, 2006. 46 с.
5. РД 52.10.743–2010 Общая щелочность морской воды. Методика измерений титриметрическим методом. М.: Росгидромет, 2010, 21 с.
6. ПНД Ф 14.1:2:3:4.245-2007 Методика измерений свободной и общей щелочности в питьевых, поверхностных, подземных пресных и сточных водах титриметрическим методом (издание 2012 г.). М.: ФБУ «ФЦАО», 2007. 13 с.
7. МИ 1992-98 Метрологическая аттестация стандартных образцов состава веществ и материалов по процедуре приготовления. Основные положения. Екатеринбург: УНИИМ, 1998. 8 с.

РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ В ОБЛАСТИ ЛАБОРАТОРНОЙ МЕДИЦИНЫ. СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ ЭЛЕКТРОЛИТОВ В СЫВОРОТКЕ КРОВИ

Грязских Н.Ю., Ермакова Я.И., Зябликова И.Н., Иванов А. В.

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

Ключевые слова: электролиты, сыворотка крови, референтный метод, лабораторная медицина, биохимический анализ крови, прослеживаемость измерений, атомно-абсорбционный анализ, атомно-эмиссионный анализ

Обмен электролитов - важнейшая составная часть общего метаболизма, направленная на поддержание постоянства внутренней среды организма. Электролитами называются соли, кислоты и основания, которые в водном растворе диссоциируют на положительно заряженные катионы и отрицательные анионы. Основными катионами организма являются натрий, калий, кальций и магний; анионами - хлориды, бикарбонаты, фосфаты и органические кислоты. [2,3]

На сегодняшний момент имеется спектр проблем, связанных с метрологическим обеспечением средств измерений, способных определять концентрацию таких элементов как Ca, Mg, K, Na и др. в сыворотке крови. При рутинных измерениях электролитов (соли, кислоты, основания, которые в водном растворе в большей или меньшей степени распадаются на свободные подвижные ионы) в основном применяется потенциметрический метод. Для потенциметрического анализа электролитов (таких как кальций, магний, калий, магний, литий, хлор) в сыворотке крови применяются анализаторы биохимические, имеющие потенциметрический канал, или анализаторы электролитов. Принцип действия таких анализаторов основан на ион - селективной потенциметрии. Испытания таких средств измерений с целью внесения в государственный реестр средств измерений и дальнейшая их поверка производятся с помощью стандартных образцов утвержденного типа с установленным значением определяемого элемента в воде, однако не исключено влияние матрицы на точность измерений, а также необходимо учитывать погрешность приготовления водных растворов электролитов.

Референтными методами определения электролитов в сыворотке крови являются [1]:

- Пламенная атомно-абсорбционная спектрометрия;
- Пламенная атомно-эмиссионная спектрометрия;
- ИСП- оптико-эмиссионная спектрометрия;
- Ионная хроматография;
- ИСП- масс-спектрометрия;
- Кулонометрия.

Во ФГУП «ВНИИОФИ» разработаны референтные методики определения измерения концентрации кальция, магния, натрия, калия и лития в сыворотке крови, основанные на методах, являющихся референтными в JCTML (объединенный комитет по обеспечению единства измерений в области лабораторной медицины) [1- 4]:

- ФР.1.31.2010.06802 Референтная методика измерения молярной концентрации натрия в сыворотке крови методом атомно-эмиссионной спектрометрии с пламенной атомизацией;
- ФР.1.31.2010.06801 Референтная методика измерения молярной концентрации калия в сыворотке крови методом атомно-эмиссионной спектрометрии с пламенной атомизацией;

- ФР.1.31.2010.06800 Референтная методика измерения молярной концентрации кальция в сыворотке крови методом атомно-абсорбционной спектроскопии с пламенной атомизацией;

- ФР.1.31.2010.09098 Референтная методика измерения магния в сыворотке крови;

- ФР.1.31.2010.09096 Референтная методика измерения молярной концентрации лития в сыворотке крови методом атомно-абсорбционной спектроскопии с пламенной атомизацией.

В настоящее время во ФГУП «ВНИОФИ» ведутся разработки стандартных образцов электролитов в сыворотке крови на основе референтных методов измерений, которые позволяют обеспечить прослеживаемость измерений анализаторов электролитов крови, в т.ч. биохимических с ионоселективным блоком.

В таблицах 1 и 2 представлены полученные в процессе разработки характеристики стандартных образцов содержания калия, кальция и магния в сыворотке крови.

Таблица 1. Диапазон массовой концентрации элемента, в г/дм³ (ммоль/дм³)

Индекс СО	Элемент		
	К	Са	Mg
Уровень 1	0,126 (3,223)	0,102 (2,545)	0,017 (0,699)
Уровень 2	0,197 (5,039)	0,137 (3,418)	0,034 (1,399)

Таблица 2. Расширенная неопределенность аттестованных значений СО, %

Индекс СО	Элемент		
	К	Са	Mg
Уровень 1	0,600	0,600	0,600
Уровень 2	0,604	0,600	0,600

ЛИТЕРАТУРА:

1. www.bipm.org
2. В.В. Меньшиков. Лабораторные методы исследования в клинике. Справочник. - М., 1987. - 368 с.
3. В.С. Камышников Клинико-биохимическая лабораторная диагностика. Справочник. Том 1. Минск, 2002г, Интерпессервис-495 с.
4. Metrologia, 2004, 41, Tech. Suppl., 08003

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ В ОБЛАСТИ ВЕТЕРИНАРИИ

Гуляева А. Ю., Кис И. В., Колячкина С. В., Комаров А. А.

ФГБУ «Всероссийский государственный центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов» (ФГБУ «ВГНКИ»), г. Москва, РФ
e-mail: kanc@vgnki.ru

Ключевые слова: стандартный образец, лекарственное средство, для ветеринарного применения, мониторинг, безопасность пищевой продукции, Таможенный союз

В последние десятилетия наблюдается интенсивное развитие фармацевтической отрасли, что приводит к расширению номенклатуры лекарственных средств (ЛС) для ветеринарного применения, повышению требований к их качеству и методам контроля [1].

Применение лекарственных препаратов с нарушением требований инструкции по их применению, а именно, с несоблюдением доз, кратности применения и путей введения, а также нарушение сроков безопасного использования продукции животного происхождения, зачастую приводит к накоплению остаточных количеств фармакологических активных веществ в продуктах животноводства, что представляет риск для человека при употреблении данной продукции в пищу, а также может являться одной из причин возникновения антибиотикорезистентности.

Обеспечение качества и безопасности пищевой продукции и лекарственных средств для ветеринарного применения, находящихся на потребительском рынке и в обращении на территории РФ, является приоритетной задачей для повышения уровня жизни и роста благосостояния населения.

С этой целью на территории Российской Федерации проводится мониторинг безопасности пищевой продукции, в том числе на содержание остатков лекарственных препаратов согласно требованиям технических регламентов Таможенного союза (далее – ТР ТС), а также мониторинг эффективности и безопасности лекарственных средств для ветеринарного применения.

Осуществление данных функций требует выполнения точных измерений в испытательных лабораториях.

Для проведения исследований преимущественно используют сложные, селективные, высокочувствительные физические и физико-химические методы анализа, реализация которых предусматривает использование стандартных образцов утвержденного типа [1, 3].

Стандартные образцы (СО) являются одним из ключевых средств обеспечения единства, сопоставимости и прослеживаемости результатов измерений. По опыту последних лет отечественные СО фармакологических активных веществ утвержденного типа (ГСО) востребованы в лабораториях Российской Федерации, в том числе в лабораториях Роспотребнадзора, Россельхознадзора, Центрах стандартизации, метрологии и испытаний.

Анализ перечня СО в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов показывает отсутствие достаточного количества ГСО, необходимых в том числе для метрологического обеспечения измерений в части определения показателей безопасности продукции, на которые распространяются технические регламенты; показателей состава и свойств материалов, подлежащих испытаниям в области ветеринарной медицины и др. [2].

В связи с чем на протяжении последних лет в ФГБУ «ВГНКИ» проводятся работы по созданию необходимой номенклатуры отечественных стандартных образцов

антибактериальных веществ утвержденного типа (ГСО) для метрологического обеспечения измерений параметров пищевой продукции и лекарственных средств, характеризующих их безопасность.

В ФГБУ «ВГНКИ», согласно требованиям ГОСТ 8.315, разработаны семь типов стандартных образцов состава антибактериальных веществ. СО прошли процедуру испытаний в целях утверждения типа в соответствии с установленным приказом Минпромторга №1081 порядком и процедурой утверждения типа 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.

Учитывая потребность в СО, в ФГБУ «ВГНКИ» продолжают работы по расширению номенклатуры стандартных образцов антибактериальных веществ утверждённого типа.

ЛИТЕРАТУРА

1. Леонтьев Д. А. Фармацевтические стандартные образцы // Аналитическая химия в создании, стандартизации и контроле качества лекарственных средств: в 3 томах на русском языке / Под ред. Члена-корр. НАН Украины Георгиевского В. П. – Харьков: изд. НТМТ, 2012. – Т. 3. С. 1064-1118.
2. Осинцева Е.В. Тенденции и перспективы развития номенклатуры стандартных образцов в Российской Федерации // Стандартные образцы в измерениях и технологиях: сб. тр. II-й Международной научной конференции. – Екатеринбург: изд. ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии», 2015. С. 68 – 70.
3. Федеральный закон от 26.06.2008 №102-ФЗ (ред. от 13.07.2015) «Об обеспечении единства измерений».
4. ГОСТ 8.315-97 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения, М.: Стандартиформ, 2008. 28 с.
5. Приказ Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 30 ноября 2009 г. № 1081 (ред. от 25.06.2013) «Об утверждении Порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, Порядка утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений, Порядка выдачи свидетельств об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, установления и изменения срока действия указанных свидетельств и интервала между поверками средств измерений, требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений и порядка их нанесения».

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ СОСТАВА И СВОЙСТВ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПАРАМЕТРОВ КАЧЕСТВА НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТОВ

Демьянов А. А., Неклюдова А. А.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева»
(ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), г. Санкт-Петербург, РФ
О-3983-2018, e-mail: A.A.Demyanov@vniim.ru
О-3887-2018, e-mail: A.A.Tsurko@vniim.ru

Ключевые слова: единство измерений, эталонные материалы ВНИИМ, стандартные образцы, Государственный первичный эталон, вязкость, плотность

Единство измерений состава и свойств веществ и материалов обеспечивается использованием стандартных образцов.

Эталонные материалы ВНИИМ (англ. – VNIIM standard materials) – обобщенное наименование продукции метрологического назначения в виде веществ и материалов, разработанной и выпускаемой ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» под зарегистрированным логотипом [1].

Для обеспечения качества выпускаемых эталонных материалов ВНИИМ в институте внедрена система менеджмента, соответствующая требованиям ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий» и Руководству ИСО 34:2009 «Общие требования к компетентности производителей стандартных образцов».

Научно-исследовательская лаборатория государственных эталонов и научных исследований в области обеспечения единства измерений вязкости и плотности ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» (НИЛ 2302) является хранителем Государственного первичного эталона единицы кинематической вязкости жидкости (ГЭТ 17-96) и Государственного первичного эталона единицы плотности (ГЭТ 18-2014).

История становления лаборатории берет своё начало со времени основания Главной палаты мер и весов в городе Санкт-Петербурге. Ещё первый руководитель данного учреждения проводил фундаментальные исследования плотности воды, воздуха, ртути, а его последователями стали: Д.И. Менделеев, Б.М. Коллович, М.Д. Иппиц. Первые публикации, относящиеся к деятельности лаборатории датируются 1924 годом.

Вопросами измерения вязкости во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» стали усиленно заниматься с 1938 г. За прошедшие годы выполнены исследования, позволяющие установить единство измерений вязкости в Российской Федерации. Это единство обеспечено разработкой и внедрением в практику эталонных, образцовых и рабочих вискозиметров.

С конца 90-х годов, наряду с созданием и совершенствованием эталонов, в лаборатории проводятся научно-исследовательские работы, направленные на разработку стандартных образцов параметров качества нефти и нефтепродуктов. К настоящему времени лаборатория выпускает 12 видов (105 типов образцов), представленные в таблице 1, которые применяются в системе обеспечения единства измерений для:

- передачи единиц величин от государственных первичных эталонов рабочим эталонам в соответствии с поверочными схемами;
- для градуировки и калибровки средств измерений;
- для контроля метрологических характеристик средств измерений при их поверке и испытаниях, в том числе при испытаниях в целях утверждения типа;
- для оценивания и контроля точности измерений, выполняемых по методикам



Рис. 1. Общий вид стандартных образцов, выпускаемых ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

измерений, при их разработке, аттестации и применении;

- для аттестации испытательного оборудования;
- для контроля качества проведения измерений (испытаний, анализов) при аккредитации лабораторий и при инспекционном контроле за их деятельностью [1, 2].

Стандартные образцы (рис. 1), выпускаемые лабораторией, опираются на эталонную базу ВНИИМ, являются носителями достоверной информации о физико-химических свойствах и составе различных контролируемых веществ, таких как вязкость, плотность, абсолютное давление насыщенных паров, массовая доля воды в нефти и нефтепродуктах и др.

Таблица 1. Перечень видов стандартных образцов, выпускаемых Научно-исследовательской лабораторией государственных эталонов в области измерений плотности и вязкости жидкостей

Наименование	Обозначение	Количество типов
Стандартные образцы вязкости жидкости	ГСО РЭВ	21
Стандартные образцы плотности	ГСО РЭП	15
Стандартные образцы абсолютного давления насыщенных паров нефтепродуктов	ГСО АДНП	6
Стандартные образцы содержания хлористых солей в нефти и нефтепродуктах	ГСО ХСН-ВНИИМ	6
Стандартные образцы массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах	ГСО СН-ВНИИМ	15
Стандартные образцы содержания микропримесей серы в нефтепродуктах	ГСО ССН-ВНИИМ	6
Стандартные образцы массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах	ГСО МСН-ВНИИМ	10
Стандартные образцы температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле	ГСО ТВЗТ-ВНИИМ	5
Стандартные образцы температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле	ГСО ТВОТ-ВНИИМ	2
Стандартные образцы массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах	ГСО МПН-ВНИИМ	8
Стандартные образцы массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах	ГСО ВН-ВНИИМ	10
Стандартные образцы массовой доли воды в органической жидкости	ГСО ВФ-ВНИИМ	1

ЛИТЕРАТУРА

1. Каталог «Стандартные образцы нефти и нефтепродуктов ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». СПб, 2018.
2. Сайт научно-исследовательской лаборатории государственных эталонов в области измерений плотности и вязкости жидкостей [сайт]. URL: www.lab2302.ru.

ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ ФГУП «ВНИИФТРИ» В СФЕРЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ

Добровольский В. И., Оганян Н. Г., Прокунин С.В.

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

Ключевые слова: эталон, рН, рХ, стандарт-титр, буферный раствор, стандартный образец, утверждение типа, калибровка, поверка, аттестация методик измерений, аттестация чистых помещений, производство стандартных образцов и мер

Согласно области аккредитации ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений» (ВНИИФТРИ) в сфере физико-химических измерений НИО-6 предоставляет услуги по испытаниям средств измерений и стандартных образцов с целью утверждения типа, поверке /калибровке средств измерений (СИ), аттестации методик измерений, аттестации чистых помещений и др. Активно принимает участие в работах Технических комитетов, Подкомитетов и Рабочих групп Росстандарта, межгосударственных, региональных и международных организаций.

Кроме того, в НИО-6 ведутся научные исследования по обеспечению передачи единиц от государственных первичных эталонов другим эталонам и средствам измерений в закреплённой за ВНИИФТРИ сфере.

Как известно, средства измерений водородного показателя (рН) по их количеству и типам занимают одно из первых мест среди анализаторов жидкости. Только в Российской Федерации количество приборов для определения рН насчитывается более одного миллиона. Определение водородного показателя (рН) является на сегодняшний день самым востребованным методом контроля состава водных растворов и других жидких сред. Водородный показатель является важнейшей физико-химической характеристикой, определяющей основные кислотно-щелочные свойства растворов. Эти измерения задействованы практически во всех сферах деятельности человека.

Следует отметить, что ФГУП «ВНИИФТРИ» является головным российским институтом в области измерений показателя рН активности ионов водорода и показателей активности рХ ионов в водных растворах. Во главе Государственной поверочной схемы для средств измерений рН находится государственный первичный эталон рН ГЭТ 54-2011 [1].

В настоящее время на базе НИО-6 налажен выпуск стандарт-титров 1-го и 2-ого разрядов, для приготовления буферных растворов, а также буферные растворы 2-го разряда с целью воспроизведения и передачи единицы рН (1-12) от Государственного первичного эталона рабочим эталонам и средствам измерений в данной области. Вся продукция прошла испытания с целью утверждения типа, внесена в Государственный реестр средств измерений и является допущенной к применению на территории Российской Федерации.

Во главе Государственной поверочной схемы для средств измерений электрохимическими методами ионного состава водных растворов (средств измерений рХ) находится Государственный первичный эталон рХ ГЭТ 171-2011 [2].

Нужно отметить, что ФГУП «ВНИИФТРИ» единственная в России организация, выпускающая моноэлементные растворы – рабочие эталоны активности ионов Na^+ , K^+ , F^- , Cl^- , Br^- , I^- , NO_3^- в водных средах.

Однако, институт не остановился на достигнутом и продолжает свою работу по расширению перечня предоставляемых единиц рН и рХ путем научных исследований, ключевых и пилотных сличений с ведущими мировыми метрологическими институтами, специализирующимися в данной области измерений.

В настоящее время, благодаря успешному участию нового государственного первичного эталона массовой доли и массовой (мольной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах ГЭТ 217-2018 в международных сличениях в рамках МБМВ (IAWG CCQM VIRM), в НИО-6 ведутся исследования по разработке и производству стандартных образцов

ионов тяжелых металлов в водных растворах для передачи единицы высокоточным средствам измерений в данной области [3].

Также, в настоящем ведутся международные пилотные сличения в рамках МБМВ усовершенствованного эталона единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов ГЭТ-163 в области измерений наночастиц. При положительном участии ГЭТ-163 в сличениях в НИО-6 начнутся работы по разработке способов получения образцов микро- и нано-частиц в различных матрицах.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ 8.120-2014 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Государственная поверочная схема для средств измерений pH.
2. ГОСТ Р 8.641-2013 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Государственная поверочная схема для средств измерений электрохимическими методами ионного состава водных растворов (средств измерений рХ).
3. Metrologia, 2018, 55, Tech. Suppl., 08002

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

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

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

Ключевые слова: международное сличение, государственный первичный эталон, физико-химическое измерение, рН, рХ, масс-спектрометрия, измерительная и калибровочная возможность, стандарт-титр, буферный раствор, стандартный образец

Научно-исследовательское отделение физико-химических и электрических измерений ФГУП «ВНИИФТРИ» (НИО-6) является держателем 6 государственных первичных эталонов и принимает активное участие в международных и региональных сличениях с целью поддержания эталонной базы и обеспечения единства измерений в России в области физико-химических измерений на уровне современных международных требований.

На сегодняшний день, из имеющихся на базе НИО-6 шести государственных первичных эталона, три:

- государственный первичный эталон показателя рН активности ионов водорода в водных растворах (ГЭТ 54-2011);
 - государственный первичный эталон показателей рХ активности ионов в водных растворах (ГЭТ 171-2011);
 - государственный первичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектральных методов (ГЭТ 217-2018), продемонстрировали себя в международных ключевых, дополнительных и пилотных сличениях на уровне лидирующих и всемирно известных в данной области измерений институтов:
- ✓ CCQM-K48-2014. Ключевые сличения. Определение чистоты хлорида калия [1];
 - ✓ CCQM-P152-2014. Пилотные сличения. Кислотность фталатного буфера в смеси вода/этанол (массовая доля 50%). Отчет А;
 - ✓ CCQM-K99-2015. Ключевые сличения по рН с неизвестным фосфатным буфером [2];
 - ✓ ARMP.QM-K91-2016. Ключевые сличения в рамках ARMP по измерению рН фталатного буфера [3];
 - ✓ CCQM-K18-2016. Ключевые сличения по рН карбонатного буфера. Проект;
 - ✓ CCQM-K19-20XX. Ключевые сличения по боратному буферу. Проект;
 - ✓ SIM.QM-S7-2015. Дополнительные сличения. Остаточные количества металлов в питьевой воде [4];
 - ✓ ARMP.QM-S10-2016. Дополнительные сличения. Элементы в пищевых добавках. Отчет А;
 - ✓ EURAMET.QM-S11-2017. Дополнительные сличения. Элементы в речной воде. Отчет А;
 - ✓ CCQM-K128-2017. Ключевые сличения. Измерения тяжелых металлов и органического олова в порошке кожи. Отчет Б;
 - ✓ CCQM-K145-2018 Ключевые сличения. Токсические и основные элементы в печени крупного рогатого скота. Обработка результатов;
 - ✓ CCQM-K155 – 2019. Элементы в морской воде. Проект.

Усовершенствованный в 2015-2017 гг. государственный первичный эталон единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов ГЭТ 163, уже в 2017 году активно подключился к международным сличениям и планирует участвовать в двух

проектах в рамках Рабочих групп по газовому и неорганическому анализам Консультативного комитета по количеству веществ МБМВ (GAWG and IAWG of CCQM VIPM).

Государственный первичный эталон единиц объёмной плотности электрического заряда ионизированного воздуха и счётной концентрации аэроионов (ГЭТ 177-2010) и Государственный первичный эталон единицы массовой концентрации кислорода и водорода в жидких средах (ГЭТ 212-2014) выступили координаторами тем в региональных сличениях в рамках КООМЕТ.

На сегодня на базе НИО-6 налажено производство стандарт титров 1-ого и 2-ого разрядов, буферных растворов 2-ого разряда, стандарт-титров ОВП, мер кислотности, рабочих эталонов активности ионов в водных растворах. Благодаря подтверждению своих измерительных возможностей на международном уровне (6 СМС-строк в базе данных KCDB VIPM-база данных МБМВ о калибровочных и измерительных возможностях национальных (государственных) институтов), ФГУП «ВНИИФТРИ» с уверенностью может заявить о высоком качестве выпускаемой продукции.

В результате положительного участия ГЭТ 217-2018 в международном дополнительном сличении SIM.QM-S7 «Остаточные количества металлов в питьевой воде», в 2018 году ФГУП «ВНИИФТРИ» получил 4 новые строки по определению массовой доли остаточных количеств металлов в питьевой воде с соответствующими неопределенностями измерений, при уровне доверия 95 % и коэффициенте охвата 2:

- Cu (медь) 1-100 мкг/кг, с расширенной неопределенностью 0,11-8 мкг/кг;
- St (Стронций) 1-100 мкг/кг, с расширенной неопределенностью 0,05-3,5 мкг/кг;
- Pb (Свинец) 0,1-100 мкг/кг, с расширенной неопределенностью 0,015-10 мкг/кг;
- Na (Натрий) 0,5-50 мг/кг, с расширенной неопределенностью 0,035-2,5 мг/кг;

Полученное признание измерительных возможностей ГЭТ 217-2018 в указанных диапазонах с указанными неопределенностями позволит лаборатории наладить производство сравнительно недорогих отечественных стандартных образцов металлов меди, стронция, свинца и натрия в водных растворах, прослеживаемых к СМС-строкам и имеющих характеристики, не уступающие зарубежным аналогам.

ЛИТЕРАТУРА

1. Metrologia, 2016, 53, Tech. Suppl., 08012
2. CCQM-K99 Final Report, 18 pp., Chemistry and Biology, list of comparison, KCDB, VIPM.
3. Metrologia, 2017, 54, Tech. Suppl., 08002
4. Metrologia, 2018, 55, Tech. Suppl., 08002

РАЗРАБОТКА ЧУВСТВИТЕЛЬНЫХ ПЛЁНОЧНЫХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ПОГЛОЩЕННОЙ ДОЗЫ ДЛЯ ДИАПАЗОНА 50 - 1000 ГР

Емельяненко И. А., Тенишев В. П.

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

Ключевые слова: радиационные технологии, радиационно-технологическая установка, ионизирующее излучение, мощность поглощенной дозы (МПД), поглощенная доза (ПД), безопасность продукции, стерилизация, пищевая продукция, радиационная стойкость, дозиметрия, аттестованный стандартный образец поглощенной дозы (АСО ПД), технологический регламент, постэффект, термическая выдержка

В радиационных технологиях при обработке ионизирующим излучением изделий технологическая цель (например, стерилизация медицинских изделий, радиационная обработка пищевых и сельскохозяйственных продуктов с повышением до требуемого уровня их безопасность и качество, радиационная стойкость изделий электронной промышленности, радиационная сшивка полимерной продукции, в нанотехнологии и т.д.) может быть достигнута при правильной настройке параметров радиационно-технологической установки (РТУ) (энергия, скорость конвейера, ориентация продукции относительно источника ИИ и т.п.). Эта задача решается путем надлежащей дозиметрии [1-8], т.е. измерения поглощенной дозы с составлением карты ПД во всем объеме облучаемой продукции и последующей установкой соответствующих параметров РТУ исходя из дозиметрических данных. При этом диапазон поглощенных доз в изделии должен лежать в пределах нормативных требований [9], прописанных в технологическом регламенте облучения соответствующего изделия по требованиям обеспечения безопасности продукции для потребителя.

В настоящее время для дозиметрического контроля РТУ по поглощенной дозе в радиационных технологиях РФ используются разработанные во ФГУП «ВНИИФТРИ» аттестованные стандартные образцы (АСО) утвержденного типа на основе радиационно-чувствительных плёнок (ПОР). Эти средства обеспечены прослеживаемостью к государственному первичному специальному эталону ГЭТ 209 – 2014 [10], хранящему единицу мощности поглощенной дозы (МПД) и позволяют в измерение поглощённых доз в диапазоне от 1 кГр до 200 кГр с надлежащими метрологическими характеристиками. Однако этот диапазон ПД недостаточен для проведения дозиметрии при обработке радиационным способом продукции пищевой и сельскохозяйственной продукции. Здесь диапазон ПД в зависимости от технологической цели лежит в пределах от десятков Грей до нескольких десятков кГрей⁶, что ставит задачу разработки новых дозиметрических систем с повышенной чувствительностью для измерения поглощенной дозы высокоинтенсивного ионизирующего излучения в диапазоне 50 – 1000 Грей.

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

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

где:

- D_{min} - минимальное значение поглощенной дозы, при котором еще может быть достигнута технологическая цель при облучении изделий;

- D_{irrad} - спектр поглощенной дозы в продукции, установленный в результате картирования дозы;

- D_{max} - наибольшее значение поглощенной дозы, при котором наступает изменение физических и технических свойств изделия в результате воздействия ионизирующего излучения. Вследствие таких ограничений поглощенной дозы в продукции и возникает необходимость строго использовать при дозиметрии в радиационных технологиях дозиметрические системы с установленными метрологическими характеристиками, прослеживаемыми к национальному эталону [1-8].

Опыт работы ФГУП «ВНИИФТРИ» по дозиметрии при стерилизации медицинских изделий [9] на РТУ с электронными ускорителями, радионуклидными источниками и тормозным (bremsstrahlung) излучением показывает, что дозиметрия пленочными АСО наиболее практична в РТ вследствие простоты измерений, доступности и дешевизны таких стандартных образцов.

Проведены исследования по расширению диапазона измерения ПД посредством существующих СО утвержденного типа (СО ПД(Э)-1/10, диапазон 1-10 кГрей, СО ПД(Ф)-5/50, 5 – 50 кГрей, СО ПД(Ф)-30/200). Показано, что стандартные образцы утвержденного типа, при определенных условиях, позволяют также обеспечить хранение и передачу единицы поглощенной дозы от государственного эталона потребителю в диапазоне ПД от 100 Грей и выше с погрешностью не хуже 5%, что вполне достаточно не только для использования их в качестве рабочих измерительных дозиметров, но и для калибровки измерительной аппаратуры по ПД, что обеспечит прослеживаемость измерений ПД потребителей к Государственному эталону, тем самым обеспечивая единство измерений в радиационных технологиях в РФ.

Проводилась поисковая работа. Исследовались характеристики радиационной чувствительности композиций на основе родамина С и различных типов азокрасителей (диметиламинобензол) с целью созданию новых стандартных образцов для хранения и передачи единицы поглощенной дозы для диапазона 50- 1000 Грей с измерительными функциями. Облучение экспериментальных плёнок проводилось на Государственном первичном специальном эталоне единицы мощности поглощённой дозы интенсивного фотонного, электронного и бета-излучения для радиационных технологий (ГЭТ 209-2014). Измерение оптической плотности проводилось на спектрофотометре SPECORD 210 Plus. В работе исследовалась спектральная зависимость оптической плотности облучённых плёнок относительно необлучённой плёнки от величины поглощённой дозы. Определены оптимальные метрологические характеристики исследуемых объектов. Исследовались плёнки с различной концентрацией радиационно-чувствительных компонент и в зависимости от толщины этого слоя.

Показано, что композиция с радиационно-чувствительным красителем «родамин С» может быть рассмотрен в качестве стандартного образца поглощенной дозы в диапазоне 100 – 10000 Грей.

Исследовалось изменение со временем (постэффект) наведенной ионизирующим излучением оптической плотности в СО в результате тепловой обработки. С этой целью радиационно-чувствительные пленки после облучения с различными дозами выдерживались в печи с регулируемой температурой. Из измерений поглощенной дозы с термической выдержкой и без, следует, что после термической обработки в диапазоне температур от 60 °С до 90 °С в течении от 10 до 30 минут постэффект значительно снижается без ухудшения

дозиметрических и метрологических характеристик как стандартных образцов поглощенной дозы утвержденного типа так и новых радиационно-чувствительных материалов на основе родамина С и аминокислот.

ЛИТЕРАТУРА

1. ISO 11137-1:2006[E] Sterilization of health care products — Radiation — Part 1: Requirements for development, validation and routine control of a sterilization process for medical devices.
2. ГОСТ ISO 11137-1-2011. Стерилизация медицинской продукции. Радиационная стерилизация. Часть 1. Требования к разработке, валидации и текущему контролю процесса стерилизации медицинских изделий. М.: Стандартинформ, 2013.36 с.
3. ISO 11137-3:2006(en). Sterilization of health care products — Radiation — Part 3: Guidance on dosimetric aspects

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

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

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

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

Стандартный образец – материал, достаточно однородный и стабильный в отношении определенных свойств для того, чтобы использовать его при измерении или при оценивании качественных и количественных свойств различных материалов в соответствии с предполагаемым назначением [2]. Стандартные образцы являются важнейшим средством обеспечения качественного и количественного химического анализа. Их используют для калибровки, поверки и испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа, аттестации и разработки методик измерений и референтных методик, оценки статистических характеристик измерительного процесса, внутрилабораторного контроля качества, внешней оценки качества и т.д.

ФГУП «ВНИИОФИ» является разработчиком и хранителем Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов (ГЭТ 196-2015). На эталоне ГЭТ 196-2015 производятся испытания в целях разработки референтных методик [1] и аттестации государственных стандартных образцов для таких приоритетных областей российской промышленности как авиастроение, машиностроение, металлургия цветная и черная и т.д. [3].

В связи с повышающимися требованиями к качеству производимой предприятиями данных областей промышленности продукции, эталон также должен обеспечивать повышенную точность воспроизведения и передачи единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Поскольку методы, реализованные в ГЭТ 196-2015, являются косвенными, то они требуют применения стандартных образцов утвержденных типов для калибровки установок, входящих в состав эталона. Одним из сильно влияющих на расширенную неопределенность измерений факторов является неопределенность аттестованного значения единиц стандартных образцов. Для задач, поставленных перед ФГУП «ВНИИОФИ», точность ГСО, предлагаемых на российском рынке является неудовлетворительной.

Для решения актуальной проблемы по уменьшению вклада неопределенности ГСО в расширенную неопределенность измерений эталона ГЭТ 196-2015 во ФГУП «ВНИИОФИ» были разработаны и произведены ГСО состава ионов металлов (алюминий, магний, никель, титан, индий) с требуемыми характеристиками. Данные металлы были выбраны как наиболее распространенные элементы, присутствующие в матрицах основных авиационных сплавов. Индий также широко применяется в спектральном анализе в роли внутреннего стандарта.

Метрологические характеристики разрабатываемых ГСО состава водных растворов металлов приведены в таблице 1.

Таблица 1. Метрологические характеристики ГСО ионов металлов

Название ГСО	Метрологические характеристики	
	массовая концентрация ионов, г/дм ³	расширенная неопределенность аттестованного значения при коэффициенте охвата k=2, %
Стандартный образец состава раствора ионов никеля	0,95-1,06	не более 0,8
Стандартный образец состава раствора ионов алюминия	0,95-1,06	не более 0,8
Стандартный образец состава раствора ионов индия	0,95-1,06	не более 0,8
Стандартный образец состава раствора ионов магния	0,95-1,06	не более 0,8
Стандартный образец состава раствора ионов титана	0,95-1,06	не более 0,8

ЛИТЕРАТУРА

1. www.bipm.org (дата обращения: 20.06.2018)
2. Международный словарь по метрологии: основные и общие понятия и соответствующие термины: пер. с англ. и фр./ Всерос. науч. - исслед. ин-т метрологии им. Д. И. Менделеева, Белорус. гос. ин-т метрологии. Изд. 2-е, испр. – СПб.: НПО «Профессионал», 2010. 84 с.
3. Луценко А.Н., Летов А.Ф., Карачевцев Ф.Н. Проблемные вопросы разработки стандартных образцов состава и свойств материалов авиационного назначения // Стандартные образцы. 2016. № 4. С. 31-39.

ОЦЕНКА ЭФФЕКТИВНОСТИ КОРРЕКТИРУЮЩИХ ДЕЙСТВИЙ В ЛАБОРАТОРИИ НЕРАЗРУШАЮЩЕГО КОНТРОЛЯ

Забелина А. А., Толмачев В. В.

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

Ключевые слова: корректирующие действия, образец для контроля качества, эффективность, неразрушающий контроль, меры, аттестованная характеристика, контроль качества

Согласно требованиям [1] испытательная лаборатория (далее по тексту – ИЛ) должна располагать процедурами управления качеством с тем, чтобы контролировать достоверность проведенных испытаний. Данные контроля качества должны анализироваться. При выявлении случаев отклонения от заранее установленного значения (критерия) должны быть предприняты спланированные корректирующие действия, то есть в ИЛ должна быть разработана процедура корректирующих действий. Процедура корректирующих действий должна включать в себя: анализ причин, выбор и принятие корректирующих действий, контроль результативности корректирующих действий.

Для лабораторий, участвовавших в МСИ лаборатории 265 ФГУП «УНИИМ» разработана документированная процедура по оценке эффективности корректирующих действий с использованием образца для контроля качества (далее по тексту ОК) в лаборатории неразрушающего контроля.

ОК представляет собой трубное стыковое сварное соединение, выполненное из углеродистой стали методом ручной дуговой сварки, диаметром 159 мм, толщиной стенки 8 мм и длиной 200 мм, метрологические характеристики ОК приведены в таблице 1. Способ установления аттестованного значения – межлабораторная аттестация по [3].

Таблица 1. Метрологические характеристики ОК

Аттестованная характеристика	Аттестованное значение, мм	Границы абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95, \pm\Delta$, мм
Расстояние от контрольной точки до дефекта с максимальным эхо-сигналом от дефекта 1.	115,63	4,27
Глубина залегания дефекта 1	6,63	1,05
Условная протяженность дефекта 1	16,64	4,6
Расстояние от контрольной точки до дефекта с максимальным эхо-сигналом от дефекта 2.	333,38	6,84
Глубина залегания дефекта 2	6,60	0,75
Условная протяженность дефекта 2	12,32	0,89

Схема процесса оценки эффективности корректирующих действий приведена на рисунке 1.

Сформирован перечень причин возникновения несоответствующего результата измерений:

- причины, связанные с оператором;
- причины, связанные со средством измерения (далее по тексту – СИ);
- причины, связанные с ультразвуковым пьезоэлектрическим преобразователем (далее по тексту - ПЭП);
- причины, связанные с методикой измерений (далее по тексту – МВИ);



Рис. 1. Схема процесса оценки эффективности корректирующих действий в лаборатории неразрушающего контроля

- причины, связанные с ОК;
- причины, связанные с условиями измерений.

Проведен анализ причин из перечня исключены:

- причины, связанные с МВИ, так как МВИ является единой для применения в лаборатории.
- причины, связанные с ОК, так как ОК существует в единственном экземпляре.
- причины, связанные с условиями измерений, так как условия измерений прописаны в МВИ и контроль за соблюдением условий является неотъемлемой частью МВИ.

Разработан план трехфакторного эксперимента, позволяющий оценить влияние каждой из причин возникновения несоответствующего результата измерений. Суть эксперимента заключается в том, что каждый из трех операторов проводит измерение тремя СИ, последовательно подключая к каждому из СИ три ПЭП. Приведен алгоритм обработки результатов методом дисперсий, согласно [2]. Наиболее влияющей признается причина, с наибольшей величиной оценки дисперсии, S .

Установлены типичные меры для каждой из причин возникновения несоответствующего результата измерений.

Предложена методика оценки эффективности корректирующих действий. Принятые меры по устранению несоответствий считаются эффективными, если после проведения повторного измерения выполняется неравенство $|X - C| \leq \Delta_{\text{г}}$, где X – результат измерения, C – приписанное значение контрольного образца, $\Delta_{\text{г}}$ – значение интервальной оценки показателя точности результатов измерения, установленное при реализации методики в лаборатории и закрепленное протоколом лаборатории.

Разработана форма плана-отчета о выполнении корректирующих действий, включающая в себя указание причин возникновения несоответствующего результата измерений со степенью их влияния, типичные меры для каждой из причин, результаты оценки эффективности корректирующих действий.

Разработанная документированная процедура является приложением к Инструкции по применению ОК.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: Стандартиформ, 2013. 70 с.
2. ГОСТ Р 51814.5-2005 Системы менеджмента качества в автомобилестроении. Анализ измерительных и контрольных процессов. М.: Стандартиформ, 2005. 50 с.
3. ГОСТ 8.532-2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержание и порядок проведения работ. М.: Стандартиформ, 2008. 12 с.

РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА МАССОВОЙ ДОЛИ ВОДОРОДА В ГИДРИДЕ ТИТАНА

Засухин А.С., Собина Е. П., Мигаль П. В.

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

Ключевые слова: стандартный образец, гидрид титана, массовая доля, водород, восстановительное плавление в потоке инертного газа, научные исследования, металлургия, ядерно-энергетическая установка

Гидрид титана (II) имеет достаточно широкое применение в промышленности: он используется как порообразователь для изготовления пенометаллов, как источник чистого водорода; как катализатор в реакциях гидрирования органических соединений; находит применение в пиротехнике для получения белого цвета свечения; добавляется во флюсы для пайки металла с керамикой [1-3]. Одной из важных сфер применения гидрида титана (II) в промышленности является его использование в конструкциях биологической защиты от радиоактивного (нейтронного) излучения, например, на ядерно-энергетических установках нового поколения и радиологических кабинетов [4]. Значимым обстоятельством является тот факт, что гидрид титана (II) стехиометрического состава устойчив только под давлением водорода в 1 атм. и температуре 400 °С. При нормальных условиях соединение имеет состав $TiH_{1,8}$ – $TiH_{1,99}$, т.е. имеет разное содержание водорода, что непосредственно сказывается на свойствах выпускаемого материала.

Все вышеописанное, а также отсутствие стандартного образца (СО) утвержденного типа состава гидрида титана, обуславливает необходимость метрологического обеспечения измерений массовой доли водорода в гидриде титана.

В рамках настоящей работы проведена разработка СО массовой доли водорода в гидриде титана. Назначением СО являются: аттестация методик измерений и контроль точности результатов измерений массовой доли водорода в гидридах металлов методом восстановительного плавления в потоке инертного газа; градуировка средств измерений (СИ), предназначенных для измерения массовой доли водорода в гидридах металлов методом восстановительного плавления в потоке инертного газа; поверка и (или) калибровка СИ при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в методиках поверки и (или) калибровки соответствующих СИ; контроль метрологических характеристик СИ при проведении испытаний, в том числе в целях утверждения типа.

Областями применения СО являются: научные исследования, металлургия, атомная энергетика и промышленность, испытания и контроль качества продукции.

В качестве материала СО при проведении испытаний в целях утверждения типа и выпуске первой партии использовалась дробь гидрида титана производства ФГУП «ПО «Маяк» крупностью от 50 мкм до 2 мм. Материал был тщательно очищен и расфасован по 10 г в пластиковые флаконы с крышками.

Исследование однородности и стабильности материала СО проведены с учетом положений ГОСТ ISO Guide 35-2015 [5] и РМГ 93-2015 [6]. Измерения при определении метрологических характеристик СО проведены в соответствии с М 251.1-2017 «Методика измерений массовой доли водорода в гидриде титана методом восстановительного плавления в потоке инертного газа» (Свидетельство об аттестации № 251.0310/RA.RU.311866/2017 от 04.09.2017, выдано ФГУП «УНИИМ»).

Установление аттестованного значения массовой доли водорода в гидриде титана, а также стандартной неопределенности от способа определения аттестованного значения СО и суммарного среднего квадратического отклонения от способа определения аттестованного значения СО проведено с учетом положений ГОСТ ISO Guide 35-2015 и РМГ 93-2015.

Полученные метрологические характеристики СО (партия 1) приведены в таблице 1.

Таблица 1. Метрологические характеристики СО

Аттестованная характеристика	Аттестованное значение	Границы относительной погрешности аттестованного значения при $P = 0,95$, %	Относительная расширенная неопределенность аттестованного значения при $k = 2$ и $P = 0,95$, %
Массовая доля водорода, %	3,6	$\pm 2,2$	2,2

По итогам проведенных работ разработан стандартный образец массовой доли водорода в гидриде титана. СО внесен в Государственный реестр утвержденных типов СО под номером ГСО 11021–2018.

ЛИТЕРАТУРА

1. Лучинский Г. П. Химия титана. М.: Химия, 1971. 472 с.
2. Андриевский Р. А. Материаловедение гидридов. М.: Металлургия, 1986. 128 с.
3. Устинов В. С., Олесов Ю. Г., Антипин Л. Н., Дрозденко В. А. Порошковая металлургия титана. М.: Металлургия, 1973. 248 с.
4. Использование гидридсодержащих композитов для защиты ядерных реакторов от нейтронного излучения / А.В. Ястребинская [и др.] // Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований. 2015. № 12 (часть 6). С. 987-990
5. ГОСТ ISO Guide 35–2015 Стандартные образцы – Общие и статистические принципы сертификации (аттестации). М.: Стандартиформ, 2016. 61 с.
6. РМГ 93-2015 ГСИ. Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов. М.: Стандартиформ, 2016. 32 с.

ОПЫТ УЧАСТИЯ АККРЕДИТОВАННОЙ ЛАБОРАТОРИИ В МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЯХ

Зеленкова А.В., Прокопьева С.В., Ступакова Е.В.

АО «Иркутский научно-исследовательский институт благородных и редких металлов и алмазов»
(АО «Иргиредмет»), г. Иркутск, РФ
e-mail: av@irgiredmet.ru

Ключевые слова: межлабораторные сравнительные испытания, провайдер, оценка участия, аккредитация, аккредитованное лицо, область аккредитации, горная порода, руда золотосодержащая, руда полиметаллическая, массовая доля, определяемый элемент, определяемый компонент

Согласно п. 5.9 ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2009 [1], п. 23.11 и 23.11.1 Критериев аккредитации [2] испытательная лаборатория должна участвовать в межлабораторных сравнительных испытаниях (далее – МСИ) для наличия независимой оценки достоверности результатов измерений лаборатории. Испытательный аналитический центр (далее – Центр) АО «Иргиредмет» аккредитован как испытательная лаборатория с 1994 г. и за прошедшее время накопил большой опыт участия в МСИ как отечественных, так и зарубежных провайдеров. И если 20-25 лет назад выбор программ и провайдеров, соответствующих профилю Центра, был крайне ограничен, то на настоящее время ситуация совсем иная.

Начиная с 2012 г. для ежегодного охвата всей области аккредитации количество программ МСИ, в которых Центр принимал участие, доходило до 21. В 2016 г. была утверждена «Политика Росаккредитации в отношении проверки квалификации путем проведения межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний», которая регламентировала участие в МСИ по каждому методу испытаний, внесенному в область аккредитации, аккредитованного лица не реже одного раза в пять лет. Таким образом, Центр сократил количество программ МСИ, в которых принимает участие ежегодно. В 2017 году принял участие уже в семи программах. На 2018 год запланировано шесть программ.

Центр регулярно принимает участие в программах МСИ зарубежных (ROCKLABS Ltd (Новая Зеландия) и Geostats Pty Ltd (Австралия)), а также российских провайдеров (ФГБУ «ВИМС», ООО «НТЦ «МинСтандарт», ФГУП «УНИИМ», ФГБУ «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», АО «ЕЗ ОЦМ» и др.).

С 2013 по 2018 гг. при участии в МСИ Центр анализировал следующие объекты: горные породы; различные руды и продукты переработки руды; угли активированные золотосодержащие; золото лигатурное. В представленных объектах определяли массовую долю SiO_2 , Na_2O , MgO , Al_2O_3 , P_2O_5 , K_2O , CaO , TiO_2 , MnO , Au , Ag , Pt , Pd , $\text{S}_{\text{общ}}$, As , Cu , Pb , Zn , Ni , Co , Fe , Cd , $\text{C}_{\text{общ}}$, V , Cr , Rb , Sr , Y , Zr , Mo , Sn , Sb , Ba , Bi , Ce , La , Ga , Cs , Th , U и другие следующими методами измерений: пробирным (гравиметрическим, атомно-абсорбционным или атомно-эмиссионным с индуктивно связанной плазмой окончанием); рентгенофлуоресцентным, атомно-абсорбционным, атомно-эмиссионным с индуктивно связанной плазмой, масс-спектральным с индуктивно связанной плазмой; ИК-абсорбцией; гравиметрией и титриметрией. Измерения проводили как по методикам, внесенным в область аккредитации Центра (разработанные АО «Иргиредмет», ФГБУ «ВИМС», стандартизованные методики), так и только разрабатываемым в Центре (например, «Методика измерений серы общей в пробах руд и продуктов их переработки методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой», разработанная в Центре в 2012 г.) или внедряемым в аналитическую практику Центра (например, «Породы горные, руды, продукты их

переработки. Определение углерода общего ИК-абсорбционным методом после сжигания в токе кислорода», внедренная в 2017 г.).

В целом за последние пять лет в результате участия Центра в МСИ выдано более 2 500 результатов измерений. Графически обобщенная оценка качества результатов участия Центра в МСИ с 2013 по 2018 гг. представлена на рисунке 1, где видно, что 98,0 % результатов измерений Центра оценены провайдерами удовлетворительно. Анализ сомнительных и неудовлетворительных оценок результатов показал отчасти наличие в них технических ошибок и их несистемный характер (такие оценки были получены по отличным друг от друга элементам в не однотипных программах МСИ), что свидетельствует о случайном характере полученных отклонений.



Рис. 1. Общая оценка участия Центра в МСИ за 2013-2018 гг.

На настоящее время к трудностям участия аккредитованного Центра в программах МСИ можно отнести:

- ограниченное количество программ МСИ или их отсутствие на некоторые методы измерений (например, определение углерода органических соединений в горных породах методом ИК-абсорбцией) и объекты измерений (например, смолы золотосодержащие, руды платиносодержащие, драгоценные металлы);
- ограниченное количество провайдеров МСИ, аккредитованных в национальной системе и, как следствие этого, недопонимание с другими провайдерами в части предоставления сведений в Росаккредитацию (РА) согласно [3];
- отличные друг от друга способы оценивания участия в МСИ у провайдеров, приводящие к сложностям в анализе полученных результатов;
- неизбежные отклонения от Плана участия в МСИ в связи с частыми изменениями Планов у провайдеров;
- длительная доставка иностранных образцов, повышающие риск срыва срока предоставления результатов;
- как следствие всего вышперечисленного, трудности в планировании участия Центра в программах МСИ не только в течении пяти лет, регламентированных РА, но и даже в течение одного календарного года.

С другой стороны, в дополнении к получению независимой оценки достоверности результатов измерений приобретённый многолетний опыт участия Центра в разнообразных программах МСИ позволяет:

- показать актуальность используемых методов и методик измерений и уровень компетентности Центра на фоне аналогичных лабораторий РФ и мира;
- оценить правильность владения новыми методиками измерений в Центре на стадиях их внедрения и в начале полноценного использования;
- модернизировать разработанные в Центре методики измерений, на основе положительных результатов участия в МСИ (расширение диапазонов измерений, изменение при разложении образцов);
- подтвердить уровень компетентности отдельных сотрудников Центра, например, стажеров;
- повысить конкурентоспособность Центра в лице Заказчика за счет подтверждения надежности своих результатов независимой стороной;
- сделать вывод о положительной тенденции в части увеличения объектов и методов измерений в программах МСИ провайдеров за последние пять лет.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: Стандартиформ, 2012. 29 с.
2. Об утверждении Критериев аккредитации, перечня документов, подтверждающих соответствие заявителя, аккредитованного лица критериям аккредитации, и перечня документов в области стандартизации, соблюдение требований которых заявителями, аккредитованными лицами обеспечивает их соответствие критериям аккредитации (в ред. от 25.07.2017): приказ Минэкономразвития России от 30 мая 2014 г. № 326 // Росаккредитация [сайт]. URL: <http://fsa.gov.ru/index/staticview/id/192/>.
3. Об утверждении Положения о составе сведений о результатах деятельности аккредитованных лиц, об изменениях состава их работников и о компетентности этих работников, об изменениях технической оснащённости, представляемых аккредитованными лицами в Федеральную службу по аккредитации, порядке и сроках представления аккредитованными лицами таких сведений в Федеральную службу по аккредитации (в ред. от 01.08.2017): приказ Минэкономразвития России от 30 мая 2014 г. № 329 326 // Росаккредитация [сайт]. URL: <http://fsa.gov.ru/index/staticview/id/192/>.

К ВОПРОСУ О ПОВЫШЕНИИ ТОЧНОСТИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА РАСТВОРОВ ИОНОВ ЖЕЛЕЗА (III) И МЕДИ (II)

Зыскин В. М., Собина А. В.

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

Ключевые слова: стандартные образцы растворов ионов, прослеживаемость, прямой первичный метод, кулонометрия с контролируемым потенциалом, чистые вещества, медь (II), железо (III)

Стандартные образцы (СО) состава растворов ионов широко используются в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений для градуировки и калибровки средств измерений (СИ), в том числе специализированных, предназначенных для определения содержания ионов в водных средах атомно-абсорбционным, спектрофотометрическим эмиссионным спектрометрическим, масс-спектрометрическим, вольтамперометрическим, рентгенофлуоресцентным и другими методами, а также для контроля метрологических характеристик СИ при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа, контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений содержания ионов в водных средах.

Отечественные производители СО, как правило, ограничиваются при выпуске концентрациями 10 г/дм³ и 1 г/дм³, тогда как для ряда высокоточных масс-спектрометрических и вольтамперометрических методов были бы желательны СО с концентрациями менее 0,1 г/дм³ (только два производителя выпускают СО с концентрациями 0,1 г/дм³ и ниже). Кроме того, относительная погрешность аттестованного значения 1 %, которую декларируют 90 % производителей, зачастую не позволяет использовать СО для градуировки и калибровки высокоточных СИ, особенно при анализе многокомпонентных растворов.

В реестре СО недостаточно образцов с метрологической прослеживаемостью к государственным первичным эталонам единиц величин, характеризующих содержание компонентов в веществах; для установления аттестованного значения, как правило, используются аттестованные методики измерений или расчетно-экспериментальный способ.

В 2016 году ФГУП «УНИИМ» выпустил два СО – эталона сравнения в составе Государственного первичного эталона ГЭТ 176, аттестованные первичным методом кулонометрии с контролируемым потенциалом, метрологические характеристики которых приведены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 - Метрологические характеристики СО состава меди и СО состава железа высокой чистоты

Номер ГСО	Аттестуемая характеристика СО	Аттестованное значение СО, %	Расширенная неопределённость аттестованного значения $U_{(k=2)}$, %	Границы абсолютной погрешности аттестованного значения Δ , % (при $P = 0,95$)
10800-2016 (Cu СО УНИИМ)	Массовая доля меди	99,994	0,012	0,012
10816-2016 (Fe СО УНИИМ)	Массовая доля железа	99,987	0,013	0,013

СО состава меди высокой чистоты (Cu СО УНИИМ) в 2017 году участвовал в ключевых сличениях ССQM-К 143 «Сличение калибровочных растворов меди,

приготовленных национальными метрологическими институтами», проводимых Национальным институтом стандартов и технологий (NIST, USA). Из ГСО 10800-2016 был приготовлен калибровочный раствор меди с массовой долей 9,9910 г/кг с относительной расширенной неопределенностью 0,013 %.

Данный калибровочный раствор был использован для приготовления стандартных растворов меди (II) с концентрациями 1 г/дм³ и 0,1 г/дм³.

Раствор железа (III) с концентрацией 1 г/дм³ был приготовлен гравиметрическим способом, путем растворения навески железа высокой чистоты в азотной кислоте особой чистоты по ГОСТ 11125-84 «Кислота азотная особой чистоты. Технические условия», дополнительно очищенной перегонкой на вакуумной установке для низкокипящей перегонки кислот.

Содержание примесных элементов в азотной кислоте контролировали методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ICP-MS) на масс-спектрометре NexION-300D.

Растворы с концентрациями 0,1 г/дм³ были приготовлены кратным разбавлением. Взвешивание навески железа для растворения, а также аликвот приготовленных растворов проводили с учетом поправок на выталкивающую силу воздуха с использованием компаратора массы CCE-66 («Sartorius», Германия), класс точности I (специальный), дискретность отсчёта 0,000001 г. Измерение плотности полученных растворов меди и железа проводили с использованием анализатора плотности жидкостей DMA 4500M.

Приготовленные растворы были расфасованы в полиэтиленовые банки (HDPE) вместимостью 60 см³ с полипропиленовыми крышками фирмы NALGENE. Неопределенность от долговременной нестабильности при хранении растворов в течение года была исследована ранее и составила 0,064 %.

Массовые концентрации полученных растворов были рассчитаны по процедуре приготовления, а затем измерены на Государственном первичном эталоне ГЭТ 176-2017. Измерения массовой концентрации меди в растворах ионов меди (II) и железа в растворах ионов железа (III) были выполнены на эталонной установке, реализующей метод кулонометрии с контролируемым потенциалом (ККП), в составе Государственного первичного эталона ГЭТ 176-2017.

В основе метода измерения меди лежат реакции электрохимического восстановления ионов Cu^{2+} до Cu^+ на платиновой сетке при потенциале 0 мВ и электрохимического окисления ионов Cu^+ до Cu^{2+} при потенциале + 480 мВ в среде 1 М соляной кислоты.

В основе метода измерения железа лежат реакции электрохимического восстановления ионов Fe^{3+} до Fe^{2+} на платиновой сетке при потенциале +250 мВ и электрохимического окисления ионов Fe^{2+} до Fe^{3+} при потенциале +750 мВ в среде 1 М азотной кислоты.

Результаты измерений концентраций приготовленных растворов приведены в таблице 2.

Относительную стандартную неопределенность типа А измерения единиц массовой концентрации компонента оценивали как относительное среднее квадратическое отклонение результата измерений по 7 независимым измерениям. Относительную стандартную неопределенность типа В оценивали как композицию составляющих неопределенности, обусловленных взвешиванием пробы (m), измерением количества электричества, затраченного в процессе электролиза (Q_a), определением коэффициента завершенности электрохимической

реакции (K_c), молекулярной массы (M), константы Фарадея (F) [1]. Также были уточнены составляющие неопределенности, связанные с электролитической ячейкой: влияние кислорода, примесей электролита, диффузии электролита в электролитические ключи. Неопределенности результатов измерений для растворов с массовыми концентрациями 10 г/дм^3 были исследованы ранее [2].

Таблица 2. Результаты измерений массовой концентрации меди в растворах ионов меди (II) и железа в растворах ионов железа (III) с номинальной концентрацией 1 г/дм^3 и $0,1 \text{ г/дм}^3$, полученные на Государственном первичном эталоне ГЭТ 176-2017

Номер пробы	Раствор ионов меди (II), $C_{\text{рас.}} = 1,0375$ г/дм^3	Раствор ионов меди (II), $C_{\text{рас.}} = 0,1092$ г/дм^3	Раствор ионов железа (III), $C_{\text{рас.}} = 1,0001$ г/дм^3	Раствор ионов железа (III), $C_{\text{рас.}} = 0,1041$ г/дм^3
	Массовая концентрация меди, C , г/дм^3		Массовая концентрация железа, C , г/дм^3	
1	1,03756	0,10927	0,99967	0,10382
2	1,03734	0,10925	0,99898	0,10390
3	1,03811	0,10934	0,99937	0,10385
4	1,03791	0,10935	1,00015	0,10404
5	1,03845	0,10927	0,99972	0,10393
6	1,03900	0,10929	0,99873	0,10381
7	1,03810	0,10934	0,99953	0,10396
Среднее значение, \bar{C} , г/дм^3	1,0381	0,1093	0,9995	0,1039
Относительная стандартная неопределённость типа А, %	0,020	0,014	0,018	0,030
Относительная стандартная неопределённость типа В, %	0,009	0,043	0,008	0,043
Относительная суммарная стандартная неопределённость, %	0,022	0,045	0,020	0,053
Относительная расширенная неопределённость ($k = 2$), %	0,044	0,091	0,040	0,105

Проведенные исследования показали, что использование эталонной кулонометрической установки с контролируемым потенциалом в составе ГЭТ 176-2017 для производства и установления метрологических характеристик СО состава раствора ионов железа (III) и меди (II) дает возможность реализовать прямую прослеживаемость аттестованных значений СО к первичному эталону (и единицам СИ) и выпуск СО состава раствора ионов этих металлов в концентрационном интервале $0,1000 - 10,00 \text{ г/дм}^3$ со сроком годности 1 год и расширенной неопределенностью, не превышающей 0,2 %.

ЛИТЕРАТУРА

- ГОСТ Р 54500.3–2011/Руководство ИСО МЭК 98-3: 2008 НЕОПРЕДЕЛЕННОСТЬ ИЗМЕРЕНИЯ Ч.3 Руководство по выражению неопределенности измерения. М. 2012. 100 с.
- Зыскин В.М. Создание эталонной установки на основе кулонометрии с контролируемым потенциалом в рамках совершенствования Государственного первичного эталона ГЭТ 176 и ее измерительные возможности / В.М. Зыскин, А.В. Собина, А.Ю. Шимолин, Г.И. Терентьев // Стандартные образцы. 2016. № 2. С.44-54. Doi: 10.20915/2077-1177-2016-0-2-44-54

О МНОГОПАРАМЕТРИЧЕСКИХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦАХ ДЛЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ В ОБЛАСТИ КОНТРОЛЯ ПАРАМЕТРОВ ПОКРЫТИЙ

Казанцев В.В., Васильев А.С.

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

Ключевые слова: стандартные образцы, покрытия, погрешность, неопределенность

В последние годы прослеживается тенденция создания приборов, позволяющих выполнять измерения не только однослойных и однокомпонентных, но и многослойных, а также двух и трехкомпонентных покрытий, измеряющих одновременно толщину и поверхностную плотность покрытий, а также химический состав покрытия [1].

ФГУП «УНИИМ» более 40 лет проводит работы, направленные на совершенствование метрологического обеспечения измерений поверхностной плотности и толщины покрытий, основанного на рентгенофлуоресцентном методе и методе обратно-рассеянного бета-излучения. В настоящее время этот вид измерений определился в самостоятельный со своей поверочной схемой [2], устанавливающей порядок воспроизведения и передачи единицы от государственного первичного эталона [3] средствам измерений в виде радиоизотопных толщиномеров и измерителей поверхностной плотности покрытий.

Наиболее распространенный рентгенофлуоресцентный метод позволяет также измерять химический состав, в том числе многокомпонентных и многослойных покрытий в диапазоне от 10 нм до 50 мкм с высокой локальностью измерений (до 0,01 мм²). Современные рентгенофлуоресцентные измерители поверхностной плотности и толщиномеры покрытий отличаются широкими измерительными возможностями, в том числе возможностью измерения химического состава многокомпонентных и многослойных (до 24 слоев) покрытий [4].

Были проведены испытания двух типов стандартных образцов поверхностной плотности, толщины и массовой доли элементов в покрытии, полученном способом вакуумного напыления:

- СО с покрытием сплавом железо-никель на кремнии (утвержден ГСО 10880-2017);
- СО с покрытием сплавом железо-никель-кобальт на кремнии.

ЛИТЕРАТУРА

1. Казанцев В.В., Васильев А.С. Исследование методов и средств создания многопараметрических стандартных образцов состава и свойств покрытий // Стандартные образцы. 2014. № 1. С. 42-46.
2. ГОСТ Р 8.612-2011 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений поверхностной плотности покрытий в диапазоне от 0,0001 до 1,000 кг/м²
3. Казанцев В.В., Васильев А.С. Государственный первичный специальный эталон и стандартные образцы в обеспечении единства измерений поверхностной плотности покрытий // Измерительная техника. 2011. № 10. С. 48-50.
4. Казанцев В.В., Васильев А.С. Состояние и перспективы развития метрологического обеспечения и стандартизации в области НК покрытий радиационными методами // В мире неразрушающего контроля, 2017, т. 20, № 1, с.30-31.

О РАЗРАБОТКЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ТЕМПЕРАТУРЫ ПЛАВЛЕНИЯ ВЫСОКОЧИСТЫХ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

Казарцев Я. В., Мишина К. А., Корчагина Е. Н., Шеховцов Д. А.

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

Ключевые слова: стандартные образцы, температура плавления, степень чистоты, криометрический метод

Область измерений температуры плавления высокочистых органических веществ на сегодняшний день включает большое количество лабораторного оборудования, используемого в сфере медицины, биологии, производства парфюмерно-косметической продукции.

Большинство эксплуатируемых СИ температуры плавления обеспечивает возможность измерений температуры плавления органических веществ в диапазоне от комнатной температуры до 350 – 400 °С, причем наибольшей практической значимостью для фармацевтической и медицинской промышленности обладает диапазон от комнатной температуры до 250 °С, в котором неопределенность измерений при использовании импортных приборов составляет 0,3 – 0,5 °С.

Для поверки СИ в этой области на данный момент используются три типа импортруемых СО на основе бензофенона, кофеина и бензойной кислоты в диапазоне температур плавления от 47,6 до 237,0 °С. Выбор СО температуры плавления на мировом рынке шире, но метрологические характеристики СО различных производителей мало отличаются между собой и не превосходят характеристик уже ввозимых СО, поэтому СО зарубежного производства также недостаточно, чтобы полностью удовлетворить потребности российской фармацевтической промышленности. В связи с этим в лаборатории калориметрии ФГУП «ВНИИМ» проводятся исследования с целью разработки отечественных СО температуры плавления.

Основной задачей, решаемой в рамках проводимой научно-исследовательской работы, является создание ряда стандартных образцов температуры плавления высокочистых органических веществ российского производства в диапазоне от комнатной температуры до +250 °С с неопределенностью, не превышающей 0,1 °С, что обеспечит потребности промышленности по диапазону и точности измерений на ближайший период.

Для достижения этой цели применяются два независимых подхода. Для реализации первого в лаборатории собрана установка, состоящая из сухоблочного термостата, высокоточного мультиметра и платинового термометра сопротивления (100 Ω), откалиброванного в соответствии с [1].

Второй подход включает в себя использование криометрического измерительного комплекса «Криан». Криометрический метод признан первичным Консультативным комитетом по определению количества вещества - Метрология в химии и биологии - Международного Бюро Мер и Весов (CCQM BIPM) и в течение многих лет используется в лаборатории калориметрии ВНИИМ для определения степени чистоты бензойной кислоты марок К-3 и К-1. Так как он основан на получении кривой плавления чистого вещества, возможно одновременное определение как степени чистоты, так и температуры плавления исследуемого вещества.

Источники неопределенности при определении степени чистоты были тщательно проанализированы, а их влияние значительно снижено [2]. Для оценки неопределенности

измерений температуры плавления на данный момент используется ряд веществ с разными температурами плавления во всем диапазоне измерений комплекса «Криан» (от 40 до 250 °С). Для выбора этих веществ были определены специальные требования: учитывались химическая стабильность, отсутствие разложения при плавлении, низкая испаряемость, не токсичность и возможность получения этих веществ необходимой степенью чистоты.

В соответствии с этими требованиями для исследований были выбраны: антрацен, бензойная кислота, бензофенон, кофеин, ванилин и никотиновая кислота.

Кроме того, основываясь на конструкции и принципе работы измерительной ячейки комплекса «Криан», были произведены работы по обновлению аппаратных средств и программного обеспечения, что позволяет предположить возможное увеличение точности.

Таким образом, были подготовлены технические средства для последующей разработки СО температуры плавления высокочистых органических веществ, а в рамках дальнейших исследований планируется получение экспериментальных данных и оценка неопределенности измерений.

ЛИТЕРАТУРА

1. N. P. Moiseeva. Methods of constructing an individual calibration characteristic for working platinum resistance thermometers. *Measurement Technics*, 2001, vol. 44, no. 5, pp. 502-507.
2. Yu. I. Aleksandrov, V. I. Belyakov, V. P. Varganov. A computerized suite for analyzing high-purity organic compounds by a cryometric method. *Measurement Technics*, 2002, vol. 45, no. 4, pp. 441-444.

ПРОБЛЕМА ТОЖДЕСТВЕННОСТИ ХАРАКТЕРИСТИК СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА ГАЗОВЫХ СМЕСЕЙ ОДНОГО ВИДА, ВЫПУСКАЕМЫХ РАЗНЫМИ ПРЕДПРИЯТИЯМИ

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

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

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

В соответствии с ГОСТ 8.578-2014 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых средах» [1] стандартные образцы состава газовых смесей в баллонах под давлением (далее – стандартные образцы) являются рабочими эталонами и выполняют роль мер для средств измерений содержания компонентов в газовых средах, с помощью которых проводятся испытания, поверка, калибровка, градуировка средств измерений. Массовое применение стандартных образцов при производстве и контроле средств измерений подтверждается ежегодным выпуском в РФ около 100 тыс. баллонов с газовыми смесями в статусе стандартных образцов.

В настоящее время контроль качества выпускаемых мер какой-либо физической величины обеспечивается в соответствии с действующей нормативно-законодательной базой:

- через проведение испытаний в целях утверждения типа и внесение в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений,
- через первичную при выпуске из производства и периодические обязательные поверки мер аккредитованным органом в соответствии с Федеральным законом № 412 - ФЗ от 28.12.2013 «Об аккредитации в национальной системе аккредитации» [2].

На стандартные образцы, выполняющие роль мер для средств измерений [1, 3], данные требования не распространяются. В настоящее время все стандартные образцы проходят только процедуру испытаний в целях утверждения типа и внесения в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений [4]. При выпуске из производства и далее при их применении никаких обязательных процедур аналогичных процедурам поверки мер для стандартных образцов не существует.

Такое несоответствие в нормативно-законодательных актах существует уже многие годы и никаких серьезных попыток изменить законодательство в области метрологии обеспечением единообразного порядка для мер и стандартных образцов нет.

Учитывая, что стандартные образцы применяются для калибровки и поверки средств измерений, используемых для контроля санитарной, экологической, промышленной безопасности, контроля качества углеводородной продукции и т.п., вопрос обеспечения качества промышленно выпускаемых стандартных образцов приобретает важное значение.

В настоящее время на территории РФ функционирует 20 предприятий, составляющих, по сути, специальную отрасль по промышленному выпуску стандартных образцов состава газовых смесей в баллонах под давлением. Обеспечение соответствия метрологических характеристик выпускаемых стандартных образцов установленным требованиям [1], в том числе обеспечение для одного потребителя сопоставимости стандартных образцов, которые можно отнести к газовым смесям одного вида, выпускаемых различными предприятиями отрасли, является важной задачей.

Для решения данной задачи предлагается использовать ряд критериев, основанных на исследовании случайной погрешности аттестации стандартных образцов как на одном предприятии, так и на совокупности всех предприятий РФ, осуществляющих выпуск стандартных образцов состава газовых смесей [5].

Разработка и введение данных критериев позволит усовершенствовать процедуру аттестации выпускаемых стандартных образцов газовых смесей и повысить качество данного вида продукции для потребителей, а также усовершенствовать процедуру контроля предприятий, выпускающих стандартные образцы состава газовых смесей, со стороны организации, где функционирует Государственный первичный эталон.

Учитывая, что вся номенклатура выпускаемых стандартных образцов в количестве 100 тысяч баллонов представляет из себя более 10 тысяч видов газовых смесей, которые характеризуются различным компонентным составом смеси, различными количественными характеристиками содержания каждого компонента в смеси, допуском на приготовления каждого компонента, значениями расширенной неопределенности содержания каждого компонента в смеси, выполнять контроль качества предприятий по всем видам смесей не возможно.

Поэтому предлагается выделить из всей совокупности видов газовых смесей около 20 представительных (репрезентативных) групп, сформированных на основе следующих принципов:

- применение однотипных универсальных средств приготовления и анализа газовых смесей;
- применение однотипных баллонов, вентилях и другой газовой арматуры;
- применение однотипных методов подготовки баллонов для газовых смесей на основе химически активных газов, инертных, постоянных газов, микроконцентраций определяемых компонентов и т.д.

Подобный подход обсуждается на уровне Консультативного комитета по количеству вещества Международного Бюро Мер и Весов в Рабочей группе по газовому анализу, где предлагается выделить ряд газов и изготавливаемых на основе них газовых смесей, в одну так называемую «гибкую» группу (*flexible gases*). И результаты постоянного участия в сличениях по одному газу из «flexible» группы можно распространить на другие газы из этой группы и, таким образом, подтверждать калибровочные и измерительные возможности по всем газам из «flexible» группы. При этом надо иметь ввиду, что степень стандартизации первичных методов приготовления и анализа смесей, подготовки баллонов и т.д. значительно выше за рубежом, по сравнению с методами, реализуемыми на предприятиях РФ.

Только комплексный подход к обеспечению качества промышленно выпускаемых стандартных образцов, включающий усовершенствование процедуры аттестации выпускаемых стандартных образцов газовых смесей на каждом предприятии, усовершенствование процедуры контроля предприятий со стороны уполномоченных организаций, введение на предприятиях системы обеспечения качества, соответствующей требованиям ISO 17034, приведет к повышению компетентности производителей стандартных образцов состава газовых смесей и соответствию применяемых в РФ стандартных образцов высоким современным требованиям к прослеживаемости, точности и достоверности.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ 8.578-2014 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых средах»
2. Федеральный закон № 412 - ФЗ от 28.12.2013 «Об аккредитации в национальной системе аккредитации»
3. ГОСТ 8.315-97 «ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения»
4. Приказ Министерства промышленности и торговли РФ от 30 ноября 2009 г. № 1081 "Об утверждении Порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, Порядка утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений, Порядка выдачи свидетельств об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, установления и изменения срока действия указанных свидетельств и интервала между поверками средств измерений, требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений и порядка их нанесения"
5. Колобова А.В. Исследование и разработка методов метрологического контроля промышленно выпускаемых стандартных образцов состава газовых смесей: Дис. канд. техн. наук. ВНИИМ им. Д.И. Менделеева.-С-Пб., 2008.-120 с.

ОБ ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ И КАЛИБРОВОЧНЫХ ВОЗМОЖНОСТЯХ НАЦИОНАЛЬНЫХ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ИНСТИТУТОВ КООМЕТ В ОБЛАСТИ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ

Конопелько Л.А., Кустиков Ю.А., Окрепилов М.В., Пронин А.Н.

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

Ключевые слова: национальный метрологический институт, региональная метрологическая организация, ключевое сличение, количество вещества, база данных ВІРМ, измерительная категория, калибровочные и измерительные возможности, стандартный образец

Региональные метрологические организации (РМО) являются одним из важнейших элементов глобальной метрологической системы. Деятельность РМО создает условия для взаимного признания результатов измерений национальных метрологических институтов (НМИ) государств при условии подписания и соблюдения положений Договора о взаимном признании национальных эталонов и свидетельств о калибровке и измерениях, выдаваемых Национальными метрологическими институтами СИРМ МРА (далее – Договоренность). НМИ государств участвуют в Договоренности только через свои РМО.

КООМЕТ – организация сотрудничества государственных метрологических учреждений стран Центральной и Восточной Европы и Азии. В настоящее время членами РМО КООМЕТ являются 42 НМИ из 21 страны, среди которых 5 НМИ – ассоциированные члены КООМЕТ, являющиеся полноправными членами других региональных метрологических организаций.

Технический комитет ТК 1.8 КООМЕТ «Физико-химия» обеспечивает организацию работ в области деятельности Консультативного комитета по количеству вещества: метрология в химии и биологии (ССQM). В первую очередь, деятельность ТК 1.8 «Физико-химия» связана с работами по реализации Договора о взаимном признании СИРМ МРА:

- планирование и организация международных сличений и межлабораторных исследований;
- организация и обеспечение региональной и межрегиональной экспертизы калибровочных и измерительных возможностей (КИВ), заявленных НМИ КООМЕТ;
- привлечение экспертов КООМЕТ для участия в межрегиональной экспертизе КИВ, заявленными НМИ других РМО.

Технический комитет ТК 1.8 КООМЕТ «Физико-химия» – один из наиболее активных региональных технических комитетов в области метрологии в химии и биологии, что отражено в числе ключевых сличений, в которых принимают участие НМИ КООМЕТ. В области газового анализа и электрохимии НМИ КООМЕТ принимают участие практически в каждом сличении, проводимом под эгидой ССQM.

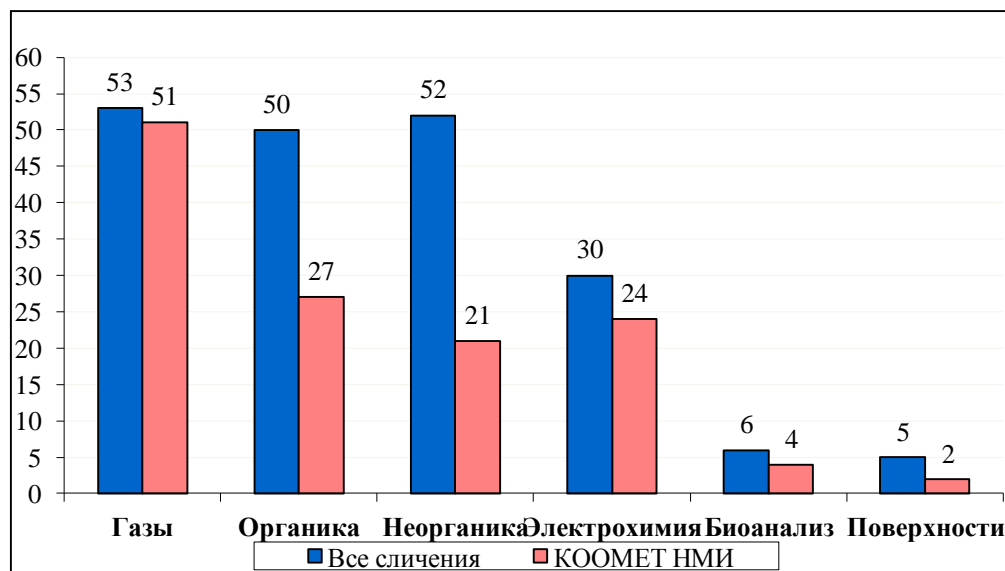


Рис. 1. Активность НМИ КООМЕТ в ключевых сличениях ССQM

Ключевые сличения, проводимые РМО, связаны с ключевыми сличениями Международного комитета по мерам и весам (СIPM) через НМИ, представляющие РМО. Степень эквивалентности, установленная в ходе ключевого сличения РМО, имеет такой же статус, что и эквивалентность, определяемая при ключевом сличении СIPM.

Газовый анализ	512
Органические растворы	24
Неорганические растворы	15
Металлы	14
Осадки, почвы, руды, частицы	21
Биологические жидкости и материалы	4
Высокочистые химические вещества	36
Пищевые продукты	8
Вода	12
Современные материалы	20
Электрохимический анализ	24
Другие материалы	3

Рис. 2. Число КИВ для измерительных категорий по классификации ССQM

Результатом проведенных ключевых сличений являются калибровочные и измерительные возможности, внесенные в международную базу данных, которую ведет Международное бюро мер и весов (ВIPM КСDB). Калибровочные и измерительные возможности НМИ, которые заявляют свои КИВ через КООМЕТ, распределены следующим образом: ВНИИМ – 591 КИВ, УНИИМ – 30 КИВ, ВНИИФТРИ – 11 КИВ,

Укрметртрестстандарт – 35 КИВ, БелГИМ – 19 КИВ, КазИнМетр – 7 КИВ. Число КИВ для измерительных категорий по классификации ССQM представлены на рисунке 2.

Особенностью КИВ в области метрологии в химии и биологии является то, что в международную базу данных КСDB VIPM вносятся информация и о стандартных образцах (эталоны сравнения), производимых НМИ на регулярной основе.

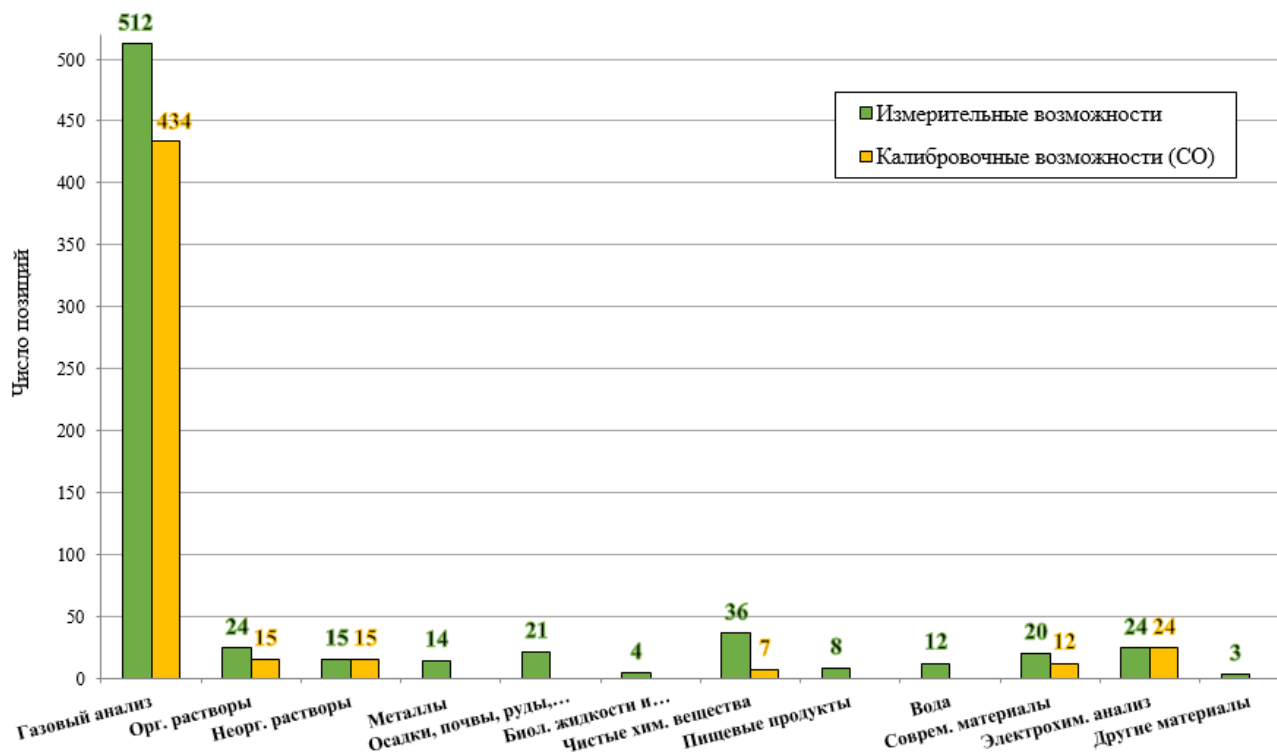


Рис. 3. Соотношение измерительных и калибровочных (СО) возможностей НМИ КООМЕТ по категориям

Важным показателем деятельности РМО является динамика роста КИВ НМИ КООМЕТ и появление КИВ в новых измерительных категориях. За последние 6 лет деятельности КООМЕТ существенно вырос уровень КИВ по отношению к КИВ НМИ, являющимся мировыми лидерами в таких измерительных категориях как «Высокочистые вещества», «Вода», «Перспективные материалы», «Донные отложения и почвы», появились первые КИВ в измерительной категории «биоматериалы». Достигнутые результаты позволяют проводить сличения в рамках КООМЕТ для различных измерительных категорий в таких областях как экология, медицина, энергоносители, качество продуктов питания и свойства материалов.

В перспективе предстоит решить актуальные задачи, связанные с обеспечением достоверности результатов измерений содержания газов, растворенных в трансформаторном масле, содержания ртути в природном газе, соотношения изотопов углерода в диоксиде углерода и метане окружающего воздуха, измерения содержания диоксидов в зольной пыли и других матрицах.

Широкая область деятельности и высокие результаты в ключевых сличениях позволяют ТК 1.8 КООМЕТ «Физико-химия» занять достойное место среди профильных технических комитетов других РМО.

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ В ОЦЕНКЕ СПЕЦИФИЧЕСКОЙ БЕЗОПАСНОСТИ ПРЕПАРАТОВ ИММУНОГЛОБУЛИНОВ И АЛЬБУМИНА ЧЕЛОВЕКА: ОСОБЕННОСТИ РАЗРАБОТКИ, АТТЕСТАЦИИ И ПРИМЕНЕНИЯ

Корнилова О. Г., Кривых М. А., Волкова Р. А., Борисевич И. В.

ФБУ «Научный центр экспертизы средств медицинского применения» Министерства здравоохранения Российской Федерации (ФГБУ «НЦЭСМП» Минздрава России), Москва, РФ
ORCID: 0000-0003-1439-2052, e-mail: Kornilova@expmed.ru

Ключевые слова: экспертиза качества, препараты иммуноглобулинов человека, препараты альбумина человека, специфическая безопасность, антикомплементарная активность, анти-А и анти-В гемагглютинины, анти-Д антитела, активатор прекалликреина, стандартные образцы, методы гемагглютинации, реакция связывания комплемента, хромогенный метод

К инфузионным препаратам иммуноглобулинов человека (ИГЧ) и альбумина человека (АЧ) предъявляются высокие требования по специфической безопасности, связанной с влиянием лекарственного средства на системы комплемента, калликреин-кининовую и гемостаза. Наличие гемагглютининов (ГА) (анти-А и анти-В антител - иммуноглобулинов класса G) в титре менее 1:64 позволяет снизить риск возникновения внесосудистых нежелательных реакций, обусловленных активацией макрофагов в первые 10 суток с момента внутривенного введения препарата ИГЧ пациентам не I(0) группы крови. При содержании анти-Д антител в этих препаратах в титре не более 1:8 у резус-положительных пациентов с нарушениями иммунной системы вероятность гемолитических осложнений иммуноглобулинотерапии незначительна. Антикомплементарная активность (АКА) не более 50 % (что соответствует не более 1 CH₅₀ на 1 мг белка иммуноглобулина) позволяет устранить такие нежелательные реакции как приливы, головную боль, лихорадку, тахикардию. При содержании активатора прекалликреина (АПК) в инфузионных препаратах ИГЧ и АЧ менее 35 МЕ/мл гипотензивный эффект, связанный с влиянием на калликреин-кининовую систему при инфузиях, минимален. «Анти-А и анти-В гемагглютинины», «Анти-Д антитела», «Антикомплементарная активность», «Активатор прекалликреина» - показатели качества, позволяющие прогнозировать переносимость пациентами применение этих препаратов. Методы их оценки основаны на биологических эффектах (агглютинация или гемолиз эритроцитов), на амидолитических свойствах продуктов каскадных реакций (расщепление специфического субстрата) и сопряжены с использованием реагентов биологического происхождения (комплемент, гемолитическая сыворотка, эритроциты, антиглобулиновая сыворотка, прекалликреин), стандартность которых по всем свойствам невозможна. Однако современная практика экспертизы лекарственных средств предъявляет все более жесткие требования к методам и методикам, используемым при оценке качества лекарственных препаратов. основополагающее значение в совершенствовании процедур испытаний препаратов ИГЧ и АЧ по показателям специфической безопасности имеют стандартные образцы (СО), одни из которых используют для оценки стабильности аналитической работы (оценка пригодности системы) при применении методик определения АКА, определения содержания ГА или анти-Д антител, другие вместе с методикой испытаний являются средством передачи единицы величины и позволяют установить количественное содержание ГА, анти-Д антител, АПК [1]. С целью стандартизации методик оценки специфической безопасности препаратов ИГЧ и АЧ были разработаны и включены в Государственную фармакопею Российской Федерации XIII издания общие фармакопейные статьи (ОФС) «Определение антикомплементарной активности лекарственных препаратов

иммуноглобулинов человека», «Определение анти-А и анти-В гемагглютининов в лекарственных препаратах иммуноглобулинов человека», «Испытание на анти-Д антитела в лекарственных препаратах иммуноглобулинов человека» [2].

Методикой определения АКА в соответствии с ОФС.1.8.2.0007.15 предусмотрено использование СО, положительный и отрицательный контроли которого позволяют оценивать стабильность аналитической работы в различных диапазонах значений результатов испытаний. В настоящее время в международной практике применяется СО, утвержденный Европейским директором по качеству лекарственных средств и здравоохранения (EDQM). Human immunoglobulin for anticomplementary activity BRP, который представляет собой лиофильно высушенный высокоочищенный ИГЧ [3]. Для получения значений в диапазоне более 50 % (положительный контроль) инструкцией по его применению предусмотрено увеличение количества исходного восстановленного раствора СО до 0,8 мл при использовании 0,2 мл для отрицательного контроля. Аттестованные значения АКА этого СО находятся в широком диапазоне и вне зависимости от серии составляют 10-40 % и 60-100 % для отрицательного и положительного контролей соответственно. Отечественный СО иммуноглобулина человека (ОСО 42-28-430) состоит из двух компонентов: отрицательный контроль – раствор ИГЧ со средним значением АКА 40,5; 41,6 и 38,7 % (для трех аттестованных серий), положительный контроль – термически обработанный раствор ИГЧ со средним значением АКА 76,6; 75,7 и 69,9 % [4]. Установленная неопределенность СО этих серий составила не более 10 %.

Количество анти-А и анти-В ГА в препаратах иммуноглобулинов может быть выявлено методами прямой (МПП) и непрямой гемагглютинации (МНПП) [5]. Их титр определяют как максимальное разведение препарата, при котором происходит агглютинация тестовых эритроцитов любой степени интенсивности. Для контроля стабильности аналитической работы в различных диапазонах значений результатов определения содержания ГА необходимо использование положительного и отрицательного СО. Для оценки количественного содержания – СО с содержанием ГА в титре 1:64 (СО лимита содержания ГА), равном предельно допустимому для исследуемых препаратов. Содержание анти-А и анти-В ГА в крови доноров не одинаково, что при разработке положительного СО предопределяет необходимость использовать различные подходы. Так, положительный контроль в составе международного СО (NIBSC) представляет собой раствор ИГЧ с различным содержанием ГА: анти-А в диапазоне от 1:32 до 1:64, анти-В – от 1:16 до 1:32 [6]. СО EDQM, также являясь раствором ИГЧ, содержит и анти-А, и анти-В гемагглютинины на уровне 1:32 [3]. СО лимита содержания ГА EDQM и NIBSC представляют собой растворы ИГЧ с добавлением мышиных моноклональных антител для достижения целевого значения 1:64. Эти СО аттестованы и рекомендованы для применения только в МПП. Учитывая приемлемость использования для контроля качества препаратов ИГЧ по содержанию ГА двух методов разработан отечественный СО «Набор для определения содержания анти-А и анти-В гемагглютининов» (ОСО 42-28-439), включающий пять компонентов [7]. Четыре из них изготовлены из плазмы крови доноров I(0) группы и имеют аттестованные значения содержания анти-А или анти-В ГА с использованием МПП и МНПП. Отрицательный компонент не содержит ГА благодаря использованию плазмы крови доноров VI(AB) группы. Наличие СО, аттестуемые характеристики которого установлены с использованием МПП и МНПП, позволяет

стандартизовать эти методы, а также проводить сравнительную оценку количественных характеристик примесей ГА в различных препаратах ИГЧ.

В соответствии с ОФС.1.8.2.0004.15 содержание анти-D антител в препаратах ИГЧ, определенное в реакции гемагглютинации, не должно превышать титр положительного стандарта. Титр анти-D антител определяют как максимальное разведение препарата, при котором происходит агглютинация резус-положительных эритроцитов любой степени интенсивности. Специфичность анализа подтверждается применением отрицательного СО, а также резус-отрицательных эритроцитов. В настоящее время в международной практике применяются СО NIBSC и EDQM [3,6]. Положительный СО имеет номинальный титр 1:8 и получен разведением в 6000 раз международного СО антирезусного иммуноглобулина с активностью 285 МЕ/мл в растворе ИГЧ. Отечественный СО «Набор для определения содержания анти-D антител» (ОСО 42-28-440-2017) включает в себя два компонента [8]. Отрицательный компонент, изготовленный из плазмы крови резус-положительных доноров I(0) группы крови, анти-D антител не содержит. Целевое значение содержания анти-D антител в положительном компоненте достигается благодаря использованию плазмы крови резус-отрицательных доноров IV(AB) группы крови. Положительный компонент аттестован двумя методами: гемагглютинации (титр составляет 1:8) и методом проточной цитофлуориметрии (антирезусная активность составляет 0,7 МЕ/мл). Наличие характеристики, аттестованной в сравнении с международными СО двумя методами, один из которых (проточная цитофлуориметрия) является более точным и объективным, позволяет стандартизовать получение положительного компонента СО.

Оценка предельного содержания АПК проводится хромогенным методом посредством сравнения со СО, откалиброванным в МЕ [5]. Современные СО представляют собой серию препарата АЧ с повышенным содержанием АПК, приближающимся к предельно допустимому в препаратах ИГЧ и АЧ, которое может быть достигнуто изменением определенных этапов технологии изготовления препарата (СО EDQM, NIBSC) или внесением дополнительно высокоочищенного АПК (СО Фармакопеи США) [3,6,9].

Таким образом, в оценке специфической безопасности препаратов иммуноглобулинов и альбумина человека стандартные образцы играют ключевую роль. Разработка СО, являющихся носителем количественной характеристики примесей препаратов, обуславливающих возникновение нежелательных реакций при их применении, требует подбора кандидата в СО. Отечественные СО разработаны с учетом максимального приближения к истинному содержанию в их составе примесей, количественная характеристика которых и является аттестуемым значением. Из-за отсутствия в настоящее время альтернативных методик измерения величин, характеризующих показатели специфической безопасности, ОСО иммуноглобулина человека, ОСО Набор для определения содержания анти-A и анти-B гемагглютининов аттестованы той же методикой, для которой они и предназначены. Преимуществом положительного компонента ОСО Набор для определения содержания анти-D антител является аттестация его двумя методами.

ЛИТЕРАТУРА

1. Актуальные вопросы стандартных образцов в сфере обращения биологических лекарственных средств / Р.А. Волкова [и др.] // БИОпрепараты. Профилактика, диагностика, лечение. 2016. Т.16. № 4. С 229-234.
2. Государственная фармакопея Российской Федерации, XIII изд. [сайт]. URL: <http://pharmacopoeia.ru/russian-pharmacopoeia>

3. Ph. Eur. Reference Standards [сайт]. URL: <https://www.edqm.eu/>
4. Патент Российской Федерации № 2577703 С1; (2015).
5. European Pharmacopoeia EDQM. 9 Ed. Доступ по подписке [сайт]. URL: <http://online6.edqm.eu/ep805/#>.
6. National Institute for Biological Standards and Control. Biological reference materials [сайт]. URL: <https://nibsc.org/products.aspx>
7. Заявка на патент Российской Федерации № 2017119536; (2017).
8. Заявка на патент Российской Федерации № 2017144239; (2017).
9. Food and Drug Administration [сайт]. URL: <https://www.fda.gov/default.htm>.

МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ГАЗОАДСОРБЦИОННОГО АНАЛИЗА

Корюкова В. А., Собина Е. П.

ФГУП «Уральский научно - исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»), г. Екатеринбург, РФ
e-mail: 251@uniim.ru

Ключевые слова: стандартный образец, газоадсорбционный анализ, государственный первичный эталон

На сегодняшний день на базе ФГУП «УНИИМ» создан Государственный первичный эталон единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и диаметра пор твердых веществ и материалов (ГЭТ 210-2014). В основу работы эталона положен газоадсорбционный (объемный) метод низкотемпературной адсорбции газов, который на международном уровне признан как высокоточный.

Для достижения единства и требуемой точности измерений в газоадсорбционном методе анализа необходима передача единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и диаметра пор рабочим эталонам и средствам измерений перечисленных характеристик.

Согласно проекту Государственной поверочной схемы для средств измерений удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и диаметра пор, передача сорбционных характеристик рабочим эталонам и средствам измерений осуществляется посредством стандартных образцов утвержденного типа сорбционных характеристик, интервалы аттестованных значений которых приведены в таблице 1:

Таблица 1. Наименование сорбционных характеристик, интервалы допускаемых аттестованных значений и границы допускаемых значений относительных погрешностей

Наименование сорбционных характеристик	Интервалы допускаемых аттестованных значений	Границы относительной погрешности аттестованного значения СО при P=0,95, %
Удельная поверхность	от 0,10 до 2500 м ² /г	±4
Удельный объем пор	от 0,05 до 2,00 см ³ /г	±4
Средний (преобладающий) диаметр пор	от 0,5 до 100 нм	±10

В настоящее время в Российской Федерации для обеспечения единства измерений сорбционных характеристик применяются следующие стандартные образцы утвержденного типа (Таблица 2).

Ранее на территории РФ для передачи единиц сорбционных характеристик применялись дорогостоящие зарубежные стандартные образцы производства BAM (Германия), NIST (США), BCR (Бельгия), срок действия свидетельства об утверждении типа которых истек, поэтому применение данных стандартных образцов согласно действующему законодательству невозможно.

Исходя из анализа данных реестра стандартных образцов сорбционных характеристик и сопоставления результатов анализа с данными Таблицы 1, можно сказать, что действующие стандартные образцы утвержденного типа охватывают широкий диапазон непористых, микропористых и мезопористых твердых веществ и материалов. Данные стандартные образцы позволяют проводить испытания средств измерений сорбционных характеристик, предназначены для аттестации и контроля точности методик измерений сорбционных характеристик, могут быть использованы для поверки, калибровки средств измерений,

испытаний средств измерений, применяемых для контроля качества продукции наноиндустрии, катализаторов, мембран и фильтров для очистки газовых и жидких сред от различной природы загрязнений.

Таблица 2. Сводная таблица стандартных образцов утвержденного типа

Наименование СО	Аттестуемая характеристика	Интервал допускаемых аттестованных значений	Границы допускаемых значений относительной погрешности при $P=0,95$, %	Относительная расширенная неопределенность при $k=2$, %
ГСО 10449-2014 СО нанопористого оксида алюминия (Al_2O_3 СО УНИИМ)	Удельная поверхность (БЭТ) S , m^2/g	от 100 до 300	$\pm 2,0$	2,0
	Удельный объем пор V , cm^3/g	от 0,2 до 1,0	$\pm 3,0$	3,0
	Средний диаметр пор $4V/S$, нм	от 5 до 20	$\pm 3,0$	3,0
ГСО 10734-2015 СО сорбционных свойств нанопористого цеолита (Zeolite СО УНИИМ)	Удельная поверхность, m^2/g	от 500 до 1200	$\pm 3,0$	3,0
	Удельный объем пор, cm^3/g	от 0,1 до 0,5	$\pm 3,0$	3,0
	Преобладающий диаметр пор, нм	от 0,4 до 0,9	$\pm 3,0$	3,0
ГСО 10735-2015 СО сорбционных свойств нанопористого углерода (С СО УНИИМ)	Удельная поверхность, m^2/g	от 30 до 60	± 4	4
	Удельный объем пор, cm^3/g	от 0,1 до 0,5	± 10	10
	Средний диаметр пор, нм	от 10 до 20	± 10	10
ГСО 10900-2017 СО удельной поверхности кварцевого песка ($QSiO_2$ СО УНИИМ)	Удельная поверхность, m^2/g	от 0,2 до 1,0	± 4	4

В случае возникновения потребительского спроса, а также при необходимости проведения испытаний или калибровки средств измерений, реализующих газоадсорбционный анализ, с применением стандартных образцов, отличных по природе и химическому составу от стандартных образцов утвержденного типа (кварцевый песок, цеолит, оксид алюминия), возможна разработка стандартных образцов сорбционных характеристик, на основе твердых пористых оксидов или природных минералов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Собина Е.П. Разработка государственной поверочной схемы для средств измерений удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов. // Измерительная техника, №4, 2017. С.63-С.65.
2. Собина Е.П. Разработка аттестованного стандартного образца нанопористого оксида алюминия. // Измерительная техника. 2016. № 8. С. 68-72.

ПРИМЕНЕНИЕ СПЕКТРОМЕТРИИ КОМБИНАЦИОННОГО РАССЕЯНИЯ СВЕТА С ЦЕЛЬЮ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ЛЕКАРСТВЕННЫХ СРЕДСТВ, НАХОДЯЩИХСЯ В ИНЪЕКЦИОННОЙ ФОРМЕ

Крашенинина М.П.¹, Медведевских М.Ю.¹, Ильина Е.В.², Галеев Р.Р.²

¹ФГУП «Уральский научно - исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»), г. Екатеринбург, РФ
e-mail: krasheninina_m@uniim.ru

²ФГБУ «Информационно-методический центр по экспертизе, учету и анализу обращения средств медицинского применения Росздравнадзора» (ФГБУ «ИМЦЭУАОСМП»)
e-mail: ikatenavl@gmail.com

Ключевые слова: спектрометрия комбинационного рассеяния, идентификация и подтверждение подлинности лекарственных средств, аттестация методики измерений

Для сохранения жизни и здоровья людей очень важно качество используемых для их лечения лекарственных средств. Одним из главных условий обеспечения качества лекарственных средств являются идентификация или подтверждение подлинности, а также контроль содержания основного компонента.

Анализ современных тенденций развития новейших методов анализа в медицине показывает, что в подавляющем большинстве случаев на первое место сегодня выходят методы, минимизирующие время анализа и разрушение лекарственных препаратов. В этом случае метод спектрометрии комбинационного рассеяния света (далее – метод КРС) при проведении рутинных измерений обладает этими преимуществами перед традиционными методами «мокрой» химии в особенности для препаратов в инъекционной форме, поскольку он является неразрушающим, бесконтактным, экспрессным и не требующим пробоподготовки [1].

Целью настоящей работы являлась разработка и аттестация методики идентификации и последующего количественного определения содержания основных компонентов методом КРС для лекарственных препаратов, находящихся в инъекционной форме, и подтверждение характеристик методики путем проведения межлабораторных сличительных испытаний.

Работа выполнена ФГУП «УНИИМ», г. Екатеринбург совместно с ФГБУ "ИМЦЭУАОСМП" Росздравнадзора, отдел по развитию неразрушающих методов испытания качества лекарственных средств, г. Казань.

Методика идентификации или подтверждения подлинности является качественной методикой измерений. Идентификация лекарственных препаратов осуществляется путем сравнения спектров комбинационного рассеяния испытуемого образца, с аналогичными спектрами, полученными от оригинальных медикаментов ранее и хранящимися в базе данных.

Требования к разработке, оформлению и узаконению качественных методик в настоящее время отсутствуют, поэтому для оценки показателей точности методики измерений была использована количественная характеристика в виде коэффициента корреляции измеренного и библиотечного спектров в диапазоне от 0 до 1. Показатели точности оценены в виде показателей прецизионности, которые рассчитаны в соответствии с [2] по данным квазимежлабораторного эксперимента с участием пяти лабораторий. Метрологические характеристики приведены в таблице 1.

Количественная методика измерений содержаний основных компонентов в инъекционных лекарственных средствах методом КРС основана на прямо пропорциональной зависимости интенсивности (I) линий спектра числу молекул (N) в единице объема:

$$I = i \cdot k \cdot N, \quad (1)$$

где i – интенсивность рассеиваемого света на одну молекулу; k – коэффициент, зависящий от условий эксперимента, постоянная для применяемого средства измерений величина.

В ходе аттестации методики измерений в качестве образцов для оценивания использовали лекарственные препараты: аскорбиновая кислота, новокаин и тиосульфат натрия, проанализированные на Государственном вторичном эталоне единиц массовой доли, массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах ГВЭТ 176-1-2010 (далее – ГВЭТ 176-1-2010). Применение ГВЭТ 176-1-2010, подтвердившего свои калибровочные и измерительные возможности путем участия в международных ключевых сличениях ССQM-K130 [3] и ССQM-K149 [4], обеспечивает современное требование о прослеживаемости результатов измерений до единиц СИ [5].

Оценка показателей прецизионности проведена в соответствии с [2]. Оценка показателя правильности проведена путем оценивания смещения результатов измерений, полученных на ГВЭТ 176-1-2010 и результатов, полученных по аттестуемой методике измерений. Дополнительно был проведен многофакторный эксперимент с целью оценки влияния методических факторов на результаты измерений [6]. Факторы, подвергшиеся изучению: температура окружающей среды, вариант упаковки (объем ампулы), производители, содержание основного компонента, растворители. Данные обрабатывали регрессионным анализом с помощью пакет Microsoft Excel.

В ходе обработки данных многофакторного эксперимента получены следующее значение смещения на примере новокаина:

$$\Delta T = 1,010(C - C_0) - 0,005(V - V_0) + 0,0001(S - S_0) + 1,320(P - P_0) + 0,092(T - T_0) \quad (2)$$

Таким образом, влияние методических параметров рассчитывали по формуле:

$$\sum_{\xi=1}^P \left(\frac{\partial C_i}{\partial \Delta T_{\xi}} \right)^2 \cdot \Delta^2(\Delta T_{\xi}) = \sqrt{\left(1,010 \frac{\Delta C}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left(0,005 \frac{\Delta V}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left(0,0001 \frac{\Delta S}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left(1,320 \frac{\Delta P}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left(0,092 \frac{\Delta T}{\sqrt{3}} \right)^2}, \quad (3)$$

где ΔC – содержание основного компонента, мг/см³;

ΔV – варианты упаковки (объем ампулы), см³; ΔS – варианты растворителя;

ΔP – производитель лекарственного средства; ΔT – температура окружающей среды.

При незначимости смещения показатель правильности методики рассчитывали по формуле:

$$\Delta_{c,m} = 1,96 \sqrt{\frac{S_m^2}{L} + \frac{\Delta_{0m}^2}{3} + \sum_{\xi=1}^P \left(\frac{\partial C_i}{\partial \Delta T_{\xi}} \right)^2 \cdot \Delta^2(\Delta T_{\xi})} = 1,96 \cdot \sigma_{c,m}, \quad (4)$$

где S_m^2 – дисперсия, характеризующая разброс результатов измерений в условиях воспроизводимости, мг/см³;

L – число результатов измерений, см³;

Δ_{0m}^2 – погрешность результата измерений, полученного на ГВЭТ 176-1-2010, мг/см³;

Полученные показатели точности представлены в таблице 1.

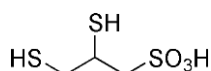
Таблица 1. Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений, измеряемая величина	Показатель повторяемости, σ_r	Показатель воспроизводимости, σ_R	Показатель точности, $\pm\delta$
от 0 до 1,0 коэффициент корреляции	0,008 абс.	0,013 абс.	-
от 1 до 350 мг/см ³ , массовая концентрация	5 отн. %	8 отн. %	20 отн%

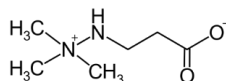
В 2018 году ФГУП «УНИИМ» провел специальные межлабораторные сравнительные испытания для лабораторий Росздравнадзора в области количественного определения основных компонентов методом спектрометрии комбинационного рассеяния света, раунд: МСИ 241-Л2(КР)-1/2018 и в области подтверждения подлинности (идентификации) инъекционных лекарственных средств, раунд: МСИ 241-Л1(КР)-1/2018.

В качестве объектов исследования в данных раундах МСИ были выбраны лекарственные препараты:

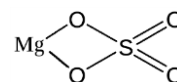
Унитиол-ферейн
(2,3-димеркаптопропансульфонат натрия)



Мельдоний
(2-(2-Карбоксилатэтил)-1,1,1-триметилгидразиний)



Сульфат магния



Прослеживаемость результатов измерений в ходе проведения МСИ обеспечена путем проведения измерений на ГВЭТ 176-1-2010. Схема прослеживаемости представлена на рис.1.

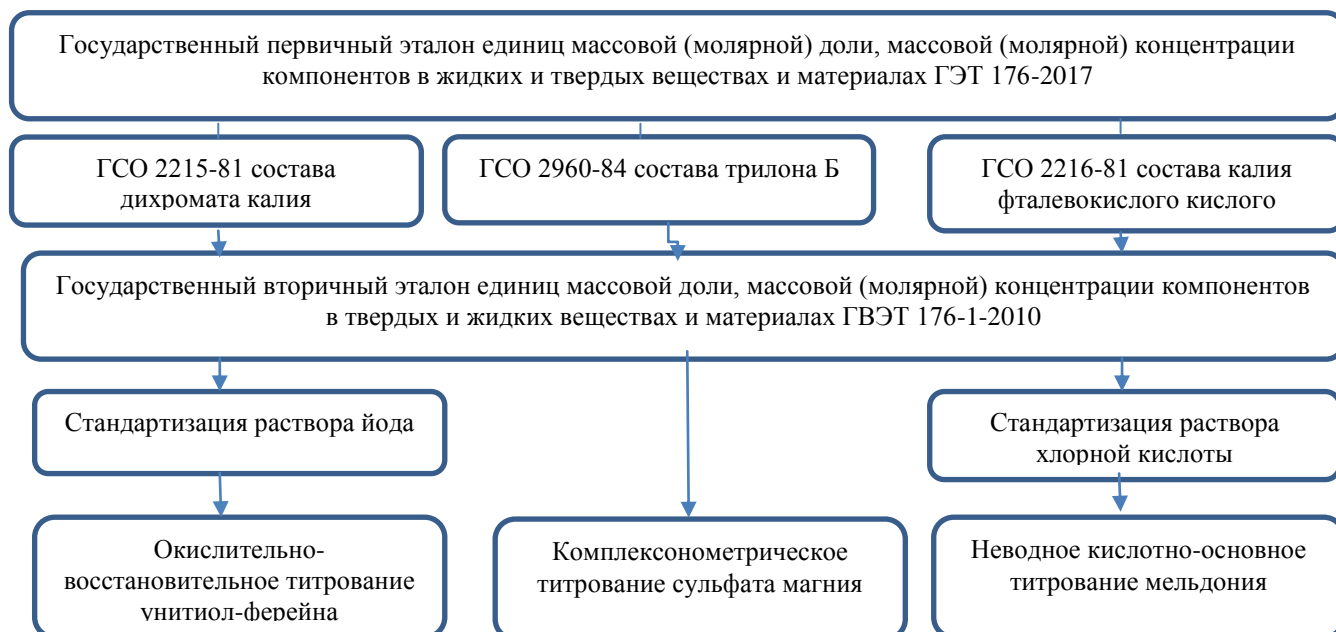


Рис.1. Схема метрологической прослеживаемости с помощью ГВЭТ 176-1-2010

Качество результатов измерений оценивали в соответствии с ГОСТ ISO/IEC 17043 [7] и ГОСТ Р ИСО 13528 [8] путем сравнения значений Z - индексов с установленными нормативами контроля.

Все участники раундов при реализации методики измерений, основанной на КРС, в области подтверждения подлинности (идентификации) и при определении показателя «содержание основного компонента» в инъекционных лекарственных средствах показали удовлетворительные результаты. Таким образом, метрологические характеристики методики идентификации и последующего количественного определения содержания основных компонентов методом КРС для лекарственных препаратов, находящихся в инъекционной форме подтверждены.

ЛИТЕРАТУРА

1. Спектроскопия комбинационного рассеяния в медицинской диагностике: электрон. метод. указания / сост.: В.Н. Гришанов. – Электрон. текстовые и граф. данные (0,23 Мб). – Самара: Изд-во СГАУ, 2015. – 1 эл. опт. диск (CD-ROM)
2. РМГ 61-2010 ГСИ. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного анализа
3. https://kcdb.bipm.org/appendixB/KCDB_ApB_info.asp?cmp_idy=1472&cmp_cod=CCQM-K130&prov=exalead
4. https://kcdb.bipm.org/appendixB/KCDB_ApB_info.asp?cmp_idy=2625&cmp_cod=CCQM-K149&prov=exalead
5. M. Medvedevskikh, M. Krasheninina, E. Rego, W. Wollinger, T. M. Monteiro, L. J. de Carvalho, S. Garcia, C. Haraldsson, M. Rodriguez, G. Rodriguez, K. Salvo, V. Gavrilkin, S. Kulyk and L. Samue Key comparison Final report of CCQM-K130 nitrogen mass fraction measurements in glycine // Metrologia, Volume 54, Technical Supplement 2017
6. К. Дерффель Статистика в аналитической химии. Пер. с нем. – М.: Мир, 1994. 268 с.
7. ГОСТ ISO/IEC 17043-2013 Основные требования к проведению проверки квалификации
8. ГОСТ Р ИСО 13528-2010 Статистические методы. Применение при экспериментальной проверке компетентности посредством межлабораторных сравнительных испытаний

О ХОДЕ РАЗРАБОТКИ СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА ГЛЮТЕНА

Крашенинина М. П.¹, Сергеева А. С.¹, Медведевских М. Ю.¹, Милюшкин А. Л.², Шаталов И. С.³

¹ФГУП «Уральский научно - исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»), г. Екатеринбург, РФ
e-mail: krasheninina_m@uniim.ru

²ФГБУ «Институт физической химии и электрохимии им. Фрумкина РАН», e-mail: dir@phyche.ac.ru

³ООО «ХЕМА», e-mail: onco@xema.ru

Ключевые слова: глютен, стандартный образец, иммуноферментный метод анализа, безопасность пищевой промышленности, целиакия

В соответствии с документом Комиссии Кодекса Алиментариус [1], глютен определяется как белковая фракция пшеницы, ржи, ячменя, овса или их гибридов и производные из этой белковой фракции, которые могут быть непереносимы некоторыми людьми. Глютен состоит из двух фракций: проламинов и глютелинов. Содержания глютена напрямую зависит от содержания фракции проламинов.

Контроль содержания глютена в пищевых продуктах играет ключевую роль в обеспечении безопасности пищевых продуктов, предназначенных для больных целиакией – хроническим, прогрессирующим, наследственно обусловленным заболеванием, характеризующимся стойкой непереносимостью глютена злаковых культур с развитием атрофии слизистой тонкой кишки и связанного с ней синдрома мальабсорбции. По данным международных организаций до 1 % населения Земли страдает этой болезнью [2,3]. Единственным методом лечения целиакии и профилактики ее осложнений является строгая и пожизненная безглютеновая диета.

В соответствии с международным документом [4,5], иммуноферментный анализ (далее - ИФА) является рекомендованным методом для определения содержания глютена в пищевых ингредиентах и готовых продуктах питания. Выбор в пользу ИФА-метода был сделан ввиду его специфичности, чувствительности и пригодности для рутинного анализа.

ИФА–метод основан на иммуноферментной реакции, в процессе которой меченные антитела к глиадину образуют химически прочный комплекс, изменяющий цвет продуктов химических реакций с последующим измерением оптической плотности. ИФА–метод реализован в тест-системах, выпускаемых различными производителями и основанных на использовании антител, которые были индуцированы к различным проламиновым фракциям или специфическим последовательностям, являющимся токсичными. Разные тест-системы не всегда дают одинаковые результаты определения содержания глютена в одних и тех же продуктах питания или пищевых ингредиентах, что продемонстрировано, например, в [6–8], а также на рис. 1.

На сегодняшний день наиболее хорошо охарактеризованным стандартным образцом является образец глиадин (далее – PWG-глиадин) [9]. PWG-глиадин представляет собой порошок глиадин, полученный путем извлечения глиадинов из муки, приготовленной из 28 наиболее распространенных европейских сортов пшеницы.

Институт стандартных образцов и измерений (IRMM, Бельгия) первоначально утвердил PWG-глиадин в качестве сертифицированного стандартного образца, но вскоре отозвал свое решение. На практике оказалось, что создание СО, содержащего 28 различных сортов пшеницы привело к трудности проведению измерений, к высокой стоимости создания образца и не привело к уменьшению разброса при проведении измерений на различных тест-системах.

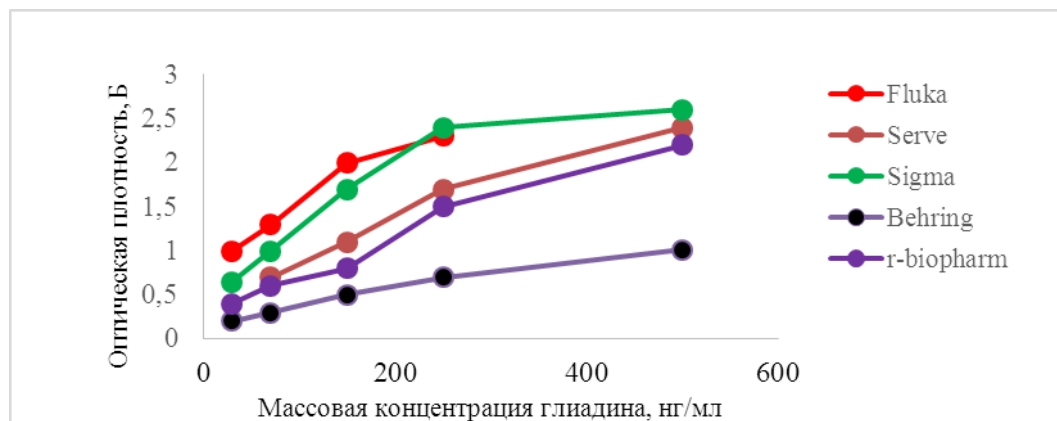


Рис. 1. Влияние применения различных стандартных образцов для калибровки тест-систем

Таким образом, несмотря на большое количество работ, посвященных этому вопросу, большому количеству производителей тест-систем, вопрос метрологического обеспечения остается нерешенным.

ФГУП «УНИИМ» совместно с компанией «Хема», г. Москва и Институтом физической химии и электрохимии РАН, г. Москва, начал работы по созданию СО состава глиадина. Исходным материалом являлась мука пшеницы твердой. Для получения глиадина использовали муку, которая экстрагировалась 70 % этиловым спиртом.

В институте физической химии и электрохимии проведен качественный и количественный анализ на жидкостном хроматографе с масс-спектрометрическим детектором в условиях обращенно-фазовой хроматографии с градиентным элюированием. Результаты представлены в таблице 1.

Данные, представленные в таблице 1, были использованы для расчета коэффициента пересчета массовой доли азота на массовую долю белка.

Таблица 1. Содержание аминокислот в гидролизате глиадина по результатам измерений методом ВЭЖХ/МС

Аминокислоты	Глицин	Аланин	Валин	Лейцин	Серин	Глутаминовая кислота	Глутамин	Аспаргиновая кислота	Аспаргин	Фенилаланин
С, мг/см ³	<0,01	<0,01	1,2	124,4	0,16	9,3	-	-	5,4	4,2
%, (масс)	<0,003	<0,003	0,446	37,015	0,048	2,767	-	-	1,607	1,205
Аминокислоты	Лизин	Аргинин	Гистидин	Цистеин	Триптофан	Пролин	Метионин	Треонин	Общее содержание	
С, мг/см ³	-	0,06	0,06	-	-	20,6	<0,01	145,9	336,08	
%, (масс)	-	0,018	0,018	-	-	6,129	<0,003	43,412	100	

Массовая доля азота в выделенном глиадине была определена с применением Государственного вторичного эталона единиц массовой доли, массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе объемного

титриметрического метода анализа ГВЭТ 176-1-2010. Современные требования по прослеживаемости результатов измерений подтверждаются результатами успешно проведенных ключевых сличений ССQM-K130 «Массовая доля азота в глицине» [10].

Охарактеризованный раствор глиаина в 70 % спирте был использован для построения градуировочной кривой для тест-систем, произведенных компанией «ХЕМА». В данной тест-системе используется принцип двухсайтового (сэндвич) иммуноферментного анализа.

Выводы

1. Выделен глиадин из муки пшеницы путем многократной экстракцией 70 % спиртом.
2. Определен аминокислотный состав раствора глиаина методом ВЭЖХ/МС, данные которого впервые позволили оценить коэффициент пересчета содержание азота на белок для проламиновой фракции.
3. Определено содержание массовой доли азота в спиртовом растворе глиаина с привлечением ГВЭТ 176-1-2010, имеющего подтвержденные калибровочные и измерительные возможности в международной базе МБМВ, что обеспечивает прослеживаемость результатов измерений массовой доли азота (белка - глиаина) до единиц СИ.
4. Опробован подготовленный материал-кандидат в СО для градуировки тест-системы разработанной ООО «ХЕМА». Получены предварительные характеристики точности для этой тест-системы.

ЛИТЕРАТУРА

1. Codex Alimentarius. 1979 (adopted 1979; amended 1983 and 2015; revised 2008). Standard 118-1979. Standard for Foods for Special Dietary Use for Persons Intolerant to Gluten. Food and Agriculture Organization of the United Nations and the World Health Organization, Rome.
2. Wieser H., Koehler P., Konitzer K. Celiac disease and gluten—multidisciplinary challenges and opportunities. Academic Press Elsevier, London, 2014.
3. Joint FAO/WHO Food Standards Programme. Codex Committee on Nutrition and Foods for Special Dietary Uses (2007a). Report of the 29th session, ALINORM 08/31/26.
4. Технический регламент Таможенного союза ТР ТС - 027 - 2012 «О безопасности отдельных видов специализированной пищевой продукции, в том числе диетического лечебного и диетического профилактического питания», принятый решением Совета Евразийской экономической комиссии № 34 от 15 июня 2012 г.
5. Codex Committee of Methods of Analysis and Sampling. MAS/36 CRD/15. Report on the 36th session in Budapest, Hungary, on 23–27 February 2015.
6. Scherf K.A. Gluten analysis of wheat starches with seven commercial ELISA Test Kits — up to six different values // Food Anal. Methods. 2017. V. 10. P. 234–246.
7. Bugyi Z., Török K., Hajas L., Adonyi Z., Popping B., Tömösközi S. Comparative study of commercially available gluten ELISA kits using an incurred reference material // Qual Assur Saf Crop. 2013. V. 5. P. 79–87.
8. Török K., Hajas L., Horvath V., Schall E., Bugyi Z., Kemeny S., Tömösközi S. Identification of the factors affecting the analytical results of food allergen ELISA methods // Eur Food Res Technol. 2015. V. 241. P. 127–136.
9. Van Eckert R., Berghofer E., Ciclitira P.J., Chirido F., Denery-Papini S., Ellis H.J., Ferranti P., Goodwin P., Immer U., Mamone G., Méndez E., Mothes T., Novalin S., Osman A., Rumbo M., Stern M., Thorell L., Whim A., Wieser H. Towards a new gliadin reference material – isolation and characterization // J Cer Sci. 2006. V. 43. P. 331-341.
10. M. Medvedevskikh, M. Krasheninina, Eliane C P do Rego, Wagner Wollinger, Tânia M Monteiro, Lucas J de Carvalho, Steve Ali Acco Garcia, C. Haraldsson, M Alejandra Rodriguez, Gabriela Rodriguez, K. Salvo, V. Gavrilkina, S. Kulyk and L. Samue KEY COMPARISON Final report of CCQM-K130 nitrogen mass fraction measurements in glycine // Metrologia, Volume 54, Technical Supplement 2017.

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ ИЗОТОПНОГО СОСТАВА ДЛЯ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДА МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ С ИЗОТОПНЫМ РАЗБАВЛЕНИЕМ

Кремлёва О. Н., Табатчикова Т. Н.

ФГУП «Уральский научно - исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»), г. Екатеринбург, РФ
e-mail: kremleva77@yandex.ru

Ключевые слова: масс-спектрометрия, первичный метод измерений, стандартные образцы обогащенного изотопного состава элементов, номенклатуры стандартных образцов

Масс-спектрометрия с изотопным разбавлением признана Консультативным Комитетом по Количеству Вещества (CCQM) в качестве метода, который может считаться первичным методом измерений. Метод изотопного разбавления в масс-спектрометрии обладает рядом преимуществ перед другими аналитическими методами.

Первостепенной задачей в рамках развития метода изотопного разбавления в масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой является разработка и создание номенклатуры стандартных образцов обогащенного изотопного состава элементов. С 2012 г. ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» ведет работы по исследованию возможности применения метода масс-спектрометрии с изотопным разбавлением для создания стандартных образцов веществ и материалов и, одновременно с этим, занимается разработкой стандартных образцов утвержденного типа обогащённого изотопного состава. Исследования проводятся на масс-спектрометре с индуктивно-связанной плазмой NexION 300D («Perkin Elmer»), входящим в состав Государственного вторичного эталона единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации металлов в жидких и твердых веществах и материалов ГВЭТ 196-1-2012.

К настоящему времени разработаны следующие стандартные образцы:

- СО изотопного состава никеля, обогащённого изотопом ^{60}Ni , в азотнокислом растворе (^{60}Ni СО УНИИМ) ГСО 10273-2013;
- СО изотопного состава свинца, обогащённого изотопом ^{206}Pb , в азотнокислом растворе (^{206}Pb СО УНИИМ) ГСО 10274-2013;
- СО изотопного состава кадмия, обогащённого изотопом ^{111}Cd , в растворе (^{111}Cd СО УНИИМ) ГСО 10493-2014;
- СО изотопного состава серебра, обогащённого изотопом ^{107}Ag , в растворе (^{107}Ag СО УНИИМ) ГСО 10494-2014.

Учитывая существенную потребность в подобных СО, к дальнейшей разработке подготовлены материалы СО обогащенного изотопного состава хрома, таллия, магния, стронция, рубидия, меди, цинка и др.

Одновременно с разработкой указанных СО ФГУП «УНИИМ» проводит работы по опробованию и реализации метода масс-спектрометрии с изотопным разбавлением с применением разработанных СО при проведении различных измерений в части научной работы, а также при проведении испытаний СО в целях утверждения типа СО.

Метод масс-спектрометрии с изотопным разбавлением с использованием указанных стандартных образцов был успешно применен при разработке стандартных образцов состава различных матриц, таких как чистые металлы и сплавы, некоторые объекты пищевой продукции. Применение метода опробовано для анализа матриц, имеющих проблемное «недоопределение» элемента в результате неполного химического вскрытия. Это может быть

неполное растворение сложных геологических объектов, частичное улетучивание элемента или соосаждение в случае удаления матрицы. Использование метода МС-ИР позволяет получать хорошо воспроизводимые и сопоставимые между собой значения массовых долей примесных элементов, в т.ч. в «сложных» матрицах, что обеспечивает получение более точных результатов измерений. Немаловажным аспектом является то, что в некоторых случаях использование метода МС-ИР позволяет сократить время пробоподготовки.

С учетом проведенных исследований появилась возможность совершенствования эталона в области измерения изотопных отношений и применения метода масс-спектрометрии с изотопным разбавлением.

МЕТОДИКИ АНАЛИЗА ВОЗДУШНЫХ СРЕД. АТТЕСТАЦИЯ И ОРГАНИЗАЦИЯ ВНУТРИЛАБОРАТОРНОГО КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

Кропанев А. Ю.

ФГУП «Уральский научно - исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»), г. Екатеринбург, РФ
e-mail: kropanev@inbox.ru

Ключевые слова: методики анализа воздушных сред, воздух рабочей зоны, атмосферный воздух, выбросы, аттестация, оперативный контроль, контроль стабильности, аналитическая стадия, стадия отбора аналитической пробы

В данной работе предложен расчётно – экспериментальный метод аттестации и организации внутрилабораторного контроля методик анализа воздушных сред (МАВС) – воздуха рабочей зоны, атмосферного воздуха и промышленных выбросов в атмосферу с использованием стандартных образцов.

Воздушные среды – воздух рабочей зоны, атмосферный воздух, промышленные выбросы в атмосферу характеризуются высокой изменчивостью, нестабильностью и неоднородностью по определяемым показателям, а значит и невозможностью отбора двух и более параллельных проб, невозможностью длительного хранения отобранных проб. Вследствие этих причин аттестация МАВС, не обеспеченных поверочными газовыми смесями и источниками микропотоков, затруднена. Например, большинство методик анализа воздуха рабочей зоны, атмосферного воздуха [1] являются неаттестованными, и их применение недопустимо в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений.

В действующих ГН 2.2.5.3532-18 [2] установлены ПДК в воздухе рабочей зоны для двух тысяч пятисот веществ, в ГН 2.2.5.2308-07 [3] установлены ориентировочно-безопасные уровни воздействия (ОБУВ) еще на 580 веществ, т.е. необходимо иметь около трех тысяч аттестованных методик только по воздуху рабочей зоны.

Следует отметить, что разработано небольшое число стандартных образцов (СО) воздушных сред – поверочных газовых смесей (ПГС), менее чем для тридцати веществ с установленными ПДК, эти вещества представляют собой неорганические газы и легкие органические соединения. Кроме того, разработано около ста источников микропотоков (ИМ), также на легкие органические соединения. Такой набор разработанных СО не позволяет, для подавляющего большинства методик анализа воздушных сред, установить на основе аттестационного эксперимента показатели точности методики анализа и, на основе найденных показателей точности методики анализа, установить нормативы внутрилабораторного контроля и реализовать процедуры оперативного контроля и процедуры контроля стабильности.

Предлагаемый метод предусматривает условное разделение методики на две стадии – отбора аналитической пробы и аналитическую стадию. Для стадии отбора аналитической пробы расчетно-экспериментальный метод нахождения характеристик погрешности, для аналитической стадии – экспериментальный метод, аналогично другим методикам анализа конденсированных сред.

Предлагаемый метод распространяется на методики, процедура которых предусматривает стадию отбора аналитической пробы с применением жидкого или твердого поглотителя анализируемых компонентов воздушной среды (это могут быть твердые

адсорбенты, фильтры, жидкие поглотители) при этом определяемые компоненты переводятся в конденсированное состояние и в дальнейшем реализуется аналитическая стадия методики, вплоть до получения результата измерений. Разделение методик на несколько стадий на стадию отбора аналитической пробы и аналитическую стадию является условным.

Описываемый подход не распространяется на методики с использованием индикаторных трубок и автоматических газоанализаторов.

Предлагается постадийное установление показателей качества методик анализа воздушных сред. Для каждой стадии отдельно оцениваются характеристики погрешности.

Показатель точности стадии отбора аналитической пробы ($\delta_{оп}$), устанавливают расчетно-экспериментальным путем. Используя паспортные данные средств измерений, применяемых при отборе, оценивают характеристики погрешности измерений, скорости аспирации воздуха через поглотитель, времени аспирации воздуха, температуры и давления воздуха во время отбора пробы.

Погрешность аналитической стадии в общем случае определяется погрешностью, связанной с подготовкой пробы, и погрешностью, связанной с получением измерительной информации о составе аналитической пробы.

В рамках данного подхода характеристики погрешности аналитической стадии (в том числе показатель точности аналитической стадии δ_a) оценивают экспериментально с использованием алгоритмов, приведенных в РМГ 61-2010 [4].

В качестве средств для экспериментального оценивания характеристик погрешности аналитической стадии могут быть использованы чистые поглотители в количестве, достаточном для достоверной оценки характеристик погрешности, с введенным в них известным, одинаковым количеством стандартного образца или аттестованной смеси определяемого компонента, на которых можно получать результаты параллельных определений по аналитической стадии или определений по аналитической стадии в условиях воспроизводимости (внутрилабораторной прецизионности).

Оценивают с использованием межлабораторного эксперимента при первичной аттестации методики следующие характеристики погрешности аналитической стадии методики:

- показатель повторяемости аналитической стадии ($\sigma_{r,a}$);
- показатель воспроизводимости аналитической стадии методики ($\sigma_{R,a}$);
- показатель правильности аналитической стадии методики ($\delta_{c,a}$);
- показатель точности аналитической стадии методики (δ_a).

Оцененные значения показателя точности методики анализа сравнивают с установленными в НД значениями норм погрешности.

Показатель точности методики (δ) оценивают путем суммирования $\delta_{оп}$ и δ_a по уравнению:

$$\delta = \sqrt{\delta_{оп}^2 + \delta_a^2}$$

Внутрилабораторный контроль качества результатов количественного химического анализа при реализации методики в лаборатории проводят по РМГ 76 – 2014 [5] и ГОСТ Р ИСО 5725-2002 [6] путем контроля качества результатов, полученных по аналитической стадии методики. Используют средства контроля аналогичные средства, используемым при оценивании характеристик погрешности аналитической стадии методики.

Например, для методики измерений предусматривающей аспирацию воздуха, через фильтр, изготавливают фильтры с нанесенным на них известным, одинаковым количеством определяемого компонента в виде навески стандартного образца с аттестованным содержанием определяемого компонента. Для методики, предусматривающей аспирацию воздуха через жидкий поглотитель, в котором определяемый компонент растворяется или химически реагирует с жидким поглотителем, изготавливают жидкие поглотители, с введенным в них известным и одинаковым количеством стандартного образца или аттестованной смеси определяемого компонента.

Показана возможность организации внутрилабораторного контроля аналитической стадии, всех алгоритмов, как оперативного контроля, так и всех алгоритмов контроля стабильности, в том числе построение контрольных карт Шухарта. Предложенный метод позволяет организовать аттестацию большинства воздушных методик, используемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, которые ранее не были аттестованы и не обеспечены стандартными образцами в виде поверочных газовых смесей и источников микропотоков.

ЛИТЕРАТУРА

1. РД 52.04.186-89 «Руководство по контролю загрязнения атмосферы»
2. ГН 2.2.5.3532-18 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны»
3. ГН 2.2.5.2308-07 «Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) вредных веществ в воздухе рабочей зоны»
4. РМГ 61 - 2010 «ГСИ. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки» Москва, Стандартинформ, 2013, 58 с.
5. РМГ 76 – 2014 «ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа» Москва, Стандартинформ, 2015, 110 с.
6. ГОСТ Р ИСО 5725-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений» Москва, Стандартинформ, 2006

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

Кулябина Е.В., Мелкова О.Н., Гуськова Е.А.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»),
г. Москва, РФ

ORCID 0000-0002-6076-4569 e-mail: kuliabina@vniims.ru, melkova@vniims.ru, e.guskova@vniims.ru

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

Каждый человек жаждет быть здоровым, жить долго и счастливо полноценной, насыщенной жизнью. Правда, существуют люди, которые оспаривают эту позицию. Но все же мы будем придерживаться той точки зрения, что для каждого человека важно иметь достоверную информацию о состоянии его организма, включая результаты анализов, постановку диагнозов и назначение адекватного лечения. Понятно, что для этого должна существовать сильная система здравоохранения, которая у нас создана, но также совершенно необходимы существование и полноценная работа метрологической системы в лабораторной медицине, обеспечение метрологической прослеживаемости результатов измерений.

В соответствии с Федеральным законом от 26.06.2008 N 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» [1], понятие прослеживаемость – это свойство эталона единицы величины, средства измерений или результата измерений, заключающееся в документально подтвержденном установлении их связи с государственным первичным эталоном или национальным первичным эталоном иностранного государства соответствующей единицы величины посредством сличения эталонов единиц величин, поверки, калибровки средств измерений.

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

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

Достигается поставленная цель путем разработки Государственного первичного эталона единицы каталитической активности – катал, участия в международных сличениях, разработки стандартных образцов анализируемых субстанций в сыворотке, плазме крови, разработке и аттестации методик измерений и референтных методик измерений, создании цифровой метрологии для лабораторной медицины.

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

Таблица 1. Метрологические характеристики эталона Катал

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

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

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

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

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

Наша лаборатория метрологического обеспечения биологических и информационных технологий, со своей стороны, вносит посильный вклад в решение этой проблемы. Так, например, совместно с ФГБУ «ФНИЦЭМ им. Н.Ф. Гамалеи» Минздрава России в 2017 году был утвержден три стандартных образца – массовой концентрации рекомбинантного протективного антигена *Bacillus anthracis* в фосфатно-солевом растворе, массовой концентрации рекомбинантного белка GP вируса Эбола и массовой концентрации рекомбинантного токсина *Clostridium Difficile* [4], имеющие метрологические характеристики, приведенные в таблице 2.

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

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

В текущем году силами нашей лаборатории разрабатываются и испытываются стандартные образцы каталитической концентрации ферментов с определенной каталитической активностью, предназначенные для калибровки и поверки биоаналитических средств измерений.

В эталон Катал также входят и стандартные образцы твердотельных гетерогенных катализаторов, которые применяются, в том числе для осуществления процессов очистки выхлопных газов.

В 2011 году Правительством Российской Федерации рациональное природопользование было названо одним из приоритетных направлений развития науки и техники. Постоянный рост объемов производства и потребления топлива и числа транспортных средств ведет за собой рост объема поступающих в атмосферу вредных веществ, таких как углеводороды, сероводород, оксид серы, оксид углерода, оксид азота, различные виды твердых частиц. Качество очистки выхлопных газов напрямую влияет на количество выбрасываемых в атмосферу вредных веществ.

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

В 2018 г. мы планируем испытать стандартные образцы алюмо-магнийхромового катализатора ИК-12-72 и оксидного алюмомарганцевого катализатора ИКТ-12-40, разработанные Институтом катализа им. Г.К. Борескова СО РАН. Каталитическая активность будет выражена в единицах каталитической активности – в каталах, отнесенных к граммам катализатора.

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

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

Результатом проводимых работ по созданию стандартных образцов, обеспечивающих точные результаты измерений каталитической активности, явится построение иерархий калибровок для востребованных объектов, установленных на основе Перечня критических технологий Российской Федерации, государственных программ «Развитие фармацевтической и медицинской промышленности на 2013-2020 годы», «Развитие промышленности и повышение ее конкурентоспособности на период до 2020 года».

ЛИТЕРАТУРА

1. Федеральный закон от 26.06.2008 N 102-ФЗ (ред. от 13.07.2015) «Об обеспечении единства измерений». http://www.consultant.ru/document/cons_doc_LAW_77904/
2. Международный словарь по метрологии VIM-3. http://ipg.geospace.ru/metrology/docs/JCGM_200_2008-trans.pdf
3. Заключительный отчет о выполнении НИР «Проведение фундаментальных исследований в области измерений физико-химического состава и свойств веществ с целью создания государственного первичного специального

эталона единицы каталитической активности биологически и химически активных веществ – катал». ФГУП «ВНИИМС», 2016, том 1, С. 4.

4. Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.
http://www.fundmetrology.ru/08_standard/2list.aspx

РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ МАССОВОЙ ДОЛИ ЭЛЕМЕНТОВ В ТВЕРДОЙ МАТРИЦЕ ДЛЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО И АТОМНО-ЭМИССИОННОГО АНАЛИЗА

Кузнецова М. Ф., Собина А. В., Зыскин В. М., Шимолин А. Ю.

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

Ключевые слова: стандартный образец, рентгенофлуоресцентный анализ, атомно-эмиссионный анализ, массовая доля натрия, массовая доля хлора, массовая доля свинца, массовая доля железа, твердая матрица

В настоящее время в РФ выпускаются стандартные образцы (СО) массовой доли элементов в твердой основе, метрологические характеристики которых установлены расчетно-экспериментальным методом. При реализации такой процедуры проводится смешивание двух или более исходных компонентов с известным составом и прессование полученной смеси. Потери компонентов в процессе гомогенизации смеси не учитываются. Недостатком данного метода является отсутствие контроля аттестованных значений стандартных образцов после смешивания исходных материалов.

Целью настоящей работы была разработка СО массовой доли натрия и хлора в твердой матрице, СО массовой доли железа в твердой матрице, СО массовой доли свинца в твердой матрице, метрологические характеристики которых установлены на Государственном первичном эталоне единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2017, состав и метрологические характеристики которого описаны ранее [1, 2]. Основное назначение данных стандартных образцов – поверка, калибровка, испытания в целях утверждения типа рентгенофлуоресцентных и атомно-эмиссионных спектрометров.

Материал СО массовой доли натрия и хлора в твердой матрице представляет собой реактив натрия хлористого, спрессованный в виде дисков диаметром (30 ± 1) мм, высотой $(4,5 \pm 0,5)$ мм.

Материал СО массовой доли свинца в твердой матрице представляет собой смесь реактивов свинца (II) азотнокислого и борной кислоты, спрессованную в виде дисков диаметром (30 ± 1) мм, высотой $(4,5 \pm 0,5)$ мм.

Материал СО массовой доли железа в твердой матрице представляет собой смесь реактивов оксида железа (III) и борной кислоты, спрессованную в виде дисков диаметром (30 ± 1) мм, высотой $(4,5 \pm 0,5)$ мм.

Способ приготовления образцов в виде спрессованных таблеток без связующих добавок и со связующими добавками широко применяется и описан в [3].

Метрологические характеристики стандартных образцов были установлены на Государственном первичном эталоне ГЭТ 176-2017: для СО массовой доли натрия и хлора в твердой матрице – методом кулонометрического титрования, для СО массовой доли свинца и железа в твердой матрице - методом кулонометрии с контролируемым потенциалом.

Характеристику стандартной неопределённости от неоднородности материала СО определяли в соответствии с [4].

Стабильность материала подтверждали измерениями массовой доли элементов в течение трех лет через равные промежутки времени на материале СО, изготовленном ранее. Оценивание относительной стандартной неопределенности от нестабильности проводили в соответствии с [4].

Метрологические характеристики СО представлены в таблицах 1 – 3.

Таблица 1. Метрологические характеристики СО массовой доли натрия и хлора в твердой матрице (NaCl-ТМ СО УНИИМ)

Аттестуемая характеристика СО, %	Аттестованное значение, %	Расширенная относительная неопределённость аттестованного значения U , % (при $k=2$)	Границы относительной погрешности аттестованного значения δ , % (при $P=0,95$)
Массовая доля натрия	39,3	0,1	$\pm 0,1$
Массовая доля хлора	60,7	0,1	$\pm 0,1$

Таблица 2. Метрологические характеристики СО массовой доли свинца в твердой матрице (Pb-ТМ СО УНИИМ)

Аттестуемая характеристика СО, %	Аттестованное значение, %	Расширенная относительная неопределённость аттестованного значения U , % (при $k=2$)	Границы относительной погрешности аттестованного значения δ , % (при $P=0,95$)
Массовая доля свинца	1,03	3	± 3

Таблица 3. Метрологические характеристики СО массовой доли железа в твердой матрице (Fe-ТМ СО УНИИМ)

Аттестуемая характеристика СО, %	Аттестованное значение, %	Расширенная относительная неопределённость аттестованного значения U , % (при $k=2$)	Границы относительной погрешности аттестованного значения δ , % (при $P=0,95$)
Массовая доля железа	0,96	3	± 3

Разработанные СО внесены в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. Информация представлена в таблице 4.

Таблица 4. Информация о внесении разработанных СО в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений

Номер СО в Государственном реестре утвержденных типов СО	Наименование СО
10934-2017	СО массовой доли натрия и хлора в твердой матрице (NaCl-ТМ СО УНИИМ)
10991-2017	СО массовой доли свинца в твердой матрице (Pb-ТМ СО УНИИМ)
11036-2018	СО массовой доли железа в твердой матрице (Fe-ТМ СО УНИИМ)

Прослеживаемость аттестованных значений СО обеспечена применением метода прямых измерений на Государственном первичном эталоне единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2017.

В 2018 году ФГУП «УНИИМ» планирует разработку и выпуск СО массовой доли борной кислоты в твердой матрице, выполняющего функцию фонового образца в рентгенофлуоресцентном и атомно-эмиссионном анализе. В дальнейшем планируется расширять номенклатуру СО массовой доли элементов в твердой матрице.

ЛИТЕРАТУРА

1. Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрического титрования / Скутина А.В., Терентьев Г.И. // Измерительная техника. 2011. № 9. С. 4-8. <https://elibrary.ru/item.asp?id=17021324>.
2. Создание эталонной установки на основе кулонометрии с контролируемым потенциалом в рамках совершенствования Государственного первичного эталона ГЭТ 176 и ее измерительные возможности / В.М. Зыскин, А.В. Собина, А.Ю. Шимолин, Г.И. Терентьев // Стандартные образцы. 2016. № 2. С. 44–54. DOI:10.20915/2077-1177-2016-0-2-44-54.
3. Рентгенофлуоресцентный анализ. Применение в заводских лабораториях. Сб. научных трудов: Пер. с нем./Под ред. Эрхарта Х. – М.: Металлургия, 1985, 256 с.
4. РМГ 93-2015 Государственная система обеспечения единства измерений. Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов. М.: Стандартинформ, 2016. 27 с.

ПРОИЗВОДИТЕЛЬ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ФГБУ «ВИМС»: КЛЮЧЕВЫЕ АСПЕКТЫ ОБЕСПЕЧЕНИЯ КАЧЕСТВА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ТВЕРДЫХ ПОЛЕЗНЫХ ИСКОПАЕМЫХ

Лебедева М. И.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья им. Н.М. Федоровского»
(ФГУП «ВИМС»), г. Москва, РФ, e-mail: lebedeva.vims@gmail.com

Производитель стандартных образцов ФГБУ «ВИМС» располагает всеми необходимыми ресурсами для выполнения полного комплекса работ по изготовлению СО, включая научный потенциал, накопленный за многие десятилетия существования института, современное техническое оснащение и успешное сотрудничество с ведущими аналитическими лабораториями отрасли. Проводятся работы по изготовлению стандартных образцов (в том числе многоэлементных) различных видов минерального сырья и продуктов их переработки:

- руд черных металлов,
- руд благородных металлов,
- руд цветных металлов,
- редкоземельного сырья,
- полиметаллических руд,
- нерудного минерального сырья и т.д.

ФГБУ «ВИМС» аккредитован в части производства стандартных образцов в международной организации по аккредитации лабораторий ILAC (International Laboratory Accreditation Cooperation) - APLAC (Asia Pacific Laboratory Accreditation Cooperation) на соответствие требованиям Международного стандарта ISO Guide 34:2009 «General requirements for the competence of reference material producers» (Руководство ИСО 34:2009 «Общие требования к компетентности производителей стандартных образцов»). Аккредитация подтверждает техническую компетентность в заявленной области аккредитации и функционирование системы менеджмента качества производителя стандартных образцов.

Одним из основных аспектов обеспечения качества стандартных образцов твердых полезных ископаемых является процессный подход к организации работ. Для обеспечения качества каждой стадии производства стандартных образцов разработаны и внедрены контрольные процедуры.

Высокое качество выполняемых работ и постоянное повышение их результативности и экономической эффективности достигается за счет внедрения и применения международных подходов к системе менеджмента, использования только надежного (проверенного) современного производственного оборудования и передовых информационных технологий.

АНАЛИЗ ОТРАСЛЕВОЙ БАЗЫ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ

Лебедева М. И., Кит А. Ю.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья им. Н.М. Федоровского»
(ФГУП «ВИМС»), г. Москва, РФ, e-mail: kit.vims@gmail.com

По поручению Федерального агентства по недропользованию (Роснедра) ФГБУ «ВИМС» разработал и ведет Отраслевой реестр стандартных образцов, допущенных (рекомендованных) к применению при лабораторно-аналитическом обеспечении ГРП на ТПИ (далее - Отраслевой реестр СО). Основной целью актуализации реестра является обеспечение достоверной информацией лабораторий, выполняющих аналитические работы в сфере недропользования. Актуальная информация представлена на сайте ФГБУ «ВИМС» (vims-geo.ru). По состоянию на II квартал 2018 года Отраслевой реестр СО содержит более 900 наименований стандартных образцов (рисунок 1) следующих категорий:

- ГСО (стандартные образцы утвержденных типов). Раздел I: «Государственные стандартные образцы»;
- ОСО. Раздел II: «Отраслевые стандартные образцы»;
- СОП. Раздел III: «Стандартные образцы предприятий»;
- МСО. Раздел IV: «Межгосударственные стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов государств-участников соглашения».

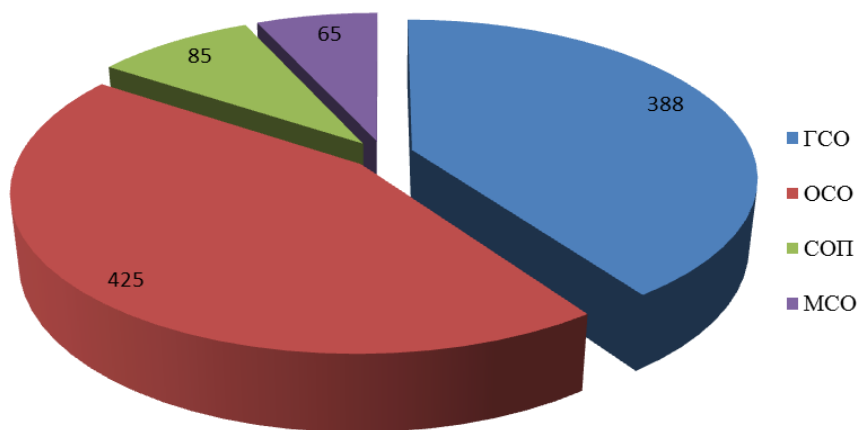


Рис. 1. Отраслевой реестр стандартных образцов, допущенных (рекомендованных) к применению при лабораторно-аналитическом обеспечении ГРП на ТПИ по состоянию на II квартал 2018 года

Образцы категории ГСО в Отраслевом реестре СО представлены преимущественно горными породами и сплавами на основе драгоценных металлов, на которые срок годности составляет 20 лет и более. Ввиду низкого расхода материала ГСО состава горных пород, а также наличия достаточного материала, разработчики данных типов ГСО продлевают сроки их годности, в отличие от материала ОСО и СОП.

Значительная часть (порядка 70%) номенклатуры образцов категории ОСО представлена рудами драгоценных металлов, а также продуктами их переработки. Это в том числе связано с тем, что предприятия, занимающиеся геологоразведочными работами на твердые полезные ископаемые (разведкой, добычей) для обеспечения достоверных результатов аналитических исследований стремятся иметь стандартные образцы (а зачастую комплекты образцов) соответствующие по матрице рудам разрабатываемого месторождения.

Однако, несмотря на значительный ряд образцов данных типов, а также достаточно большие выпускаемые партии (порядка 100-200 и более килограмм), аналитические навески на определение драгоценных металлов достигают 50 г., что в свою очередь приводит к быстрому расходу всей изготовленной партии стандартных образцов. К моменту окончания срока годности (обычно составляет 5 лет), а зачастую и гораздо раньше, материал уже физически исчерпан, что снимает необходимость его продления.

Значительное увеличение (на 46 % за 2017 год) количества образцов категории СОП связано с тем, что заказчики (обычно ими являются рудники и золотоизвлекательные фабрики (ЗИФ), добывающие и перерабатывающие руды драгоценных металлов) разрабатывают образцы категории СОП, снижая тем самым затраты на аттестацию и утверждение СО.

В качестве дополнительной информации Отраслевой реестр СО содержит сведения о стандартных образцах с истекшим сроком годности (Раздел V: «Стандартные образцы с истекшим сроком действия сертификата, а также исключенные из реестров. Информационные данные»).

ИЗГОТОВЛЕНИЕ И АТТЕСТАЦИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ МАССОВОЙ ДОЛИ БОРА В СИЛУМИНЕ

Лисиенко Д. Г., Домбровская М. А., Кубрина Е. Д.

ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н.Ельцина» (УрФУ)
г. Екатеринбург, РФ, e-mail: margodomb@yandex.ru

Ключевые слова: стандартные образцы силумина с аттестованным содержанием бора, приготовление, оценивание характеристик

В АИЦ - Российская арбитражная лаборатория испытаний материалов ядерной энергетики (АИЦ-РАЛ) УрФУ по заказу ПАО «Машиностроительный завод» (МСЗ, г. Электросталь) завершены работы по выпуску и испытаниям стандартного образца (СО) массовой доли бора в силумине (комплект СОБор), предназначенного для градуировки аппаратуры в атомно-эмиссионном анализе силумина и корунда, аттестации и контроля точности методик измерений состава силумина.

Алюминиевые сплавы являются основными конструкционными материалами в самолетостроении, судостроении, атомной промышленности. В атомной промышленности одним из критичных примесных компонентов является бор, что связано с его высокой способностью к поглощению тепловых нейтронов. Поэтому содержание бора в применяемых алюминиевых сплавах, в частности, силуминах нормируют на достаточно низком уровне (массовая доля - не более $3 \cdot 10^{-3}$ %). Определение массовой доли бора от $1 \cdot 10^{-4}$ % проводят высокочувствительным атомно-эмиссионным методом с дуговым возбуждением спектра после предварительного перевода объекта в оксидную форму.

При изготовлении СО реализована технология, позволившая установить метрологические характеристики образцов по расчетно-экспериментальной процедуре в соответствии с МИ 1992-98. Определенную сложность представляли выбор и подготовка матрицы СО. Лучшим вариантом, обеспечивающим требуемую концентрацию аттестуемого элемента и адекватность по химической форме окисленному силумину, явилась искусственная смесь элементарного кремния с оксидами алюминия и никеля. Образец с максимальным содержанием бора – старший (СОБор-1) получен введением раствора тетрабората натрия в матрицу с последующей термообработкой, измельчением и гомогенизацией. Следующие два образца комплекта синтезировали последовательным разбавлением СОБор-1 основой с гомогенизацией материалов в смесителе. В качестве образца с минимальной концентрацией аттестуемого элемента (СОБор-4) использовали матричный материал. Такой способ приготовления комплекта, целиком основанный на метрологически обоснованных процедурах синтеза, позволяет провести аттестацию материалов расчетным методом с учетом данных о степени неоднородности образцов.

Испытания СО комплекта включили оценивание однородности распределения бора, установление его содержания в основе, оценивание взаимной согласованности образцов в комплекте и стабильности состава. Для установления однородности в ходе разгрузки равномерно по высоте смесителя отбирали по 10 проб каждого образца. Бор определяли в растворе выщелачивания масс-спектральным методом на спектрометре Elan 9000. Навески СО, формирующей аналитический сигнал, составляли 10 или 30 мг. Относительные стандартные отклонения химической неоднородности распределения бора в образцах комплекта на уровне представительной навески (0,1 г) составили от 0,6 до 1,71 % и учтены при расчете погрешности СО.

Содержание аттестуемого элемента в матричном материале установлено методом добавок по аттестованной методике в лабораториях АИЦ-РАЛ и «МСЗ». Взаимная согласованность образцов в комплекте установлена в ходе реализации методики, для метрологического обеспечения которой предназначен выпущенный комплект. Метрологическая прослеживаемость аттестованных значений СО к единицам массы реализована использованием поверенных весов и аттестованной атомно-эмиссионной методики измерений массовой доли бора в силумине, интерметаллиде, электрокорунде. Массовая доля бора рассчитана относительно суммы масс алюминия, кремния и никеля в силумине и составляет от $1 \cdot 10^{-4}$ до $3,3 \cdot 10^{-3}$ % с относительной погрешностью, не превышающей 4 %. Срок годности экземпляра, оцененный методом ускоренного старения в условиях повышенных термической и вибрационной нагрузок, установлен в 60 лет.

МЕТОДИКА КОНТРОЛЯ СОДЕРЖАНИЯ Ce И Gd В ПОРОШКАХ YGAG:Ce СРЕДСТВАМИ МАСС - СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО - СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

Лисовский С. В.

ФГАОУ ВО «Московский физико-технический институт (государственный университет)»
(МФТИ), г. Долгопрудный, РФ, ORCID 0000-0003-1566-5120, e-mail: lisovskii@phystech.edu

Ключевые слова: фотолуминофоры, масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой, иттрий-алюминиевый гранат, церий, гадолиний, порошок, фракция, контроль содержания примесей

Иттрий-гадолиний-алюминиевый гранат, активированный церием, широко применяется в качестве фотолуминофора – ключевого компонента белых светодиодов, служащих энергоэффективными источниками белого света. В зависимости от содержания церия и гадолиния изменяются энергетические и спектральные характеристики фотолуминесценции, в связи с чем важен контроль содержания этих примесей в порошке. Причём, имеет значение не только интегральное содержание Ce и Gd, но и содержание их в частицах определённого размера. В связи с этим помимо исходных порошков изучались их мелкозернистые фракции, выделенные седиментационным способом.

Контроль содержания Ce и Gd в порошках YGAG:Ce и их мелкозернистых фракциях производился средствами масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой, реализованной в приборе iCAP-Qc ICP-MS (Thermo Scientific) с применением реакционно-столкновительной ячейки [1]. Для исходного порошка использовались навески фиксированной массы 100 мг, для мелкозернистой фракции в силу малого количества образца использовались навески массой около 1 мг без возможности первоначального контроля точной массы навески. Образец растворялся в смеси серной и фосфорной кислот при температуре 200 °С с применением системы микроволнового разложения проб MARS 6 (CEM).

Работа с небольшими навесками около 1 мг велась из предположения известной доли матричных элементов, в данном случае иттрия, подтверждённой методом рентгено-фазового анализа порошка. По интенсивности обнаруженного иттрия в масс-спектрах делались выводы о массе исходной навески и массовой доли остальных элементов в ней, соответственно. Предел обнаружения в связи с этим оказался на два порядка и более завышен, однако благодаря высокой чувствительности метода оказался достаточен для анализа содержания церия и гадолиния.

Благодаря разработанной методике удалось изучить влияние размера частиц на содержание церия и гадолиния в них, что, в контексте других результатов по порошку фотолуминофора, позволило составить целостную картину влияния примесей на люминесценцию порошков YGAG:Ce [2], а также дать рекомендации по модификации порошков для совершенствования белых светодиодов на их основе [3].

ЛИТЕРАТУРА

1. Лейкин А. Ю. [и др.] Использование реакционно-столкновительной ячейки для определения примесных элементов в редкоземельных металлах методом ИСП-МС //Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2014. Т. 80. №. 5. С. 6-9.
2. Lisovskii S. V. [et al.] Study of Gd-induced shift of luminescence spectra of YGAG: Ce micropowders as a function of grain size //Journal of Luminescence. 2018. Т. 196. С. 94-99.
3. Лисовский С.В. [и др.] Фотолуминофорная смесь для изготовления фотолуминесцентной плёнки белых светодиодов // Патент RU2565670.

О ВОЗМОЖНОСТИ РАЗРАБОТКИ РЕФЕРЕНТНОЙ МЕТОДИКИ ИЛИ ПЕРВИЧНОЙ РЕФЕРЕНТНОЙ МЕТОДИКИ ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ПРОСЛЕЖИВАЕМОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ РТУТИ В ГАЗОВЫХ СРЕДАХ

Максакова И. Б., Смирнов В. В., Крылов А. И.

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

Ключевые слова: ртуть, атомно-абсорбционная спектрометрия, методика измерений, масс-спектрометрия с ИСП, генератор ртути, прослеживаемость

Среди загрязняющих окружающую среду веществ, негативно влияющих на экосистемы и человека, ртуть занимает одно из первых мест, из-за высокой токсичности, подвижности, способности накапливаться в трофических цепочках водных и континентальных биоценозов. Основным методом определения ртути (в РФ) является атомно-абсорбционная спектрометрия. На основе этого метода разработано, аттестовано и зарегистрировано в Федеральном информационном фонде (далее ФИФ) более 120 методик измерений, из них более 20 методик для воздушных и газовых сред, в том числе 4 для природного газа.

Для реализации метода атомно-абсорбционной спектрометрии используется широкий спектр измерительного оборудования. Так, по данным ФИФ, в реестре находятся более 50 типов анализаторов ртути. Большинство универсальных анализаторов ртути и атомно-абсорбционных спектрометров, реализуют метод «холодного пара» и прослеживаются к чистому веществу – ртути, посредством использования для градуировки и калибровки, стандартных образцов водных растворов ионов ртути (более 8 наименований по данным ФИФ). Для ряда анализаторов газовой среды, необходимо использование в качестве средства поверки и калибровки газовых смесей или генератора паров ртути или термодиффузионного генератора в комплекте с источниками микропотока. В связи с этим, существенно важной становится проблема по обеспечению прослеживаемости измерений массовой концентрации ртути в газовых средах, особенно при содержаниях на уровне 10 нг/м^3 .

Нами, впервые в России, предложена, апробирована и реализована схема по обеспечению прослеживаемости измерений массовой концентрации ртути в газовых средах, которая положена в основу методики «Методика измерений массовой концентрации ртути в бинарных газовых смесях методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой» № МИ-242/2-2015, свидетельство об аттестации № 625/206-(01.00250)-2015 от 13.02.2015, созданной рамках разработки СТО Газпром «Газ горючий природный. Методика определения ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии (холодного пара)».

Метрологические характеристики методики представлены в таблице 1.

Таблица 1. Метрологические характеристики методики

Диапазон измерений массовой концентрации ртути, (при температуре $20 \text{ }^{\circ}\text{C}$ и давлении $101,3 \text{ кПа}$); мкг/м^3	Относительная расширенная неопределенность измерений U^0 , %
От 0,03 до 1000 вкл.	4

Суть предлагаемой схемы заключается в предварительном отборе пробы газовой смеси с выхода генератора (баллона и т.д.) в калиброванный газовый шприц и её анализ методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (далее метод ИСП-МС). Градуировка спектрометра проводится по насыщенным парам (физическая константа) чистой металлической ртути, вводимым напрямую в аргоновый поток. Содержание ртути в насыщенных парах рассчитывается по формуле:

$$C = \frac{3216522,61 \times 10^{-(A+[B/T])}}{T}$$

C - концентрация паров ртути, нг/см³;

A - -8,134459741

B - 3240,871534

T - абсолютная температура, К

Несомненным преимуществом данной схемы является возможность использования различных газов и газовых смесей для создания матричной среды, влияющей на содержание ртути при анализе другими методами.

Таким образом, предлагаемая схема и разработанная методика на основе метода ИСП-МС позволят обеспечить прослеживаемость при передаче единицы массовой концентрации ртути в газовых средах и послужат основой для создания референтной методики измерений.

РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА УТВЕРЖДЕННОГО ТИПА НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ПЛУТОНИЯ НА СОДЕРЖАНИЕ ПЛУТОНИЯ ОБЩЕГО

Марчук А. Ю., Старовойтова О. В., Максимова И. М., Степанова О. В., Тадевосян Ю. А., Семенов М. А., Чухланцева Е. В., Плеханов В. В.

^aФГУП «ПО «Маяк», г. Озерск, РФ, e-mail: cpl@po-mayak.ru

^bАО «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара» (АО «ВНИИНМ»), г. Москва, РФ, e-mail: post@bochwar.ru

Ключевые слова: разработка стандартного образца, учет ядерных материалов, диоксид плутония, кулонометрия, изотопный состав, массовая доля

Метрологическое обеспечение измерений химического состава жидких и твердых веществ и материалов – одна из важнейших задач современной метрологии. В атомной промышленности существует острая потребность в высокоточных, достоверных результатах измерений, так как это является гарантией безопасности. Получение таких результатов невозможно без применения стандартных образцов утвержденных типов [1]. Ранее потребность в стандартных образцах обеспечивалась отраслевыми институтами, многие из которых в настоящее время в силу различных причин прекратили данный вид деятельности. В частности, на сегодняшний день стандартные образцы утвержденных типов на основе диоксида плутония (по изотопному составу и массовой доле основного вещества) практически полностью израсходованы. Однако, радиохимическая технология переработки отработавшего ядерного топлива предполагает производство различных продуктов высокой степени очистки, которые могут служить основой для стандартных образцов.

Для решения проблемы метрологического обеспечения средств и методик измерений содержания плутония в настоящее время в аналитической лаборатории завода РТ-1 совместно с «ВНИИНМ им. Бочвара» разрабатывается стандартный образец утвержденного типа на основе диоксида плутония с аттестованным значением массовой доли плутония общего [2, 3].

В качестве исходного материала использовали партию порошка диоксида плутония, выделенного с помощью радиохимической переработки измельченного отработавшего ядерного топлива реакторов БН и ВВЭР. Однородность партии стандартных образцов обеспечивалась применяемой технологией производства: осаждение порошка диоксида плутония проводилось из одного объема раствора. Материал изготовлен по технологическому регламенту предприятия и представляет собой порошок с размерами частиц от 1 до 50 мкм. Контейнер отобрали в середине длительной кампании переработки облученного топлива с постоянной степенью выгорания при отсутствии влияния колебаний отдельных параметров технологического процесса. Для обеспечения однородности по изотопному составу перемешивание и отбор проб провели с помощью специального приспособления «щупа».

Экспериментальные работы по установлению аттестованного значения массовой доли плутония общего провели на высокоточной установке потенциостате - интеграторе кулонометрическом «ПИК-200», разработанным ФГУП «УНИИМ» с применением отраслевой методики [4], аттестованной ОАО «ВНИИНМ». Подтверждающие измерения выполнили методами спектрофотометрии и денситометрии с К-краем поглощения.

Характеристику однородности дисперсионного материала оценили способом, основанным на многократных измерениях массовой доли аттестуемого компонента в нескольких пробах, отобранных случайным образом от общего объема материала, с

последующей обработкой результатов по схеме однофакторного дисперсионного анализа в соответствии с [5]. Характеристика погрешности, обусловленная неоднородностью, составила 0,047 и учитывалась при оценивании погрешности аттестованного значения ОК.

Аттестованный материал признан пригодным к применению в качестве основы для приготовления образца для контроля при проведении межлабораторных сличительных испытаний между лабораториями предприятий «Росатома» [6, 7].

Основными целями межлабораторных сличительных испытаний являются подтверждение заявленных характеристик погрешностей применяемых методик, оценка качества проводимых в лабораториях измерений и испытаний, оценка компетентности персонала, выполняющего испытание, а также аттестации стандартного образца утвержденного типа методом межлабораторной аттестации.

ЛИТЕРАТУРА

1. Об обеспечении единства измерений: федер. закон Рос. Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 11 июня 2008 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 18 июня 2008 г. // Рос. газета. 2008. 2 июля.
2. ТЗ 532.0071-2001 Техническое задание на разработку и метрологическую аттестацию стандартного образца состава диоксида плутония на содержание плутония общего. АО «ВНИИНМ», 2016 9 с.
3. Программа приготовления стандартного образца утвержденного состава диоксида плутония. ФГУП «ПО «Маяк» Озерск, 2016 8 с.
4. ОИ 001.716-2011 Диоксид плутония. Методика измерений массовой доли плутония на кулонометрическом потенциостате – интеграторе ПИК-200. ФГУП «ПО «Маяк» Озерск, АО «ВНИИНМ» Москва, 2011. 15 с.
5. ГОСТ 8.531-2002 Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности. М.: Издательство стандартов, 2002.
6. Аннотационный отчет о разработке программы по проведению опытов и экспериментов, а именно межлабораторных сличительных испытаний в организациях атомной отрасли и разработке стандартных образцов содержания и изотопного состава плутония по 1 этапу договора от 18.08.2017 № 1/13241-Д-505/532-29-2017-26/6967-Д. ФГУП «ПО «Маяк» Озерск, АО «ВНИИНМ», 2017 50 с.
7. П.МСИ ПЛ-505.5.2017 Программа проведения межлабораторных сличительных испытаний в целях утверждения стандартного образца массовой доли и изотопного состава плутония. АО «ВНИИНМ», 2017 23 с.

ВАЛИДАЦИЯ МЕТОДИКИ ИСПЫТАНИЯ НА РАСТЯЖЕНИЕ ПО ГОСТ 10446-80 С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ОБРАЗЦА ПРОВОЛОКИ ДЛЯ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА

Матвеева И. Н., Толмачев В. В.

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

В соответствии с требованиями Федеральной службы по аккредитации испытательная лаборатория при составлении области аккредитации обязана указывать диапазоны определений показателей (характеристик) из методик измерений (испытаний).

Однако данное требование не всегда выполнимо вследствие отсутствия в стандартизованных методиках измерений (испытаний) информации о диапазонах определения показателей (характеристик).

В этом случае системой менеджмента качества лаборатории должны быть регламентированы правила и процедуры для определения фактически реализуемого диапазона измерений методики.

Процедурой, позволяющей установить диапазон определения и показатели точности методики, является процедура оценки пригодности (валидации) в соответствии с [1].

На примере методики испытаний на растяжение по ГОСТ 10446-80 разработана документированная процедура валидации.

Схема процесса валидации приведена на рисунке 1.

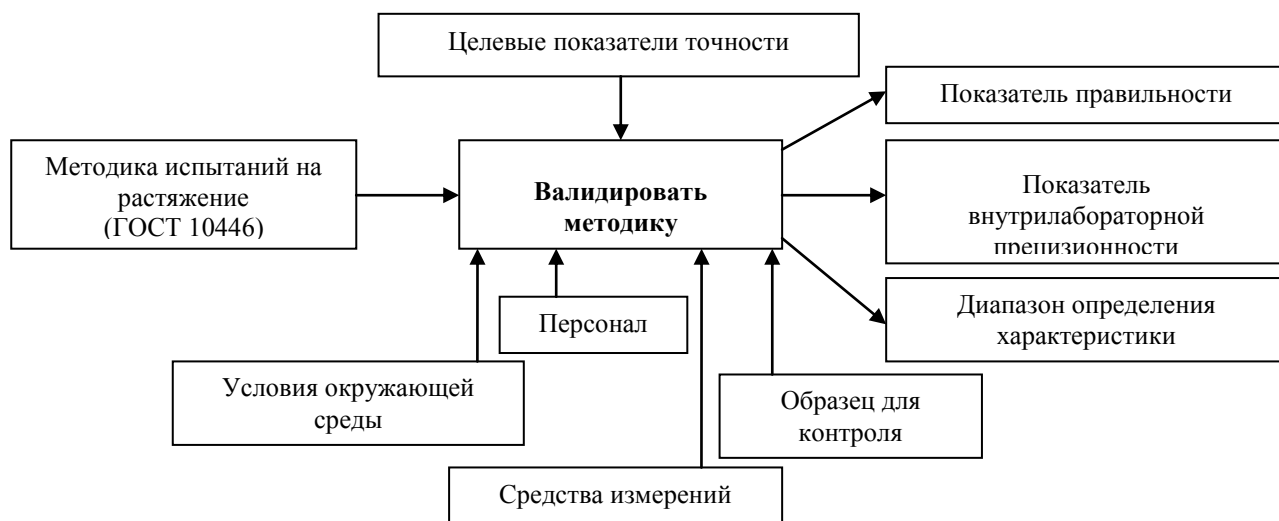


Рис. 1. Схема процесса валидации методики испытаний по ГОСТ 10446-80

В качестве основных валидационных характеристик выбраны следующие:

- диапазон определения характеристики;
- показатели точности, оказывающие наибольшее влияние на результат (при валидации в рамках одной испытательной лаборатории - показатели правильности и внутрилабораторной прецизионности).

При валидации необходимо проведение измерений, выполненных с применением средства контроля, в качестве которого используется образец для контроля качества с аттестованным значением характеристики.

Для оценивания показателей точности методики испытаний по ГОСТ 10446-80 использован образец для контроля (далее – ОК), подготовленный ФГУП «УНИИМ», представляющий собой образец проволоки стальной термически обработанной, нормальной точности, светлой, диаметром 4 мм длиной 200 мм по [3] с аттестованным значением характеристики «Предел текучести» $\tilde{A} = 286,24 \text{ Н/мм}^2$ и погрешностью аттестованного значения $\Delta_{ат} = 9,6 \text{ Н/мм}^2$. Способ установления аттестованного значения – межлабораторная аттестация по [4].

Оценка показателя внутрилабораторной прецизионности $\sigma_{R.1}$ проведена по результатам проведения внутрилабораторного эксперимента по [5], заключающегося в испытаниях комплекта ОК, проведенных в лаборатории при изменении основных влияющих факторов условий измерений (время, калибровка, оператор, оборудование).

Алгоритм оценивания – в соответствии с [5].

Оценивание показателя правильности Δ_c методики испытаний в лаборатории осуществлено посредством оценки лабораторного смещения от принятого опорного значения. В качестве опорного значения использовано аттестованное значение ОК.

Результаты валидации методики обработаны с помощью программы и оформлены протоколом валидации по форме, представленной в таблице 1.

Таблица 1. Протокол валидации стандартизированной методики испытаний на растяжение (ГОСТ 10446- 80)

Наименование валидационной характеристики методики	Установленное значение валидационной характеристики
Показатель правильности методики испытаний	
Показатель внутрилабораторной прецизионности	
Диапазон определения характеристики	

Таким образом, в ходе работы:

- установлены аттестованное значение и погрешность аттестованного значения образца проволоки по ГОСТ 3282 для контроля качества;
- предложены общие методологические подходы к разработке документированной процедуры «Валидация методики» для включения ее в систему менеджмента качества испытательных лабораторий с целью установления диапазонов определения показателей (характеристик) методик;
- разработана программа для обработки данных и расчета значений валидационных характеристик методик.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий.
2. ГОСТ 10446-80 Проволока. Метод испытания на растяжение.
3. ГОСТ 3282-74 Проволока стальная низкоуглеродистая общего назначения. Технические условия.
4. ГОСТ 8.532-2002 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержание и порядок проведения работ.
5. ГОСТ Р ИСО 5725-3-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений.

РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА ФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ГРУНТА ГЛИНИСТОГО (СУГЛИНКА)

Матвеева И. Н., Толмачев В. В.

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

При проведении инженерных изысканий важно с точностью определить наименование грунта и его основные характеристики для проектных решений строительства. Все грунты друг от друга отличаются по многим признакам в соответствии с [1]. Физические свойства грунтов являются их характеристиками, которые описывают физическое состояние того или иного грунта, а также его способность к изменению своего состояния под воздействием различных физико-химических факторов.

Виды и состав лабораторных определений характеристик грунтов определены в приложении М СП 11-105 [2].

Для контроля точности лабораторных определений физических свойств грунтов необходимы стандартные образцы (СО) утвержденных типов. В настоящее время в России отсутствуют СО физических свойств грунтов, в связи с этим ООО НПФ «ИСИЗ» и ФГУП «УНИИМ» был разработан СО физических свойств грунта глинистого (суглинка) – ГСО 11038-2018. Метрологические характеристики ГСО 11038-2018 представлены в таблице 1.

Таблица 1. Метрологические характеристики ГСО 11038-2018

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

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

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

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

Установление аттестованных значений и оценивание погрешности аттестованных значений СО проведено по [3] способом межлабораторного эксперимента на основании 15 независимых результатов, полученных в испытательных лабораториях, аккредитованных на техническую компетентность в национальной системе аккредитации, имеющих опыт исследования грунтов. При расчете погрешностей аттестованных значений учтены результаты оценивания однородности.

Оценивание однородности проведено в соответствии с [4] по алгоритму для дисперсных материалов.

Исследование стабильности СО проведено в соответствии с [5] с использованием результатов измерений, полученных на материале опытной партии с применением соответствующих методик измерений по [6]. По результатам исследования стабильности установлен срок годности материала СО 5 лет.

Разработка и применение ГСО 11038-2018 физических свойств грунта глинистого (суглинка) позволяет:

- проводить контроль точности результатов измерений влажности на границе текучести методом балансирного конуса, влажности на границе раскатывания, плотности частиц грунта пикнометрическим методом, выполняемых по [6];
- проводить межлабораторные сличительные испытания;
- проводить проверку компетентности лабораторий.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ 25100-2011 Грунты. Классификация.
2. СП 11-105-97 Инженерно-геологические изыскания для строительства. Часть I. Общие правила производства работ.
3. ГОСТ 8.532-2002 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержание и порядок проведения работ.
4. ГОСТ 8.531-2002 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности.
5. Р 50.2.031-2003 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Методика оценивания характеристики стабильности.
6. ГОСТ 5180-2015 Грунты. Методы лабораторного определения физических характеристик.

СОЗДАНИЕ СИСТЕМЫ АВТОМАТИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ И УЧЕТА СБРОСОВ ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ В ВОДНЫЕ ОБЪЕКТЫ

Медведевских С. В., Казанцев В. В., Медведевских М. Ю., Сергеева А. С.

ФГУП «Уральский научно - исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»), г. Екатеринбург, РФ
ORCID iD: 0000-0003-3084-1612, Researcher ID: G-6171-2017,
e-mail: medvedevskikh_m@uniim.ru

Ключевые слова: охрана окружающей среды, автоматический контроль сбросов в водные объекты, показатели сбросов загрязняющих веществ, система контроля и учета сбросов, метрологическое обеспечение, метрологическая прослеживаемость

Для реализации положений статьи 67 Федерального закона от 10.01.2002 №7-ФЗ «Об охране окружающей среды» (в редакции Федерального закона от 21.07.2014 № 219-ФЗ) [1], предписывающей организацию автоматического контроля выбросов загрязняющих веществ, сбросов загрязняющих веществ, ФГУП «УНИИМ» ведет соответствующие теоретические и экспериментальные исследования, принимает активное участие в подготовке нормативных правовых актов в области автоматических средств измерений и учета показателей выбросов загрязняющих веществ и сбросов загрязняющих веществ, а также планирует разработку соответствующего методического сопровождения, предлагаемого в развитие вышеуказанных нормативных правовых актов.

Система автоматического контроля предусматривает комплекс технических средств, обеспечивающих автоматические измерения и учет показателей выбросов загрязняющих веществ и (или) сбросов загрязняющих веществ, фиксацию и передачу информации о показателях выбросов загрязняющих веществ и (или) сбросов загрязняющих веществ в государственный реестр объектов, оказывающих негативное воздействие на окружающую среду.

Показатели сбросов загрязняющих веществ, подлежащие автоматическому контролю, включают концентрации загрязняющих веществ в сточных водах или иные показатели, характеризующие качество сточных вод (водородный показатель, химическое потребление кислорода (ХПК) и (или) биологическое потребление кислорода), объемный расход и температуру сбрасываемых сточных вод, указанные в ИТС 22.1-2016 [2] и (или) в ИТСНДТ для конкретной отрасли промышленности [3-5].

Необходимость разработки метрологического обеспечения автоматических средств измерений и учета показателей выбросов загрязняющих веществ и сбросов загрязняющих веществ диктуют требования Федерального закона от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» [6], поскольку вопросы, связанные с осуществлением деятельности в области охраны окружающей среды, а также измерения в области охраны окружающей среды, к которым установлены обязательные метрологические требования относятся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений. Поэтому создание системы автоматического контроля и ее эксплуатация осуществляются согласно требованиям, установленным законодательством Российской Федерации об обеспечении единства измерений [6], и требованиям технической документации изготовителя используемых средств измерения. На всех стадиях жизненного цикла, начиная от создания системы автоматического контроля и заканчивая её непосредственной эксплуатацией, присутствуют этапы, требующие соответствующего метрологического обеспечения. К ним относятся работы по обследованию и проектированию, проведение пуско-наладочных работ, измерения, проводимые в процессе

опытно-промышленной эксплуатации, а также при подтверждении правильности и качества работы системы автоматического контроля.

При разработке метрологического обеспечения систем автоматического контроля учитывается специфика их функционирования, заключающаяся в объединении двух видов измеряемых величин: физико-химические измерения содержания загрязняющих веществ, а также объемный и (или) массовый расход. Объединение осуществляется с помощью специально разработанных методик измерений интегральных характеристик сбросов и соответствующего программного обеспечения, которое учитывает особенности получаемой измерительной информации и формирует отчетность по текущим и интегральным показателям состава сточных вод. Метрологическое обеспечение к системам автоматического контроля планируется строить на основе положений ГОСТР 8.596-2002 [7].

В ФГУП «УНИИМ» для экспериментальных исследований в инициативном порядке создается эталонный комплекс, позволяющий воспроизводить процессы автоматического контроля и учета сбросов загрязняющих веществ в водные объекты (АИСККВ).

Область применения АИСККВ включает:

- проведение калибровки (поверки) промышленных анализаторов непрерывного действия, предназначенных для контроля свойств и состава воды;
- проведение испытаний в целях утверждения типа автоматизированных измерительных систем производственного экологического контроля сбросов;
- моделирование точки сброса, проектирование систем производственного экологического контроля сбросов и формирование отчета о результатах его осуществления;
- проведение разработки, испытаний и производство стандартных образцов.

В состав эталонного комплекса АИСККВ входит следующее оборудование:

- замкнутый контур на базе проливной установки с циркулирующей водой, оснащенный единой магистралью для размещения анализаторов и датчиков контроля свойств и состава воды, вторичных преобразователей;
- оборудование для обеспечения циркуляции воды (насосы, расходомеры);
- оборудование для обеспечения измерения расхода, температуры, давления и массы (объема) воды в контуре;
- оборудование сбора, обработки и передачи данных;
- другое оборудование, необходимое для функционирования системы.

Измеряемые физико-химические показатели воды в АИСККВ указаны в таблице 1.

Таблица 1. Измеряемые физико-химические показатели воды в АИСККВ

Анализируемые показатели	Особенности измерений	
Водородный показатель рН, ед. рН	потенциометрия	Датчики непрерывного действия
Кислород, мг/л	люминесценция	
Электропроводность, мкСм/см	кондуктометрия	
ХПК, мгО/л	определение бихроматной окисляемости в соответствии с ГОСТ 31859-2012 [8]	Анализаторы с автоматической системой пробоотбора, время анализа не более 45 минут
Фосфат-ион, мг/л	колориметрический	
Ион аммония, мг/л		
Нитрит-ион, мг/л		
Нитрат-ион, мг/л		
Температура воды, °С	потенциометрия	Датчик непрерывного действия

В первую очередь планируется опробование эталонного комплекса при контроле и учете сбросов на объектах централизованных систем водоотведения поселений, городских округов. Перечень загрязняющих веществ, в отношении которых осуществляется обязательный автоматический контроль, определяется на основании мощности очистных сооружений, которая предусмотрена в ИТС 10-2015 [9].

ЛИТЕРАТУРА

1. Федеральный закон от 10.01.2002 № 7-ФЗ Об охране окружающей среды (в редакции Федерального закона от 21.07.2014 № 219-ФЗ)
2. ИТС 22.1—2016 Информационно-технический справочник по наилучшим доступным технологиям. Общие принципы производственного экологического контроля и его метрологическое обеспечение. М.: Бюро НДТ, 2016. 533 с.
3. ИТС 1—2015 Информационно-технический справочник по наилучшим доступным технологиям. Производство целлюлозы, древесной массы, бумаги, картона. М.: Бюро НДТ, 2015. 465 с.
4. ИТС 26-2017 Информационно-технический справочник по наилучшим доступным технологиям. Производство чугуна, стали и ферросплавов. М.: Бюро НДТ, 2015. 478 с.
5. ИТС 44-2017 Информационно-технический справочник по наилучшим доступным технологиям. Производство продуктов питания. М.: Бюро НДТ, 2017. 416 с.
6. Федеральный закон от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений»
7. ГОСТР 8.596-2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Метрологическое обеспечение измерительных систем. Основные положения. М.: Стандартиформ, 2008. 15 с.
8. ГОСТ 31859-2012 Вода. Метод определения химического потребления кислорода. М.: Стандартиформ, 2014. 12 с.
9. ИТС 10-2015 Информационно-технический справочник по наилучшим доступным технологиям. Очистка сточных вод с использованием централизованных систем водоотведения поселений, городских округов. М.: Бюро НДТ, 2015. 377 с.

О РАЗРАБОТКЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

Медведевских М. Ю., Крашенинина М. П., Сергеева А. С., Никонова Н. А.

ФГУП «Уральский научно - исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»), г. Екатеринбург, РФ
Researcher ID: G-6171-2017, e-mail: medvedevskikh_m@uniim.ru

Ключевые слова: пищевая продукция, стратегия повышения качества, показатели безопасности, показатели качества, показатели идентификации, государственный эталон, метрологическая прослеживаемость, стандартный образец, методики измерений

С момента принятия в 2000 году Федерального закона «О качестве и безопасности пищевых продуктов» [1] и в 2002 году Федерального закона «О техническом регулировании» [2] на первом плане находился вопрос безопасности продуктов питания и продовольственного сырья. Вся поставляемая потребителю продукция должна была удовлетворять обязательным требованиям, регламентированных в соответствующих Технических регламентах Российской Федерации и Таможенного союза (ТР ТС) [3–12]. В частности, в ТР ТС были введены допустимые уровни содержания в продукции токсичных элементов, микотоксинов, антибиотиков, стимуляторов роста, пестицидов, радионуклидов, показателей микробиологической безопасности, превышение которых несет потенциальную угрозу здоровью и жизни людей. Требования к качеству продукции, изложенные в стандартах на технические условия, становились добровольными. Проводимая политика позволила снизить статистику отравлений и смертности по причине употреблений небезопасных продуктов питания, но привела к появлению на рынке значительной доли продукции с низкими потребительскими свойствами, в том числе фальсифицированной.

Для борьбы с описанными негативными тенденциями в 2016 году распоряжением Правительства Российской Федерации была утверждена «Стратегия повышения качества пищевой продукции в Российской Федерации до 2030 года» (далее – Стратегия), направленная на «обеспечение полноценного питания, профилактику заболеваний, увеличение продолжительности и повышение качества жизни населения, стимулирование развития производства и обращения на рынке пищевой продукции надлежащего качества» [13]. В рамках реализации Стратегии Федеральному агентству по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт) было поручено провести комплекс мероприятий по созданию и развитию метрологического обеспечения физико-химических измерений, выполняемых в области пищевой промышленности. Анализ действующих ТР ТС в области пищевой продукции [3–12] выявил ряд недостатков, среди которых ограниченность номенклатуры имеющих стандартных образцов (далее – СО), как в части показателей безопасности пищевых продуктов, так и по показателям качества, а также отсутствие у большинства СО метрологической прослеживаемости к функционирующим в настоящее время в Российской Федерации Государственным первичным эталонам в области физико-химических измерений. В связи с этим, перед ФГУП «УНИИМ» была поставлена задача по разработке СО состава и свойств пищевых продуктов.

Первый этап разработки заключался в составлении номенклатуры материалов СО и перечня аттестуемых характеристик. Выбор осуществляли в следующей последовательности. Для каждого из действующих ТР ТС выбирали по несколько стабильных и однородных матриц, представляющих весь круг продукции, на который распространяется ТР ТС. Так, например, для ТР ТС 015/2011 «О безопасности зерна» [3] в качестве материалов СО были

выбраны пшеница, рожь, рис, шрот, комбикорм; для ТР ТС 033/2013 «О безопасности молока и молочной продукции» [9] – молоко сухое (цельное, обезжиренное), смесь молочная, творог и сметана сублимационной сушки, сыр сухой; для ТР ТС 034/2013 «О безопасности мяса» [10] – мясо сублимационной сушки и яичный порошок и т.д. Далее осуществляли отбор основных показателей для выбранных продуктов как характерных представителей групп продукции. При этом с учетом имеющейся в ФГУП «УНИИМ» эталонной базы была установлена следующая очередность выпуска СО: 1) СО с аттестованными значениями показателей идентификации и пищевой ценности (влаги, азота, белка, жира, зольности, кальция, фосфора); 2) СО с аттестованными значениями показателей безопасности (содержание ртути, мышьяка, свинца, кадмия). Отсутствие в предложенной линейке матричных СО, аттестованных на содержание микотоксинов, бензапирена, пестицидов, полихлорированных бифенилов, объясняется спецификой методов анализа и средств измерений, используемых для определения концентрации перечисленных веществ. При контроле их содержания в продуктах питания и продовольственном сырье требуется проведение градуировки средств измерений с применением чистых веществ или их растворов. Следовательно, в этом случае необходимо наличие СО состава чистых веществ.

Прослеживаемость аттестованных значений показателей качества в разрабатываемых СО состава пищевых продуктов обеспечивается посредством измерений на следующих эталонах:

– Государственный первичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах ГЭТ 173-2017;

– Государственный вторичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе объемного титриметрического метода анализа ГВЭТ 176-1-2010, который в свою очередь имеет метрологическую прослеживаемость к единицам величин, воспроизводимым Государственным первичным эталоном единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2017.

Дополнительно планируется проведение исследований материалов СО с использованием спектрофотометра УФ-видимого диапазона и цифрового рефрактометра.

В рамках выполнения работ по испытаниям СО в целях утверждения типа была также запланирована разработка двух первичных референтных методик измерений. Первая разрабатываемая методика предназначена для проведения высокоточных измерений массовой доли жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье с использованием улучшенного метода экстракции Рэндалла. Суть метода заключается в количественной экстракции свободного и связанного жира из проб продукта с его последующим взвешиванием. Метод реализован с предварительной стадией гидролиза для всех видов проб, кроме комбикорма и зерна пшеницы. Вторая первичная референтная методика измерений предназначена для проведения высокоточных измерений зольности в пищевых продуктах и продовольственном сырье. Метод основан на сжигании навески продукта с последующим расчетом массы несгораемого остатка.

На сегодняшний день сотрудниками лаборатории 241 ФГУП «УНИИМ» были проведены следующие работы:

— по результатам успешных испытаний в Государственный реестр утвержденных типов СО Российской Федерации внесены СО состава сухих молочных продуктов (набор АСМ-2 СО УНИИМ) ГСО 11086-2018/ГСО 11091-2018 (6 типов);

— выполнены испытания СО состава продуктов детского питания – каши зерновые сухие для детского питания (4 типа) и каши зерно-молочные сухие для детского питания (4 типа);

— проведены экспериментальные исследования и завершена процедура оформления для предоставления в Росстандарт первичной референтной методики измерений массовой доли жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье в соответствии с [14].

ЛИТЕРАТУРА

1. Федеральный закон от 02 января 2000 года № 29-ФЗ О качестве и безопасности пищевых продуктов.
2. Федеральный закон от 27 декабря 2002 года № 184-ФЗ О техническом регулировании.
3. ТР ТС 015/2011 О безопасности зерна: Технический регламент Таможенного союза от 9 декабря 2011 г. № 874 // Евразийский экономический союз [<http://www.eurasiancommission.org>]. URL: http://www.eurasiancommission.org/ru/act/txnnreg/deptexreg/tr/Documents/TP_зерно.pdf
4. ТР ТС 021/2011 О безопасности пищевой продукции: Технический регламент Таможенного союза от 9 декабря 2011 г. № 880 // Евразийский экономический союз [<http://www.eurasiancommission.org>]. URL: <http://www.eurasiancommission.org/ru/act/txnnreg/deptexreg/tr/Documents/TR%20TS%20PishevayaProd.pdf>
5. ТР ТС 023/2011 Технический регламент на соковую продукцию из фруктов и овощей: Технический регламент Таможенного союза от 9 декабря 2011 г. № 882 // Евразийский экономический союз [<http://www.eurasiancommission.org>]. URL: <http://www.eurasiancommission.org/ru/act/txnnreg/deptexreg/tr/Documents/TR%20TS%20SokovayaProd.pdf>
6. ТР ТС 024/2011 Технический регламент на масложировую продукцию: Технический регламент Таможенного союза от 9 декабря 2011 г. № 883 // Евразийский экономический союз [<http://www.eurasiancommission.org>]. URL: <http://www.eurasiancommission.org/ru/act/txnnreg/deptexreg/tr/Documents/TR%20TS%20MasloGirov.pdf>
7. ТР ТС 027/2012 О безопасности отдельных видов специализированной пищевой продукции, в том числе диетического лечебного и диетического профилактического питания: Технический регламент Таможенного союза от 15 июня 2012 г. № 34 // Евразийский экономический союз [<http://www.eurasiancommission.org>]. URL: http://www.eurasiancommission.org/ru/act/txnnreg/deptexreg/tr/Documents/P_34.pdf
8. ТР ТС 029/2012 Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств: Технический регламент Таможенного союза от 20 июля 2012 г. № 58 // Евразийский экономический союз [<http://www.eurasiancommission.org>]. URL: http://www.eurasiancommission.org/ru/act/txnnreg/deptexreg/tr/Documents/P_58.pdf
9. ТР ТС 033/2013 О безопасности молока и молочной продукции: Технический регламент Таможенного союза от 9 октября 2012 г. № 67 // Евразийский экономический союз [<http://www.eurasiancommission.org>]. URL: <http://www.eurasiancommission.org/ru/act/txnnreg/deptexreg/tr/Documents/TP%20TC%20033-2013.pdf>
10. ТР ТС 034/2013 О безопасности мяса и мясной продукции: Технический регламент Таможенного союза от 9 октября 2012 г. № 68 // Евразийский экономический союз [<http://www.eurasiancommission.org>]. URL: https://docs.eaeunion.org/docs/ru-ru/0043629/cncd_11102013_68
11. ТР ЕАЭС 040/2016 О безопасности рыбы и рыбной продукции: Технический регламент Евразийского экономического союза от 18 октября 2016 г. № 162 // Евразийский экономический союз [<http://www.eurasiancommission.org>]. URL: <http://www.eurasiancommission.org/ru/act/txnnreg/deptexreg/tr/Documents/TP%20EAЭС%20040-2016.pdf>
12. ТР ЕАЭС 044/2017 О безопасности упакованной питьевой воды, включая природную минеральную воду: Технический регламент Евразийского экономического союза от 7 ноября 2017 г. № 135 // Евразийский экономический союз [<http://www.eurasiancommission.org>]. URL: https://docs.eaeunion.org/docs/ru-ru/01414757/cncd_05092017_45
13. Стратегия повышения качества пищевой продукции в Российской Федерации до 2030 года, принятая распоряжением Правительства Российской Федерации № 1364-р от 29 июня 2016 года.
14. Приказ «Об утверждении Порядка аттестации первичных референтных методик (методов) измерений, референтных методик (методов) измерений и методик (методов) измерений и их применения», утвержденный Министерством промышленности и торговли РФ от 15 декабря 2015 года № 4091.

ОЦЕНКА КАЧЕСТВА ПОДГОТОВКИ МАТЕРИАЛА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ТВЕРДЫХ ВЛАЖНЫХ ВЕЩЕСТВ

Медведевских С. В., Крашенинина М. П., Медведевских М. Ю.

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

ORCID iD: 0000-0003-3084-1612, Researcher ID: G-6171-2017

e-mail: lab241@uniim.ru

Ключевые слова: стандартные образцы, качество подготовки материалов стандартных образцов, оценка неоднородности влажности твердых веществ

Необходимость дополнительных обоснований применения метода ANOVA, рекомендованного в Руководство ISO Guide 35:2017 [1], при оценке неоднородности твердых влажных вещества показана в [2] при использовании разрушающих структуру вещества методов. Зачастую такие методы применяют при определении массовой доли влаги в твердых сыпучих материалах [3-5]. Массовая доля влаги является одним из наиболее неравномерно распределенных по объему показателей, поэтому выбрана для исследования особенностей подготовки материалов стандартных образцов (далее – СО) твердых веществ.

В настоящей работе для случая СО массовой доли влаги в твердых веществах, характеризующихся с помощью термогравиметрического метода, для принятия предварительных решений о качестве пробоподготовки рассмотрены модели случайного параметра (нормальное распределение, с выявляемым влияющим фактором, результаты измерений независимы) и случайного блуждания (нормальное распределение, с выявляемым влияющим фактором, результаты измерений зависимы). Особенности обработки и интерпретации результатов измерений массовой доли влаги, описываемых моделями [2] с привлечением метода Монте-Карло [6], приведены на рисунке 1: смоделированные результаты измерений (а), оценки текущего общего среднего (б), стандартного отклонения и стандартного отклонения среднего (в).

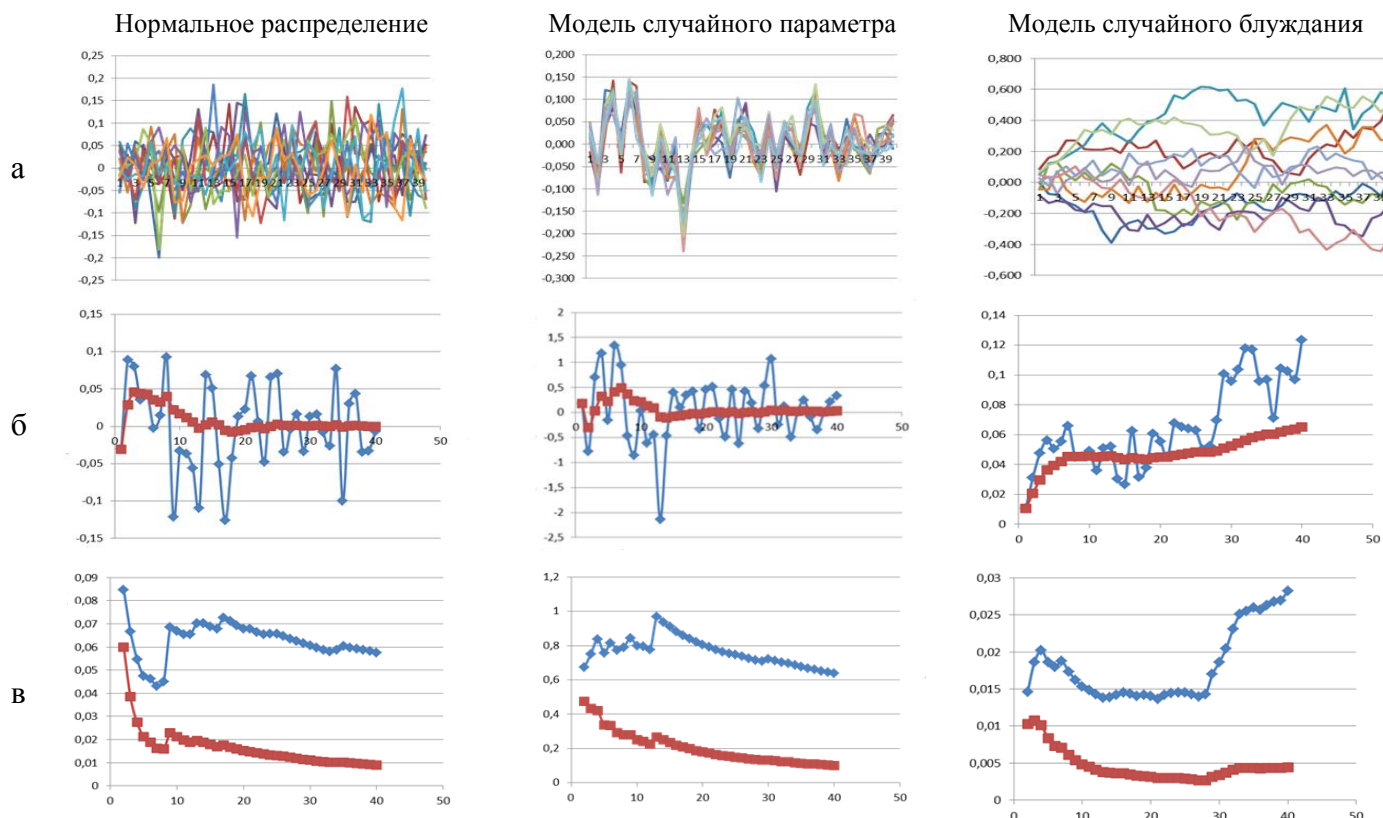


Рис. 1. Особенности обработки и интерпретации результатов измерений массовой доли воды, описываемых предложенными моделями

Таблица 1. Сводные данные по установлению характеристик прецизионности смоделированных результатов измерений предложенными методами и по методу ANOVA

Наборы данных	ANOVA		Модель случайного параметра		Параметры, задаваемые для моделирования методом Монте-Карло	
	СКО _{неоднор.}	СКО _{метод.}	СКО _{неоднор.}	СКО _{метод.}	СКО _{неоднор.}	СКО _{метод.}
Набор данных, отвечающий модели случайного параметра	0,045	0,026	0,031	0,020	0,050	0,025
Набор данных, отвечающий модели случайного блуждания	0,090	0,057	0,050	0,021	0,050	0,025

Из полученных данных (рисунок 1) показано, что в случае наличия эффектов, описываемых моделью случайного блуждания, значения текущего среднеквадратического отклонения среднего результатов измерений возрастают с повышением числа экспериментов. Применяя для такого набора результатов измерений метод ANOVA, получены завышенные оценки характеристик СКО (таблица 1), что может привести к ошибкам характеристики (например, неверная оценка общего среднего, неверная оценка неоднородности).

В таблицах 1 и 2 представлены результаты СКО, характеризующего неоднородность – (СКО_{неоднор.}) и СКО, обусловленного применяемой методикой измерений (СКО_{метод.}).

Затем была подтверждена возможность использования предложенного подхода при обработке и интерпретации экспериментальных данных. Использованы данные по измерению массовой доли воды в материалах – кандидатах в стандартные образцы: мука пшеничная и уголь каменный. На этапе оценки неоднородности материала и установления аттестованного значения выполнены пять серий по восемь последовательных измерений термогравиметрическим методом. В таблице представлены результаты СКО, характеризующего неоднородность и СКО, обусловленного применяемой методикой измерений.

Таблица 2. Сводные данные по установлению характеристик прецизионности экспериментальных данных предложенным методом и методом ANOVA

Материал (вещество) – кандидат в СО	ANOVA		Модель случайного блуждания	
	СКО _{неоднор.}	СКО _{метод.}	СКО _{неоднор.}	СКО _{метод.}
Мука пшеничная	0,012	0,015	0,011	0,013
Уголь каменный	0,075	0,060	0,050	0,050

Из полученных данных (таблица 2) показано, что результаты измерений массовой доли воды в углях непригодны для характеристики, поскольку выявлены эффекты корреляции единичных результатов, обусловленные, возможно, недоработкой процедур отбора навески для анализа из подготовленного общего объема, что в свою очередь, приводит к накоплению ошибки и росту СКО от неоднородности в том числе.

Результаты, полученные на муке пшеничной, могут быть обработаны как по методу случайного блуждания, так и однофакторным дисперсионным анализом ANOVA, что позволяет сделать вывод об отсутствии нарушений в пробоподготовке и отборе навесок.

В дальнейшем, при анализе гетерогенных веществ (материалов) разрушающими методами предлагается ввести отдельный этап исследований, суть которого: проверка набора экспериментальных данных на наличие эффектов, описываемых моделью случайного блуждания, включающих обработку классическим методом ANOVA, а также расчетом структурной функции Колмогорова (вариограммы) для модели случайного блуждания. Расхождение в оценках указывает на недостатки процедуры отбора навесок при многократных измерениях, либо недостатки продоподготовки.

Таким образом, в случае гетерогенного материала стандартного образца и применения при установлении его характеристик разрушающего метода может потребоваться обоснование применения метода ANOVA для оценки неоднородности.

ЛИТЕРАТУРА

1. ISO Guide 35:2017 Reference materials - Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability
2. Медведевских С.В., Медведевских М.Ю., Крашенинина М.П. Особенности обработки результатов единичных измерений при характеристике стандартных образцов/ В сборнике докладов международной научно-технической конференции Математическая, статистическая и компьютерная поддержка качества измерений. Санкт-Петербург, 2018. С.94-97.
3. М.Ю. Медведевских, А.С. Сергеева, М.П. Крашенинина Стандартные образцы в области влагометрии (обзор) // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2015. № 6. Т. 81. С. 66 -71.
4. Медведевских М.Ю., Казеннова Н.К., Крашенинина М.П. Аттестация методик измерений и оценка применимости стандартных образцов массовой доли влаги для контроля качества пищевых продуктов в процессе их производства, переработки и хранения // Стандартные образцы. 2013. № 4. С. 40-45.
5. Крашенинина М.П., Медведевских М.Ю., Медведевских С.В., Неудачина Л.К., Собина Е.П. Оценка метрологических характеристик стандартного образца состава молока сухого с использованием первичного и вторичного государственных эталонов // Измерительная техника. 2013. № 9. С. 67-71.
6. ГОСТ Р 54500.3.1-2011 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения. Дополнение 1. Трансформирование распределений с использованием метода Монте-Карло.

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ: СТРАТЕГИЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ ДО 2025

Медведевских С.В., Кремлева О.Н.

ФГУП «Уральский научно - исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»), г. Екатеринбург, РФ
ORCID iD: 0000-0003-3084-1612
e-mail: uniim@uniim.ru; kremleva77@yandex.ru

Ключевые слова: стандартные образцы, испытательные и калибровочные лаборатории, сертифицированные стандартные образцы, Стратегия обеспечения единства измерений

Вопросы создания, испытаний, утверждения, применения стандартных образцов (СО) в Российской Федерации имеют в настоящее время высокую степень актуальности. Это связано с современными тенденциями в области метрологического обеспечения измерений (CIPM MRA, новая редакция ISO/IEC 17025 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий», новый стандарт ISO 17034 «Общие требования к компетентности изготовителей стандартных образцов» и другие), законодательством Российской Федерации в области обеспечения единства измерений, критериями аккредитации лабораторий, юридических лиц, индивидуальных предпринимателей, выполняющих работы и (или) оказывающих услуги по обеспечению единства измерений, провайдеров межлабораторных сличительных испытаний, действующими в нашей стране. Недаром в утвержденной распоряжением Правительства Стратегии обеспечения единства измерений Российской Федерации до 2025 г. большая роль отводится вопросам в области СО и созданию необходимой номенклатуры СО.

Основные международные документы, используемые при разработке, производстве и применении стандартных образцов, разработаны Комитетом по стандартным образцам (ИСО РЕМКО) Международной организации по стандартизации (ИСО) и Международной организацией по законодательной метрологии (МОЗМ). Последнее пятилетие в рамках национальной системы стандартизации Российской Федерации проводятся планомерные работы по гармонизации национальных документов по стандартизации с общепризнанными международными документами.

В настоящее время на российском рынке представлены стандартные образцы следующих категорий:

- стандартные образцы утвержденных типов (ГСО), отраслевые СО (ОСО) и СО предприятий (СОП), составляющие подавляющую часть рынка СО в России. Доля ГСО при этом составляет около 40 %. В сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений могут применяться только СО утвержденных типов.

- межгосударственные стандартные образцы (МСО) и СО КООМЕТ – доля объема продаж СО этих категорий в России незначительна. В реестрах МСО и СО КООМЕТ доля типов СО иностранных государств (в основном национальные СО Украины, Республики Казахстан, Республики Беларусь) составляет не более 20 % (остальные отечественные ГСО). При этом на сегодняшний момент согласно положениям Федерального закона № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений», несмотря на межгосударственный статус, признаваемый нашей страной, зарубежные СО этих категорий в России не могут быть использованы в сферах государственного регулирования в области обеспечения единства измерений без проведения комплекса работ по их признанию в качестве СО утвержденных типов.

- СО зарубежного выпуска. Доля зарубежных СО, зарегистрированных в качестве СО утвержденных типов, в Государственном реестре утвержденных типов СО крайне мала – около 18 %, причем большая часть из них произведена в странах ближнего зарубежья. Соответственно, и возможность использования таких СО в системе обеспечения единства измерений крайне незначительна. В основном импортные СО, применяются сферах, не отнесенных к сферам государственного регулирования в области обеспечения единства измерений (фармацевтика, клиническая диагностика, допинговый контроль и ряде других), для которых отечественных СО в России нет.

Одновременно с наличием вышеуказанных категорий согласно международным документам СО выпускаются в виде сертифицированных СО (certified reference material) и СО (reference material), требования к которым и возможности применения различаются. При этом рынок стандартных образцов в Российской Федерации представляет собой симбиоз СО всех указанных категорий. Система государственного регулирования распространяется только на одну из категорий СО (а именно СО утвержденных типов – ГСО), остальная часть рынка СО остается открытой и вопросы изготовления, качества, а также применения СО никак не контролируется. Конечно, это вносит путаницу в возможностях применения и часто непонимание со стороны потребителей СО в вопросах что, когда, в каких видах измерений можно и нужно использовать.

Современные работы в области метрологического обеспечения измерений в Российской Федерации неразрывно связаны с острой, а иногда крайне срочной, необходимостью решения ряда актуальных задач:

- решение проблемы импортозависимости в СО, в связи с чем актуальным становится вопрос развития системы прогнозирования потребности в СО, планирования создания СО в стране;

- дальнейшее планомерное совершенствование и гармонизация с международными требованиями в области СО отечественной нормативной правовой базы, способствующей созданию и применению отечественных СО, соответствующих современным требованиям, но при этом учитывающей особенности национальной системы государственного регулирования в области обеспечения единства измерений;

- развитие системы информационного обеспечения в области СО, касающегося не только СО утвержденных типов, но и стандартных образцов других категорий, представленных на отечественном рынке.

Крайне важным для решения остается вопрос о необходимости создания системы оценки соответствия СМК отечественных изготовителей СО требованиям ISO 17034 «Общие требования к компетентности изготовителей стандартных образцов».

В целом, по мнению авторов, Стратегией обеспечения единства измерений в РФ до 2025 г поставлены актуальные и приоритетные задачи, а цели, заявленные Стратегией вполне достижимы при условии совершенствования системы государственного регулирования в области стандартных образцов в консолидации с метрологическим сообществом.

СПОСОБ ОЦЕНКИ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ АТТЕСТОВАННОГО ЗНАЧЕНИЯ МНОГОКОМПОНЕНТНОГО СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА

Мигаль П. В., Медведевских С. В., Фирсанов В. А.

ФГУП «Уральский научно - исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»), г. Екатеринбург, РФ
ORCID iD: 0000-0003-3084-1612, e-mail: mig@uniim.ru

Ключевые слова: многокомпонентный стандартный образец, неопределённость аттестованного значения СО, характеристика СО по способу приготовления

СО многоэлементных растворов получили широкое применение в современном количественном химическом анализе при построении калибровочных зависимостей выходных сигналов, например спектральных средств измерений, от содержания определяемых компонентов. Удобство применения таких СО характеризуется универсальностью современных инструментальных методов анализа, которая позволяет проводить калибровку сразу по нескольким элементам.

Для характеристики много компонентных СО по процедуре приготовления ИСО ГАЙД 35 предлагает использовать средневзвешенные оценки [1, 9.3.4]. В этом случае

содержание компонента в смеси веществ - \bar{x}_w определяется как $\bar{x}_w = \sum_{i=1}^N w_i x_i$, где

x_i - измеряемая величина содержания i -компонента состава исходного вещества с ковариациями - $u(x_i, x_j)$, $w_i = m_i / \sum_{i=1}^N m_i$ - весовые коэффициенты, m_i - измеряемая величина массы i -исходного вещества в смеси веществ массой $m = \sum_{i=1}^N m_i$ с ковариациями $u(m_i, m_j)$, $i, j = \overline{1, N}$.

ИСО ГАЙД 35 так же предлагает формулу для оценки стандартной неопределенности от характеристики по процедуре гравиметрического приготовления бинарной смеси [1, (13)], для случая $N = 2$.

Однако, в рамках методологии GUM [2] в работе [3] показано, что квадрат суммарной стандартной неопределенности выходной величины - \bar{x}_w можно представить для неограниченного количества компонентов в общем виде

$$u^2(\bar{x}_w) = \frac{1}{\left(\sum_{i=1}^N m_i\right)^2} \sum_{i,j=1}^N [m_i m_j u(x_i, x_j) + (x_i - \bar{x}_w)(x_j - \bar{x}_w)u(m_i, m_j) + (x_i - \bar{x}_w)m_j u(x_i, m_j)] \quad (1)$$

где $u(\bar{x}_w)$ - суммарная стандартная неопределенность величины - \bar{x}_w ,

x_i и m_i - результаты измерений.

Рассмотрим применение (1) при характеристике по способу приготовления СО многокомпонентных смеси металлов в виде раствора из охарактеризованных растворов металлов с известными значениями некоррелированными значениями x_{ki} - содержания k -металла в i -растворе массой m_i с неопределённостью $u(m_i)$, с соответствующими известными неопределенностями - $u(x_i)$, $k = \overline{1, K}$, $i = \overline{1, N}$. Растворитель будем характеризовать

содержанием растворяющего компонента x_{0i} в i -растворе. Тогда содержание k -металла и растворяющего компонента в смеси из N растворов - $\bar{x}_{kw} = \sum_{i=1}^N w_i x_{ki}$, $k = \overline{0, K}$. Если все измерения x_{ki} и m_i проводятся независимо и смесь растворов металлов считается однородной, то k -компонента смеси (1) приобретает вид

$$u^2(\bar{x}_{kw}) = \sum_{i=1}^N [m_i^2 u^2(x_{ki}) + (x_{ki} - \bar{x}_{kw})^2 u^2(m_i)] / (\sum_{j=1}^N m_j)^2, \quad k = \overline{0, K} \quad (2)$$

Выражение (2) позволяет оценить по отдельности вклады в неопределенность оценки \bar{x}_{kw} от неопределенностей измерения содержаний компонентов и масс исходных растворов.

Сравнение предложенного подхода и моделирования методом Монте-Карло [4] произведено путем обработки результатов характеристики мультиэлементного СО, который представляет собой смесь растворов химических элементов (V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Cd) в матрице 5 % азотной кислоты. Учитывалось содержание каждого аттестуемого компонента в каждом растворе и массы аликвот с соответствующими суммарными стандартными неопределенностями.

Для оценки аттестованных значений содержания элементов в смеси по [1] определили средневзвешенное значение по массе каждого отдельного компонента, а связанную суммарную стандартную неопределенность по (2).

Для оценки тех же параметров методом Монте-Карло произведено моделирование $1 \cdot 10^6$ значений содержания каждого элемента с нормальным распределением входных величин со стандартным отклонением численно равным их суммарной стандартной неопределенности.

Сравнение показало совместимость полученных оценок и, следовательно, корректность средневзвешенных значений содержания компонентов в смеси и расчетов их стандартной неопределенности по (1). Вместе с тем показано, что наиболее существенным вкладом в неопределенность аттестованных значений вносит неопределенность массовых долей аттестуемых компонентов в их исходных растворах (относительный вклад более 90 %), которая характеризуется композицией составляющих гравиметрического приготовления растворов из чистых веществ охарактеризованных по схеме 100% минус сумма примесей, стабильностью этих растворов и результатов компаративных измерений методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (АЭС ИСП).

Оценки содержания компонентов полученные по процедуре приготовления подтверждены измерениями этих величин методом АЭС ИСП (x_i , $L=2$). Окончательным результатом можно считать среднее взвешенное этих оценок (x_r) с весовыми коэффициентами, связанными с их стандартными неопределенностями (u_i) и квадрат суммарной стандартной неопределенности величины x_r :

$$x_r = \sum_{i=1}^L \frac{x_i}{u_i^2} / \sum_{i=1}^L \frac{1}{u_i^2}, \quad (3)$$

$$u_{x_r}^2 = 1 / \sum_{l=1}^L \frac{1}{u_l^2}. \quad (4)$$

Этот подход в целом похож на тот, который используют специалисты НИСТА при характеристике моноэлементных СО [5,6], где аттестованное значение получено как среднее взвешенное результатов гравиметрического приготовления раствора из высокочистого соединения с установленным содержанием основного компонента и результатов анализа методом АЭС ИСП с калибровкой по четырем независимо приготовленным «первичным стандартам» (в оригинале: four primary standards) приготовленным из высокочистого соединения с установленным содержанием основного компонента.

ЛИТЕРАТУРА

1. ISO Guide 35:2017 Reference materials - Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability.
2. JCGM 100:2008 Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement.
3. Определение интегрального содержания компонентов в веществах промышленных объемов при контроле, учете и мониторинге производства, образования отходов, выбросов и сбросов / С.В. Медведевских, В.А. Фирсанов // Измерительная техника. 2018. № 2. С. 66-72.
4. JCGM 101:2008. Evaluation of measurement data — Supplement 1 to the «Guide to the expression of uncertainty in measurement» — Propagation of distributions using a Monte Carlo method.
5. STANDARD REFERENCE MATERIALS. Spectrometry, Single Element Standard Solutions // NIST [сайт]. URL: <https://www-s.nist.gov/srmors/viewTable.cfm?tableid=39> (дата обращения: 05.07.2018).
6. NIST Special Publication 260-136 // NIST [сайт]. URL: <https://www.nist.gov/sites/default/files/documents/srm/SP260-136.PDF> (дата обращения: 05.07.2018).

ОПЫТ ВНЕДРЕНИЯ СИСТЕМЫ КАЧЕСТВА ПРОИЗВОДИТЕЛЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА ПОРОД И РУД В НТЦ «МИНСТАНДАРТ»

Мошкова М. В., Демченко А. С.

ООО «Научно-технический центр «Минеральные стандарты»

(ООО «НТЦ «МинСтандарт»), г. Москва, РФ

e-mail: info@minstandart.com

Ключевые слова: система менеджмента качества, производитель, стандартный образец, породы, руды

Потребность геологической отрасли в стандартных образцах за последние годы существенно возросла. В лучшие советские времена база стандартных образцов элементного и фазового состава минерального сырья включала в себя около 400 типов, включая минералогические коллекции. В настоящее время в Отраслевом реестре стандартных образцов порядка 850 типов стандартных образцов, для большинства из которых истек срок годности и/или закончился материал. Для сравнения: база стандартных образцов только одного зарубежного производителя Ore Research & Exploration Pty Ltd составляет более 1000 наименований. Например, по добыче золота Россия находится на третьем месте в мире после Китая и Австралии, темпы добычи полезных ископаемых достаточно высокие и потребность в стандартных образцах должна быть никак не меньше, чем, допустим, у Австралии.

Спрос на новые стандартные образцы более высокого качества увеличивается в результате, как повышения точности измерений, так и необходимости более точных и надежных данных в рамках научных и технических дисциплин. Основная идея ISO 17034:2016 состоит в том, что именно производитель берет на себя обязательства обеспечивать качество стандартных образцов на основе целостной системы менеджмента их разработки и производства. Российской версией является ГОСТ ISO Guide 34-2014.

Документами, регламентирующими требования к производству стандартных образцов, являются: ГОСТ ISO Guide 35-2015, ГОСТ 8.315-97, ГОСТ 8.531-2002, ГОСТ 8.532-2002, ГОСТ Р 54500.1-2011/Руководство ИСО/МЭК 98-1:2009, ГОСТ Р 54500.3-2011/Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008, ГОСТ Р 54500.3.1-2011/Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008, ГОСТ Р ИСО 16269-6-2005, Р 50.2.058-2007, Р 50.2.031-2003. Дополнительные требования применительно к производству и применению стандартных образцов состава горных пород и руд установлены в ОСТ 41-08-268-04 и ГОСТ 27872-88.

Для внедрения СМК необходимо было определить основные показатели качества стандартных образцов состава пород и руд в качестве продукции (рисунок 1).

Была проведена систематизация и установлены следующие группы показателей: функциональные, безопасности, транспортабельности, экономичности и эстетические. Функциональными показателями являются: тип руды, состав матрицы, сертифицированные элементы, сертифицированные значения элементов, неопределенность сертифицированного значения, метрологическая прослеживаемость, однородность, стабильность, гранулометрический состав. Основной характеристикой транспортабельности является кратковременная стабильность. Показатели безопасности для человека и для окружающей среды зависят от свойств (радиоактивность) и химического состава исходного сырья. Кроме того, для потребителей продукции имеет значение эстетические показатели (внешний вид).

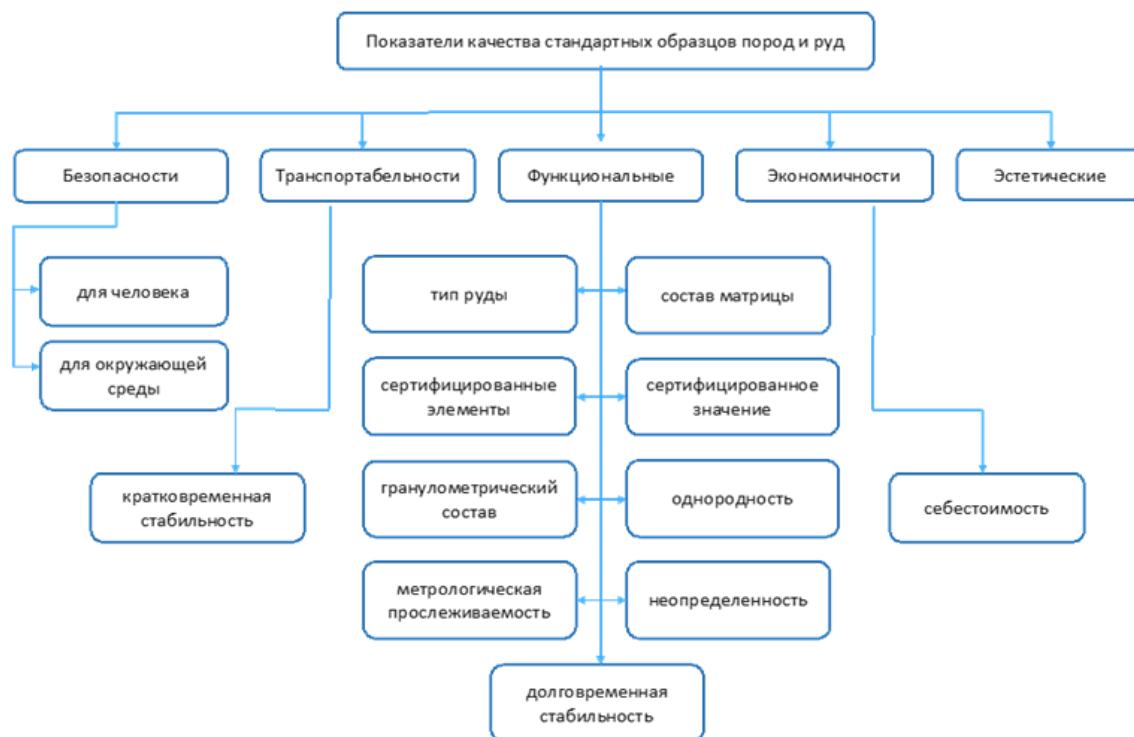


Рис. 1. Показатели качества стандартных образцов состава пород и руд

Далее необходимо было определить производственные факторы, влияющие на конечное качество стандартных образцов состава пород и руд. На первом этапе для этого была составлена причинно-следственная диаграмма. Основными группами факторов являются: исходное сырье, технология производства, ресурсы, персонал, качество работы лабораторий, участвующих в межлабораторной аттестации, и их количество.

Один из определяющих факторов, влияющих на качество изготавливаемых стандартных образцов состава пород и руд - исходный материал (физико-механические свойства, минеральный состав, неравномерность распределения минералов по объему, химический состав). Породы и руды крайне неоднородные по минеральному и химическому составу объекты. Если исходное сырье содержит включения самородного золота или другие минеральные формы, которые не могут быть равномерно распределены по всему объему материала в процессе его подготовки, то необходимо извлечь эти минералы перед измельчением материала. Если этого не сделать, то измельченный материал не будет однородным и путем проведения механического перемешивания эту неоднородность не устранить. В связи с этим оценка соответствия исходного сырья планируемым показателям является одним из ключевых этапов управления качеством. В зависимости от результатов оценки качества поступающего сырья вносятся изменения в технологию производства.

Основной задачей при разработке способа оценивания качества поступающего сырья являлось уменьшить стоимость и сократить время на проведение, для чего было необходимо оптимизировать количество и массу проб. На первом этапе необходимо определить массу представительной пробы. Для решения этой задачи можно применить формулы Хоффердаля, Ричардса-Чечотта или формулу Pierra Gu. В результате работы выяснилось, что наиболее точной формулой, учитывающей влияние всех факторов пробы (минеральный состав, размер и

формулу частиц и др.) и с возможностью задать ошибку опробования является формула Pierra Gy.

Представительная масса пробы сильно зависит от размера частиц в ней. У поступающих руд, как правило, размер частиц составляет до 150 мм. При расчете получаются значения массы порядка сотен кг, что значительно затрудняет процедуру. При размере частиц 2 мм представительная масса равна 1 кг. Таким образом, сначала необходимо провести кондиционирование, сушку и дробление всей партии поступившего исходного сырья до 95 % фракции с размером частиц 2 мм и потом отбирать пробу для исследования минерального, химического состава, тогда минимальная представительная масса пробы составляет порядка 1 кг. Размер частиц 2 мм позволяет провести все виды необходимых минералогических и химических исследований, установленных в плане производства.

Для характеристики стандартного образца состава пород и руд применяется межлабораторный эксперимент. К участию привлекаются компетентные лаборатории. Для понимания качества работы лабораторий разработана процедура оценивания рейтинга конкретной лаборатории для данного типа руды и для испытаний данных показателей. На основании результатов работ лаборатории рассчитывается рейтинг лаборатории общий и рейтинги лабораторий по специфичным исследованиям. Рейтинги оформлены в виде таблиц в программе MS Office Excel. В рейтингах указывается балльная оценка каждой лаборатории с выводами. Вывод представляет собой следующую оценку: балл до 0,5 – неудовлетворительно; балл от 0,5 до 0,8 – хорошо; балл от 0,8 до 1,0 – отлично. Если результаты лаборатории показывают неудовлетворительный балл, то такая лаборатория к участию в межлабораторном эксперименте не привлекается. В общий рейтинг лабораторий включены все лаборатории, которые принимали участие в межлабораторных сличительных испытаниях. Удовлетворительная оценка, по Z-индексу, в программе межлабораторных сличений учитывается в расчете рейтинга лабораторий; сомнительная и неудовлетворительная при расчете рейтинга не учитываются.

Очень важное значение при характеристике имеет оценивание полученных от лабораторий-участников межлабораторного эксперимента результатов испытаний. Для проведения предварительной оценки качества полученных от лабораторий результатов применяется инструмент MS Office Excel - «описательная статистика». При его применении можно в очень короткие сроки, используя ресурсы программы, обработать массив данных и получить о нем информацию по целому ряду статистических критериев. Кроме того, целесообразно проводить построение контрольных карт Шухарта.

В НТЦ Минстандарт создана и внедрена модель системы менеджмента качества производителя стандартных образцов состава пород и руд на основе требований ГОСТ Р ИСО 9001, ГОСТ ISO Guide 34-2014, ГОСТ ISO Guide 35-2015, разработан комплект стандартизированных методик процесса производства (СТП) в количестве 19 штук: Планирование процессов производства стандартных образцов состава пород и руд; Приготовление материала стандартных образцов состава пород и руд; Оценивание качества исходного сырья (горные породы и руды); Входной контроль поступающих ресурсов и услуг; Кондиционирование поступающего сырья; Оценивание однородности стандартных образцов состава пород и руд; Оценивание стабильности стандартных образцов состава пород и руд; Характеризация стандартных образцов состава пород и руд; Порядок оценивания лабораторий для участия в межлабораторной характеристике. Формирование рейтинга лабораторий;

Установление метрологической прослеживаемости стандартных образцов состава пород и руд; Упаковка и фасовка стандартных образцов состава пород и руд; Порядок хранения стандартных образцов состава пород и руд; Испытания наполненной тары; Порядок транспортировки стандартных образцов состава пород и руд; Подготовка помещения к производству стандартных образцов состава пород и руд; Порядок обращения с оборудованием; Порядок обращения со средствами измерений; Оформление листа безопасности MSDS.

С внедрением системы менеджмента качества практика работы производителя существенно улучшилась, повысилась производительность, вырос выпуск стандартных образцов. Количество выпущенных образцов увеличилось с 7 типов образцов в 2013 г., до 102 типов в 2018 г.

ООО «НТЦ «МинСтандарт» успешно прошел аккредитацию на соответствие ГОСТ ISO Guide 34-2014 в качестве производителя стандартных образцов состава пород и руд в органе по аккредитации ААЦ «Аналитика».

НОВЫЕ СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ ВЯЗКОСТИ ЖИДКОСТИ

Неклюдова А. А., Демьянов А. А.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева»
(ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), г. Санкт-Петербург, РФ
О-3983-2018, e-mail: A.A.Demyanov@vniim.ru
О-3887-2018, e-mail: A.A.Tsurko@vniim.ru

Ключевые слова: стандартные образцы, эталонные материалы ВНИИМ, поверка, Государственный первичный эталон, вязкость, исследования

Обеспечение единства измерений вязкости жидких сред является одним из важнейших условий социально-экономического развития страны и научно-технического прогресса, создаёт основу для честной торговли на внутреннем и международном рынках, что особенно важно в условиях ужесточающихся требований к точности определения качества и учёта количества природных энергоносителей.

В виду того, что большое количество средств измерений (СИ), позволяющих определять вязкость жидкостей в интервале температур от минус 35 °С до 150 °С применяются в нефтяной и нефтеперерабатывающей промышленности, подпадающих под сферу государственного регулирования обеспечения единства измерений, данные СИ должны проходить первичную, периодическую, внеочередную, инспекционную или экспертную поверку [1].

В свою очередь, поверка СИ вязкости подразумевает применение таких средств поверки, как стандартные образцы вязкости жидкости (СО).

Применяемые при поверках СО должны быть внесены в государственный реестр стандартных образцов Российской Федерации, иметь установленные метрологические характеристики и быть пригодными для использования в заданном диапазоне температур.

В настоящее время в РФ существуют стандартные образцы вязкости жидкости, аттестуемые в диапазоне значений вязкости от 1,3 мПа·с ($\text{мм}^2/\text{с}$) до $1,0 \cdot 10^5$ мПа·с ($\text{мм}^2/\text{с}$) и в интервале температуры от 20 °С до 100 °С, с относительной расширенной неопределённостью, при коэффициенте охвата $k=2$, $U_{0.95}(v)$:

- 0,2 % – в диапазоне вязкости от 1,3 мПа·с ($\text{мм}^2/\text{с}$) до 30 000,0 мПа·с ($\text{мм}^2/\text{с}$);
- 0,3 % – в диапазоне вязкости от 30 000,0 мПа·с ($\text{мм}^2/\text{с}$) до $1,0 \cdot 10^5$ мПа·с ($\text{мм}^2/\text{с}$).

Стабильные и однородные стандартные образцы вязкости жидкости, аттестованные в интервале температуры от минус 35 °С до 20 °С и от 100 °С до 150 °С в РФ не производятся [2].

Целью данной работы является разработка и исследование стандартных образцов вязкости жидкости, аттестованных в интервалах температуры от минус 35 °С до минус 5 °С и от 100 °С до 150 °С.

Для достижения поставленной цели, были сформулированы следующие **задачи**:

- определить технические и метрологические требования к образцам вязкости жидкости, аттестуемым в интервалах температуры от минус 35 °С до минус 5 °С и от 100 °С до 150 °С;
- определить материалы, из которых будут изготавливаться образцы;
- определить комплекс аппаратуры, предназначенный для исследований и аттестации, разработанных образцов;

- провести исследование, направленное на установление метрологических характеристик, разработанных образцов;
- разработать техническую документацию, необходимую для проведения испытаний в целях утверждения типа, разработанных образцов.

Технические и метрологические требования к разрабатываемым образцам вязкости жидкости были определены путём анализа современных СИ вязкости и описаны в разработанных в соответствии с [3, 4] Техническом задании (ТЗ) и Технических условиях (ТУ).

С учетом приведенных в ТЗ и ТУ требований, был произведён анализ существующих минеральных и синтетических масел, обладающих ньютоновским режимом течения. Далее по номинальным значениям вязкости при различной температуре, был проведён отбор семи типов масел и некоторых их смесей, а затем определены их действительные значения кинематической и динамической вязкости, которые представлены в таблице 1.

Таблица 1. Результаты определения действительных значений вязкости

Наименование масла/смеси	Средние измеренные значения динамической и кинематической вязкости					
	мПа·с					мм ² /с
	Температура измерений, °С					
	-5	-15	-25	-30	-35	150
Синтетическое масло 40	1470	4300	13780			
Синтетическое масло 60	2055	4997	16686			
Синтетическое масло 30	614			8172	15625	
Синтетическое масло 30А			3563	7220		
Полусинтетическое масло 40	727			6565		
Смесь 10						22,1
Смесь 30						42,6
Смесь 60						62,3
Относительная расширенная неопределённость измеренных значений вязкости масел, при коэффициенте охвата $k=2$, $U_{0.95}(v)=\pm(0,2\dots2,0)$ %.						

Проанализировав измеренные значения вязкости исследуемых масел, было решено создать пять образцов вязкости:

- два образца, аттестуемых в интервале температуры ниже 0 °С: РЭВ-10000-1 и РЭВ-20000-1 на основе синтетических масел;
- три образца, аттестуемых в интервале температуры выше 100 °С: РЭВ-10000, РЭВ-30000 и РЭВ-60000 на основе смесей минеральных масел.

Установление метрологических характеристик, разрабатываемых образцов осуществлялось на разработанном, в ходе выполнения мероприятий по совершенствованию ГЭТ 17-96, эталонном комплексе аппаратуры.

Разработка документации для внесения в реестр РФ стандартных образцов вязкости жидкости производилась в соответствии с требованиями [3, 6, 7, 8].

Исследование метрологических характеристики образцов РЭВ-10000-1 и РЭВ-20000-1 проводились в полном объеме, предусмотренном нормативной документацией.

Исследование метрологических характеристик образцов РЭВ-10000, РЭВ-30000, РЭВ-60000 проводилось по сокращённой программе, так как данные образцы уже внесены в Государственный реестр стандартных образцов РФ, в диапазоне температур от 20 °С до 100 °С [3].

В результате проведенных исследований были определены метрологические характеристики разработанных образцов, а именно: аттестованные значения вязкости, относительная расширенная неопределённость аттестованных значений, а также изучены однородность внутри экземпляра образца и между экземплярами в партии, кратковременная и долговременная нестабильность.

Разработанные и исследованные образцы вязкости жидкости, аттестуемые в интервалах температуры от минус 35 °С до минус 5 °С и от 100 °С до 150 °С позволяют решить проблему отсутствия средств поверки и калибровки СИ вязкости в данных интервалах температуры, а также могут быть использованы при испытаниях в целях утверждения типа, при метрологической аттестации методик измерений вязкости и при контроле погрешности методик измерений в процессе их применения.

Разработанные образцы могут применяться в сличениях и при калибровке эталонов в качестве жидкостей-компараторов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Российская Федерация. Законы. Об обеспечении единства измерений [Текст]: федер. закон: [принят Гос. Думой 11.06.2008 г.: одобр. Софетом Федерации 18.06.2008 г.]. – [5-е изд.]. - М.: Ось-89, [2008]. – 31, [1] с.; 21 см. – (Актуальный закон). – ISBN 978-5-9957-0006-7.
2. Официальный сайт Росстандарта. Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. Стандартные образцы утверждённых типов [Электронный ресурс]. – дата обращения 14.11.2016 г. – URL: <http://www.fundmetrology.ru/default.aspx>.
3. ГОСТ 8.315-97 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения (с изменениями № 1) [Текст]. – Взамен ГОСТ 8.315-91; введ. 1998-07-01. Минск: Межгос. совет по стандартизации, метрологии и сертификации; М.: Стандартиформ, сор. 2008. - 25 с.
4. ГОСТ 2.114-95 ЕСКД. Технические условия (с изменениями № 1, 2, с поправками).. – Введ. 1996-07-01. Минск: Межгос. совет по стандартизации, метрологии и сертификации; М.: Стандартиформ, сор. 2008. - 15 с.
5. ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий [Текст]. – Введ. 2012-01-01. Минск: Межгос. совет по стандартизации, метрологии и сертификации; М.: Стандартиформ, сор. 2012. - 28 с.
6. ГОСТ Р 8.694-2010 (Руководство ИСО 35:2006) ГСИ. Стандартные образцы материалов (веществ). Общие статистические принципы определения метрологических характеристик. – Введ. 2012-07-01. М.: Стандартиформ, сор. 2012. – 69 с.
7. МИ 3300-2010 ГСОЕИ. Рекомендации по подготовке, оформлению и рассмотрению материалов испытаний стандартных образцов в целях утверждения типа. Характеристик. – Введ. 2010-12-11. Екатеринбург.: ФГУП «УНИИМ». 2012. – 40 с.
8. ГОСТ 8.025-96 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений вязкости жидкостей. [Текст]. – Введ. 2012-01-01. Минск: Межгос. совет по стандартизации, метрологии и сертификации; М.: ИПК Издательство стандартов, сор. 1997. - 8 с.

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

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

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

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

Стандартные образцы (СО) теплофизических свойств являются традиционным средством обеспечения единства измерений в различных видах термического анализа. Одними из основных параметров, измеряемых при термическом анализе различных веществ являются температура и энтальпия (теплота) фазовых превращений, удельная теплоёмкость, температуропроводность и теплопроводность. Калибровку и поверку средств измерений по температуре и энтальпии осуществляют с помощью СО температуры и теплоты плавления. При этом необходимо иметь СО различных типов на основе материалов отличающихся температурой и энтальпией фазовых превращений. Ведущие фирмы, производящие СИ для термического анализа, предлагают своим пользователям широкий спектр средств для калибровки и градуировки измерительных ячеек, изготовленных из различных материалов. Например, перечень калибровочных образцов мирового лидера в производстве термоаналитического оборудования Netzsch Geratebau GmbH (Германия), составляет 24 наименования и охватывает практически весь интервал температуры и удельной энтальпии. В него входят как металлы, так и неметаллы – по 12 наименований каждого типа.

Во ФГУП «УНИИМ» разработано 9 типов СО теплофизических свойств (СОТС) на основе корунда, хлористого калия, нержавеющей стали, галлия, индия, олова, цинка, сурьмы и молибдена. Сопоставление характеристик изготавливаемых СО с зарубежными СО [1,2] показывает, что аттестованные характеристики СО согласуются в пределах заявленных неопределенностей измерений. Разработана технология изготовления СО, удовлетворяющая требованиям заказчиков по форме и весу СО и обеспечивающая однородность и стабильность аттестованных характеристик. ФГУП «УНИИМ» является компетентным изготовителем СОТС, которыми оснащены метрологические службы более 200 предприятий. Тем не менее, в настоящее время есть основания для расширения номенклатуры СО, что позволит продолжить дальнейшее совершенствование системы передачи единиц от первичных эталонов средствами измерений при испытаниях, поверке, калибровке средств измерений, аттестации методик (методов) измерений.

ЛИТЕРАТУРА

1. Казанцев В.В., Черепанов В.И., Сенникова В.Н. Стандартные образцы теплофизических свойств твердых веществ и материалов// Стандартные образцы. 2014. № 1. С. 66-70.
2. Gatta G.D., Richardson M.J., Sarge S.M., Stolen A.S. Standards, calibration, and guidelines in microcalorimetry. Part 2. Calibration standards for differential scanning calorimetry. Pure Appl. Chem. 2006, v.78, №7, p. 1455.

ПРОБЛЕМЫ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ БИОЛОГИЧЕСКИХ ЛЕКАРСТВЕННЫХ СРЕДСТВ

Олефир Ю. В., Волкова Р. А., Фадейкина О. В., Саканян Е. И., Меркулов В. А.,
Мовсесянц А. А., Бондарев В. П.

ФГБУ «Научный центр экспертизы средств медицинского применения»
Министерства здравоохранения Российской Федерации (ФГБУ «НЦ ЭСМП» Минздрава России), г. Москва, РФ
Researcher ID: C-3801-2018; e-mail: Volkova@expmed.ru

Ключевые слова: стандартные образцы для оценки качества лекарственных средств, аттестация биологических стандартных образцов, валидация методики

Разработка, производство и контроль качества лекарственных средств (ЛС), в том числе биологических, должны соответствовать специальным требованиям, которые определяются рекомендациями ВОЗ, требованиями надлежащих практик (GxP) – например, GMP, GLP, GPhP и т.п., принятыми на международном, межрегиональном или национальном уровнях. В РФ контроль ЛС осуществляется в соответствии с Государственной фармакопеей (ГФ) [1] и методиками, изложенными в соответствующих НД, т.е. фармакопейными методами с использованием стандартных образцов (СО), в том числе отраслевых, которые в настоящее время следует называть фармакопейными [2, 3]. Т.о., качество ЛС регламентируется не ГОСТами, а ГФ, поэтому для СО в области обращения лекарственных средств необходимо создание собственной нормативно-методической базы на основе рекомендаций ВОЗ и ICH [4-7], опыта аттестации биологических и фармацевтических СО [8-11], а также с учетом отечественной нормативно-правовой базы в области ГСО [12, 13].

В соответствии с законом об обеспечении Единства измерений (ФЗ 102) [13] в РФ сложилась иерархическая система, в которой определен порядок аттестации СО каждой категории, которая касается прежде всего СО, являющихся средством передачи единиц измерений в системе СИ. Сложившаяся система основана на использовании аттестованных методик и оценке погрешности, как суммы систематической и случайной составляющих погрешности [14]. Данный подход применим к методикам измерений, которые составляют незначительную долю среди фармакопейных методов, к ним можно отнести методики определения осмолярности, электропроводности, показателя преломления, а также методики измерений в том случае, если не предусмотрена пробоподготовка: определение pH, оптической плотности, степени окраски жидкости спектрофотометрическим методом, мутности жидкости турбодиметрическим методом, плотности, вязкости, удельного вращения [15]. Остальные фармакопейные методики требуют особого подхода.

Важнейшей особенностью биологических ЛС является то, что для них средством передачи единиц измерений является СО вместе с методикой, в которой он используется (т.е., не только СО), а используемые методики являются эмпирическими и характеризуются, как правило, необходимостью пробоподготовки разной степени сложности [10]. В соответствии с международной практикой методики для оценки качества ЛС должны быть валидированы, т.е. должны быть установлены валидационные характеристики методики, набор которых зависит от назначения методики и включает такие характеристики как специфичность, линейность, диапазон применения, предел обнаружения или предел количественного определения, правильность, прецизионность, устойчивость [1, 6, 7, 16, 17].

Аттестация и валидация методики – это разные процедуры. При аттестации методики устанавливается соответствие ее погрешности заранее определенным требованиям, при

валидации – оценивается пригодность методики для решения определенных задач. Для количественных методов важнейшей характеристикой является прецизионность, которая может быть оценена по стандартному отклонению результатов, полученных в условиях повторяемости и промежуточной прецизионности во всем диапазоне применения методики, и которое в свою очередь характеризует неопределенность методики [10]. Для сложных методов оценки качества биологических ЛС по таким показателям как «специфическая активность» стандартное отклонение может превышать 20 %. Единый алгоритм валидации указанных методик отсутствует, необходимо руководствоваться общими рекомендациями в соответствии с ГФ XIII и учитывать особенности методики и объекта приложения методики. В связи с этим СО приобретают особенно важное значение, поскольку обеспечивают объективную возможность сравнения результатов различных лабораторий.

Несмотря на необходимость создания собственной нормативно-правовой базы, создание СО лекарственных средств должно включать в основном те же этапы, которые предусмотрены в системе нормативно-методических документов по ГСО:

- разработка технического задания для новых СО, программы аттестации для новых серий СО;
- проведение экспериментальных работ по изготовлению и аттестации СО, исследованию и мониторингу стабильности СО;
- оформление отчета о разработке/аттестации СО с включением всех первичных данных, разработка технической и/или сопроводительной документации (паспорт, макеты этикеток, а также инструкции по применению СО);
- проведение экспертизы материалов по разработке и аттестации СО;
- утверждение и регистрация СО.

В настоящее время в соответствии с современными международными и отечественными требованиями разработана новая структура паспорта на биологический стандартный образец, в которой использованы все позиции, рекомендованные международными документами, а также большая часть позиций, принятых в отечественной системе государственных стандартных образцов (за исключением действий, связанных с термином «стандартные образцы утвержденного типа (ГСО)»). Исключено также указание способа определения метрологических характеристик стандартного образца, поскольку для их оценки должны использоваться специально разработанные подходы, учитывающие особенности конкретного биологического лекарственного средства [15].

В настоящее время разработаны нормативно-правовые акты Евразийского Экономического Союза, в том числе по валидации методик испытания ЛС [16], которые дают основу для дальнейшего совершенствования отечественных требований в данной области.

ЛИТЕРАТУРА

1. Государственная фармакопея Российской Федерации, XIII изд. Т. 1–3. [Электронный ресурс]. URL: <http://femb.ru/feml> (дата обращения: 13.06.2018).
2. Федеральный закон от 12 апреля 2010 г. № 61-ФЗ «Об обращении лекарственных средств».
3. Меркулов ВА, Саканян ЕИ, Волкова РА, Климов ВИ, Шемерянкина ТБ, Яшкир ВА. Фармакопейные стандартные образцы и практика их применения в отечественной системе стандартизации лекарственных средств. Химико-фармацевтический журнал 2016; 50(4): 40–3.
4. WHO Expert Committee on biological standardization. Recommendations for the preparation and establishment of international and other biological reference standards. Technical Reports Series № 932. Annex 2. Geneva: WHO; 2004. P. 73–131, 137.

5. WHO manual for the establishment of national and other secondary standards for vaccines. WHO/IVB/11/03. June 2011.
6. International Conference on Harmonization (ICH) of Technical Requirements for the Registration of Pharmaceuticals for Human Use, Validation of analytical procedures, ICH-Q2A, 1994, 5p.
7. International Conference on Harmonization (ICH) of Technical Requirements for the Registration of Pharmaceuticals for Human Use, Validation of analytical procedures: Methodology, ICH-Q2B, 1996, 8p.
8. Бондарев В.П., Борисевич И.В., Волкова Р.А., Фадейкина О.В. Проблемы аттестации отраслевых стандартных образцов для контроля качества иммунобиологических лекарственных препаратов // Ведомости Научного центра экспертизы средств медицинского применения. 2013. № 2. С.28-32.
9. Меркулов ВА, Саканян ЕИ, Климов ВИ, Шемерянкина ТБ, Яшкир ВА, Бармин АВ. Современные подходы к разработке стандартных образцов для оценки качества фармацевтических субстанций. Химико-фармацевтический журнал 2015; 49(11): 54–6.
10. Волкова Р.А, Фадейкина О.В. Проблемы оценки неопределенности методик испытаний и стандартных образцов иммунобиологических лекарственных средств // Биопрепараты. Профилактика. Диагностика. Лечение. 2017. Т. 17. № 1 (61). С. 27-31.
11. Фадейкина О.В., Волкова Р.А. Разработка порядка аттестации стандартных образцов биологических лекарственных средств // Химико-фармацевтический журнал. 2017. Т.51. № 8. С. 44-50.
12. ГОСТ 8.315-97 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения. С изм. 2011 г.
13. Федеральный закон от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений».
14. ГОСТ РМГ 93–2009 ГСИ. Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов. М.: Стандартинформ; 2009.
15. Волкова Р.А., Фадейкина О.В., Климов В.И., Саканян Е.И., Олефир Ю.В., Меркулов В.А., Мовсисянц А.А., Бондарев В.П., Борисевич И.В., Шведов Д.В. Актуальные вопросы стандартных образцов в сфере обращения биологических лекарственных средств // Биопрепараты. Профилактика. Диагностика. Лечение. 2016. Т. 16. № 4. С. 229-236
16. Решение Коллегии Евразийской экономической комиссии от 17.07.2018 N 113 «Об утверждении Руководства по валидации аналитических методик проведения испытаний лекарственных средств»
17. United States Pharmacopeia (USP 40). Biological assay validation (1033). Available from: <http://www.uspnf.com/uspnf/login>.

РИСК - ОРИЕНТИРОВАННЫЙ ПОДХОД ПРИ ПРОИЗВОДСТВЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

Осинцева Е. В.

ООО «Югра-ПГС», г. Сургут, РФ
ORCID 0000-0002-0229-6517, e-mail: ev_osinceva@mail.ru

Ключевые слова: система менеджмента качества, стандартный образец, риск, анализ рисков, риск-ориентированный подход, уровень риска, производство стандартных образцов

Современные требования к производству стандартных образцов [1, 2] базируются на риск-ориентированном подходе и предусматривают планирование и реализацию производителем «действий по рассмотрению рисков и возможностей; способов интеграции и внедрения этих действий в свои процессы системы менеджмента; способов оценивания результативности этих действий». Формирование системы менеджмента на основе оценки рисков – процесс глубокого анализа и описания процедур производства стандартных образцов, управления персоналом, процессами на основе имеющихся требований и возможных рисков, позволяющие повысить эффективность производства стандартных образцов в целом. Вопросы менеджмента риска в Российской Федерации описаны многими документами [3-24]. Стандартом ГОСТ Р ИСО/МЭК 31010 [6] предусмотрен 31 метод оценки рисков, которые могут быть применены в различных процессах. Существующее многообразие подходов с точки зрения выбора может оказаться сложным в отсутствии методических рекомендаций идентификации, анализа рисков, выявления причин рисков, расчета уровня риска в области производства стандартных образцов. С учетом положений [5-24] в настоящей публикации описан один из возможных подходов решения указанной задачи производителем стандартных образцов.

Для формирования процедуры управления рисками в организации – производителе стандартных образцов следует сформировать документированную процедуру, описывающую:

- цели и задачи управления рисками;
- документы, положенные в основу системы менеджмента качества и оценки рисков;
- ответственных за управления рисками, включая специалистов, осуществляющих идентификацию, анализ рисков, контроль эффективности устранения или снижения степени влияния рисков, держателей риска;
- источники информации о потенциальных рисках;
- процедуру идентификации рисков и их причин, оценивание вероятности и уровня риска;
- процедуру управления рисками с учетом их уровня;
- процедуру анализа эффективности управления рисками;
- формы записей по управлению рисками и ответственных за ведение записей.

Анализ, идентификация рисков и формулирование мер по их устранения - это непосредственная задача руководителя организации-производителя стандартных образцов, осуществляемая совместно с ответственными специалистами – руководителями подразделений и менеджером по качеству.

Важным в рамках риск-ориентированного подхода системы менеджмента производства стандартных образцов – идентификация основных наиболее значимых рисков, которые могут стать следствием рисков, возникающих на разных этапах системы менеджмента производства стандартных образцов. К таким рискам можно отнести:

- выпуск СО с несоответствующими метрологическими характеристиками;
- выпуск СО, материал которого не соответствует установленным требованиям;
- несоответствие срока годности СО;
- неполнота или несоответствие сведений, заявленных в паспорте СО;
- подделка СО другими юридическими лицами.

Индикаторами рисков являются: результаты внутренних, внешних проверок, выходного технического контроля выпускаемой продукции, информация потребителей и др. В дополнение к наиболее значимым рискам в процессе идентификации следует учитывать риски частного характера, относящиеся к каждому процессу, описываемому в соответствующих разделах, подразделах руководства по качеству производства стандартных образцов, документированных процедурах согласно ISO 17034 [1]. Выявление и описание рисков на каждом этапе системы менеджмента — это залог продуманных положений в руководстве по качеству, описывающих не только правила и процедуры, но и механизмы эффективного устранения рисков на отдельных этапах, причины рисков.

Наиболее простой формой записи идентификации рисков может служить паспорт (реестр) риска, включающий такие положения, как наименование процесса производства стандартного образца, наименование риска, причина(ы) риска, документ(ы) (раздел(ы)) системы менеджмента, нацеленный(ые) на устранение риска, вероятность появления риска, уровень риска, держатель риска.

Демонстрацией управления рисками на предприятии может стать формирование документа (например, плана-отчета), опирающегося на знание рисков и мероприятий, запланированных и проводимых (проведенных) в текущем году держателями рисков для снижения вероятности события, связанного с рисками. Подобного рода документ может опираться на положения руководства по качеству по производству стандартных образцов, стандартов организации и иных документированных процедур, программы контроля качества (при наличии), журнала предупреждающих действий, включающего запланированные для реализации на текущий год дополнительные мероприятия по устранению или снижению вероятности появления рисков. Указанный документ может включать такие разделы как наименование риска, мероприятие, нацеленное на исключение риска, срок реализации мероприятия, нацеленного на устранение риска, ответственный за устранение риска, сведения о проведении мероприятия, нацеленного на исключение риска, отметка проверяющего о проверке выполнения мероприятия(ий), нацеленного(ых) на устранение риска, подтверждающего (не подтверждающего) их эффективность, примечание (в т.ч., например, указание сведений о поручениях (ссылка на документ), сформулированных проверяющим на основании проверок).

Риск-ориентированный подход системы менеджмента качества производства стандартных образцов должен быть определен производителем стандартных образцов, как постоянный, непрекращающийся, циклический процесс, предусматривающий, как дополнения, так и обновления в положениях документов системы менеджмента, связанные с анализом, идентификацией рисков и мер по их устранению. Основанием для обновлений служат:

- новые выявленные риски в рамках деятельности производителя;
- опыт взаимодействия с юридическими лицами, оказывающими различного рода услуги, в том числе в области обеспечения единства измерений в части стандартных образцов;

- опыт взаимодействия (обратная связь) с потребителями стандартных образцов;
- анализ положений новых документов по стандартизации, нормативных правовых актов, в том числе в области стандартных образцов, обеспечения единства измерений, аккредитации в национальной системе аккредитации;
- улучшение процессов производства стандартных образцов.

Риск-ориентированный подход производства стандартных образцов – эффективный и важный этап системы менеджмента производителя, который может стать одной из базовых тем для обсуждения среди производителей стандартных образцов и участников Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов Российской Федерации в целом, в том числе в свете задач, сформулированных распоряжением Правительства Российской Федерации до 2025 года [25].

ЛИТЕРАТУРА

1. ISO 17034:2016 General requirements for the competence of reference material producers // Международная организация по стандартизации [сайт]. URL: <https://www.iso.org/standard/29357.html>
2. ISO 17025:2017 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories // Международная организация по стандартизации [сайт]. URL: <https://www.iso.org/standard/66912.html>
3. ГОСТ Р ИСО 9001-2015 Системы менеджмента качества. Требования. М.: Стандартинформ, 2015. 23 с.
4. ГОСТ Р 57189-2016/ISO/TS 9002:2016 Системы менеджмента качества. Руководство по применению ИСО 9001:2015. М.: Стандартинформ, 2016. 33 с.
5. ГОСТ Р ИСО 31000-2010 Менеджмент риска. Принципы и руководство. М.: Стандартинформ, 2012. 20 с.
6. ГОСТ Р ИСО/МЭК 31010-2011 Менеджмент риска. Методы оценки риска. М.: Стандартинформ, 2012. 69 с.
7. ГОСТ Р 51901.1-2002 Менеджмент риска. Анализ риска технологических систем. М.: Издательство стандартов, 2002. 22 с.
8. ГОСТ Р 51901.3-2007 Менеджмент риска. Руководство по менеджменту надежности. М.: Стандартинформ, 2008. 45 с.
9. ГОСТ Р МЭК 62198-2015 Проектный менеджмент. Руководство по применению менеджмента риска при проектировании. М.: Стандартинформ, 2016. 34 с.
10. ГОСТ Р 51901.5-2005 Менеджмент риска. Руководство по применению методов анализа надежности. М.: Стандартинформ, 2005. 43 с.
11. ГОСТ Р 51901.6-2005 Менеджмент риска. Программа повышения надежности. М.: Стандартинформ, 2005. 31 с.
12. ГОСТ Р 51901.7-2017 Менеджмент риска. Руководство по внедрению ИСО 31000. М.: Стандартинформ, 2017. 30 с.
13. ГОСТ Р 51897-2011/Руководство ИСО 73:2009. Менеджмент риска. Термины и определения. М.: Стандартинформ, 2012. 11 с.
14. ГОСТ Р 52806-2007 Менеджмент рисков проектов. Общие положения. М.: Стандартинформ, 2009. 19 с.
15. ГОСТ Р 56275-2014 Менеджмент рисков. Руководство по надлежащей практике менеджмента рисков проектов. М.: Стандартинформ, 2016. 22 с.
16. ГОСТ Р 57272.5-2016 Менеджмент риска применения новых технологий. Часть 5. Анализ обязательных требований. М.: Стандартинформ, 2016. 7 с.
17. ГОСТ Р 57551-2017/ISO/TR 18128:2014 Информация и документация. Оценка рисков для документных процессов и систем. М.: Стандартинформ, 2017. 35 с.
18. Р 50.1.068-2009 Менеджмент риска. Рекомендации по внедрению. Часть 1. Определение области применения. М.: Стандартинформ, 2010. 10 с.
19. ГОСТ Р 51901.21-2012 Менеджмент риска. Реестр риска. Общие положения. М.: Стандартинформ, 2014. 11 с.
20. ГОСТ Р МЭК 62502-2014 Менеджмент риска. Анализ дерева событий. М.: Стандартинформ, 2015. 30 с.
21. ГОСТ Р 54617.1-2011 Менеджмент риска в наноиндустрии. Общие принципы. М.: Стандартинформ, 2013. 11 с.
22. ГОСТ Р 54617.2-2011 Менеджмент риска в наноиндустрии. Идентификация опасностей. М.: Стандартинформ, 2012. 31 с.
23. Р 50.1.093-2014 Менеджмент риска Принципы оценки эффективности воздействий на риск. М.: Стандартинформ, 2015. 10 с.
24. Р 50.1.084-2012 Менеджмент риска. Реестр риска. Руководство по созданию реестра риска организации. М.: Стандартинформ, 2013. 9 с.
25. Распоряжение Правительства Российской Федерации от 19 апреля 2017 года № 737-р // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/1/items/232757>

МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ИНФРАКРАСНЫХ АНАЛИЗАТОРОВ СОСТАВА ЗЕРНА

Парфенова Е. Г., Молодых С. Н.

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

Ключевые слова: зерно, показатель качества зерна, ик-анализатор, стандартный образец

При производстве и переработке зерна для оценки качества с целью получения высококачественной продукции проводится измерение большего ряда параметров, характеризующих потребительские свойства и показатели безопасности. Например, для зерна основными показателями качества являются: массовая доля влаги (влажность), массовая доля белка, массовая доля сырой клейковины, массовая доля золы и др. [1].

Требования к данным показателям регламентированы в стандартах и технических условиях на выпускаемую продукцию. Определение показателей качества проводится в соответствии со стандартизованными методиками измерений, приведенными в перечне стандартов, необходимых для применения и исполнения требований технического регламента Таможенного союза «О безопасности зерна» ТР ТС 015/2011 [2].

Применение стандартизованных методик для оперативного контроля показателей качества зерна в технологическом процессе является затруднительным в связи с высокой трудоемкостью и продолжительностью проведения анализа. Поэтому на практике успешно применяются экспрессные инструментальные методы. Одним из наиболее распространенных инструментальных методов является метод спектроскопии в ближней инфракрасной области спектра (ИК-спектроскопия). Метод ИК-спектроскопии основан на измерении интенсивности инфракрасного излучения, поглощенного или диффузно отраженного от исследуемой пробы, расчете спектральных коэффициентов и вычислении на их основе массовой доли определяемых компонентов [3].

Основными достоинствами анализаторов, основанных на данном методе, являются: высокая скорость и точность анализа, возможность использования без применения дорогостоящих реактивов, а также возможность одновременного определения нескольких показателей (содержания белка, влаги, клейковины и др.).

На протяжении многих лет для оценки метрологических характеристик анализаторов при проведении испытаний в целях утверждения типа и поверки средств измерений использовались пробы зерна, приготовленные и аттестованные по ГОСТ Р 8.593 [4], аттестованные значения показателей, в которых определялись по стандартизованным методикам.

В соответствии с Федеральным законом «Об обеспечении единства измерений» № 102-ФЗ [5] для процедуры испытаний в целях утверждения типа и поверки средств измерений необходимо применение стандартных образцов утвержденного типа. Стандартные образцы являются наиболее эффективным средством метрологического обеспечения, основным преимуществом которых является возможность проведения поверки на месте эксплуатации дорогостоящих и достаточно крупногабаритных инфракрасных анализаторов.

Перед научным метрологическим институтом была поставлена задача разработки комплекса стандартных образцов утвержденного типа для оснащения и организации поверки в государственных региональных центрах стандартизации, метрологии и испытаний (ЦСМ).

Так, лабораторией метрологии влагометрии и стандартных образцов ФГУП «УНИИМ» был разработан комплекс стандартных образцов для метрологического обеспечения измерений основных показателей качества зерна. Перечень разработанных стандартных образцов (далее СО) приведен в таблице 1.

Таблица 1. Перечень СО, выпускаемых лабораторией метрологии влагометрии и стандартных образцов ФГУП «УНИИМ»

Регистрационный номер и наименование СО	Аттестуемая характеристика	Интервал допускаемых аттестованных значений СО, %	Границы допускаемых значений абсолютной погрешности при P = 0,95
ГСО 8990-2008 Стандартные образцы массовой доли влаги зерна 2-го разряда	Массовая доля влаги	7,0 - 25,0	$\pm 0,2$ %
ГСО 9734-2010 Стандартные образцы состава зерна и продуктов его переработки	Массовая доля белка	5,0 - 50,0	$\pm 0,25$ % в интервале от 5,0 % до 16,0 %; $\pm 0,30$ % - от 16,0 % до 31,0 %; $\pm 0,35$ % - от 31,0 % до 50,0 %
	Массовая доля влаги	7,0 - 25,0	$\pm 0,2$ % в интервале от 7,0 % до 18,0 %; $\pm 0,3$ % - от 18,0 % до 25,0 %
ГСО 10887-2017 Стандартный образец массовой доли сырой клейковины в зерне	Массовая доля сырой клейковины	19,0 - 35,0	$\pm 0,6$ %

СО имеют матрицу, однотипную с измеряемым материалом и изготавливаются из специально подготовленных сортовых, рядовых зерновых и зернобобовых культур. Аттестованные значения массовой доли влаги и белка устанавливаются с применением эталонов, применяемых в ФГУП «УНИИМ». Аттестованное значение массовой доли сырой клейковины устанавливается на основании межлабораторного эксперимента.

Следует отдельно отметить, что все стандартные образцы признаны в качестве межгосударственных стандартных образцов (МСО) и внесены в реестр МСО, что позволяет применять их без ограничений в странах, присоединившихся к признанию (Таблица 2).

Таблица 2. Перечень СО признанных в качестве МСО

МСО	Наименование	Страны, присоединившиеся к признанию
МСО 1790:12	СО массовой доли влаги зерна 2-го разряда	АЗЕ, АРМ, БЕИ, КАЗ, КЫР, МОЛ, ТАД, ТУР, УЗБ, УКР
МСО 1782:2012	СО состава зерна и продуктов его переработки	АЗЕ, АРМ, БЕИ, КАЗ, КЫР, МОЛ, ТАД, ТУР, УЗБ, УКР
МСО 2113:2017	СО массовой доли сырой клейковины в зерне	АРМ, БЕИ, КАЗ, КЫР, ТАД, ТУР, УЗБ, УКР

В последнее время всю большую заинтересованность в приобретении СО проявляют не только ЦСМ, но и организации, осуществляющие измерения показателей качества зерна по стандартизованным методикам, с целью контроля точности результатов измерений.

В настоящее время в ФГУП «УНИИМ» проводятся работы по разработке линейки стандартных образцов по показателям массовая доля золы, кальция, фосфора.

ЛИТЕРАТУРА

1. Мелешкина Е.П. О совершенствовании метода определения количества и качества клейковины в зерне и муке из пшеницы // Контроль качества продукции. Журнал для производителей продукции и экспертов по качеству. 2016. № 11. С. 26–29.

2. TP TC 015/2011 О безопасности зерна: Технический регламент Таможенного союза от 09 декабря 2011 г. № 874 // Евразийский экономический союз [<http://www.eurasiancommission.org>]. URL: http://www.eurasiancommission.org/ru/act/techreg/deptexreg/tr/Documents/TP_зерно.pdf
3. Е.Г. Парфенова, М.И. Баклыков, А.С. Запорожец, С.Н. Молодых. Разработка стандартных образцов массовой доли клейковины в зерне пшеницы // Молодежь и наука. Международный аграрный научный журнал. 2017. №3. С.43
4. ГОСТ Р 8.593-2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы состава зерна и кормов инфракрасные. Методика поверки. М.: ИПК Издательство стандартов, 2002, 13 с.
5. Федеральный закон от 26 июня 2008 года № 102-ФЗ Об обеспечении единства измерений.

ОПЫТ ВНЕШНЕГО КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ИЗМЕРЕНИЙ СОСТАВА ПИЩЕВОЙ ПРОДУКЦИИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ

Пономарева О. Б., Котов М. В.

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

Ключевые слова: контроль качества пищевой продукции, проверка квалификации лабораторий, межлабораторные сличительные испытания, стандартный образец, образец для проверки квалификации, образец для МСИ, провайдер МСИ, оценка качества результатов испытаний

Доклад посвящен проблемам оценки качества информации о составе и свойствах пищевой продукции. Производитель говорит о качестве пищевых продуктов, опираясь на результаты измерений их состава и свойств, полученные в лабораториях. Не секрет, что на прилавках магазинов появляется продукция, не соответствующая установленным требованиям. Важнейшим фактором недопущения такой ситуации является внешний контроль качества работы испытывающих (анализирующих) ее лабораторий.

Испытательные лаборатории должны регулярно подтверждать правильность своих выводов о составе и свойствах анализируемой ими продукции. Согласно политике Росаккредитации аккредитованная лаборатория в течение 5-ти лет с момента принятия решения об аккредитации должна принять участие в межлабораторных сличительных испытаниях (МСИ) по всем методам испытаний, включенным в область ее аккредитации. Аккредитованные провайдеры МСИ проверяют качество результатов измерений испытательных лабораторий.

При проверке квалификации лабораторий (проверке качества их результатов измерений) используют образцы для проверки квалификации (образцы для МСИ), которые могут являться стандартным образцом, пробой, образцом продукции или имитировать её.

Провайдеры МСИ обращают особое внимание на используемые образцы для МСИ, их однородность и стабильность,

В докладе указывается, что реальные образцы одной и той же пищевой продукции, выпущенные у одного производителя и из одной партии, соответствующие требованиям к их качеству могут отличаться по их составу (свойствам) из-за неоднородности и нестабильности в течении срока хранения и условий хранения.

В докладе описываются возможные виды образцов для проверки квалификации, даны примеры их создания, отражены способы установления приписанных значений образцов (значений, с которыми сравниваются результаты измерений в лабораториях). Экземпляры образцов для МСИ рассылают в лаборатории. В докладе описывается алгоритм получения выводов о качестве полученных в лабораториях результатов измерений образца для МСИ. При обработке данных провайдер опирается на допустимую для лабораторий погрешность измерений. В докладе указываются способы ее установления. Даются конкретные примеры реализации МСИ объектов пищевой промышленности.

В докладе показывается, что участие испытательных лабораторий в МСИ на регулярной основе дает возможность устойчиво подтверждать качество производимой пищевой продукции и обеспечивать доверие потребителей к ее составу и свойствам.

ФАЛЬСИФИКАЦИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ. КАК ВЫЯВИТЬ И КАК БОРОТЬСЯ?

Приписнова В. А., Атанов А. Н.

ООО «Центр стандартных образцов и высокочистых веществ» (ООО «ЦСОВВ»),
г. Санкт-Петербург, г. Петергоф, РФ
e-mail: pripisnova_va@standmat.ru

Ключевые слова: стандартные образцы (СО), обеспечение единства измерений (ОЕИ), дистрибуция СО, контроль качества, идентификация СО, фальсификация, входной контроль пригодности СО, маркировка СО

Согласно действующему законодательству [1] и нормативным документам [2] стандартные образцы (СО) предназначены для:

- воспроизведения, хранения и передачи значений величин, характеризующих состав и свойства веществ (материалов);
- демонстрации калибровочных и измерительных возможностей;
- проверки компетентности испытательных лабораторий в процессе аккредитации;
- проведении межлабораторных сравнительных испытаний для оценки пригодности нестандартизованных методик и проверки квалификации испытательных лабораторий.

Вследствие такой ответственной области применения требования к СО очень высокие.

Одним из ключевых факторов, которые лежат в основе обеспечения качества измерений, является пригодность СО со значениями характеристик, на которые можно полагаться их пользователям.

Производители СО прикладывают для этого массу усилий: аттестация СО проводится метрологически обоснованными процедурами, обеспечивается прослеживаемость к государственным первичным эталонам, четкая идентификация СО и другое. Однако, все это принесет результат только в случае грамотного распространения и, конечно, применения СО. В частности, потребитель должен обязательно ознакомиться с информацией, приведенной в сопроводительной документации, а для этого паспорт (сертификат) должен быть однозначно соотнесен с экземпляром СО.

Не так давно мы, как производители, столкнулись с новой проблемой – фальсификация.

Выявить эту проблему нам помогли наши потребители. К счастью, пользователи СО являются бдительными и активными участниками системы обеспечения единства измерений. Это понятно, ответственность лаборатории за качество применяемых СО даже закреплена требованиями стандарта ISO/IEC 17025 [3]: лаборатория должна обеспечить пригодность поставляемой сторонними организациями продукции, которая влияет на работу лаборатории.

Яркий пример выявленного случая фальсификации представлен на рисунке 1. Мало того, что этикетка на коробке кардинально отличается от оригинальной, так еще и допущен ряд грубых ошибок: номер утвержденного типа указан без аббревиатуры «ГСО», вместо «формазиновая суспензия» написано «формазиновая суспензия», обозначение номера партии содержит лишнюю букву.

Мы уделяем достаточно большое внимание маркировке: не только выполняя обязательные требования к объему предоставляемой информации [4 – 6], но и стремясь обеспечить высокое качество этикеток, копировать которые в кустарных условиях проблематично. Постоянные пользователи уже привыкли к традиционному оформлению наших этикеток и упаковочных коробок нашей продукции. Если они получают СО с этикеткой

ненадлежащего качества или в неоригинальной упаковке, то для них это повод обратиться к нам с целью подтвердить оригинальность СО. Благодаря вот таким обращениям были выявлены несколько фактов подделки нашей продукции.

«В нашу лабораторию поступил СО мутности, как указано, изготовленный ООО «ЦСОВВ». Хочу узнать, действительно ли этот СО производила ваша компания, так как внешний вид упаковки и этикетки на ампулах вызывает сомнение. Во вложении фото.»

Или еще один пример.

«Согласно заявкам приобретены ГСО от производителя ООО «ЦСОВВ», в упаковке прилагалась копия паспорта без синей печати. При сравнении СО с предыдущей партией были замечены следующие несоответствия: на упаковке отсутствуют опознавательные знаки производителя, номер партии и дата изготовления (фото прилагается).»

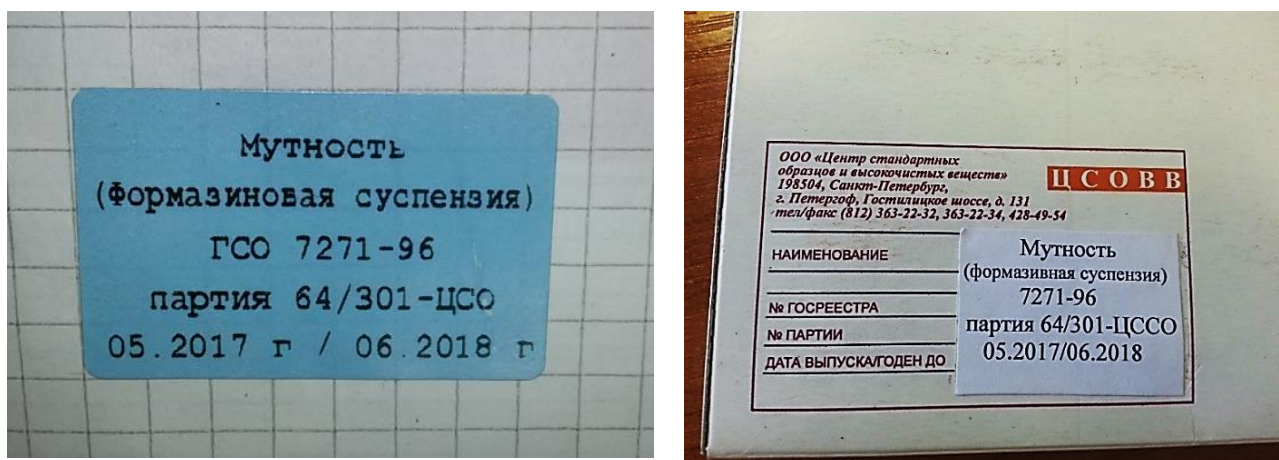


Рис. 1. Этикетка для упаковочной коробки СО мутности: слева – контрольный образец оригинальной этикетки, справа – фальсифицированная этикетка, наклеенная на оригинальную коробку ЦСОВВ (при оформлении этикетки допущен ряд грубых ошибок)

В выявлении подделок нам также помогает размещение в открытом доступе информации о выпущенных партиях СО, которые находятся в обращении. Это требование для компетентных производителей СО оказалось очень полезным на практике. Следуя нашим рекомендациям, пользователи уже привыкли следить за этой информацией. Поэтому, как только они обнаруживают несоответствие информации на нашем сайте с данными, указанными в паспорте СО, тут же обращаются к нам за разъяснениями.

Надо констатировать, что пока ошибочных обращений не было. Каждый сомнительный случай оказывался подделкой!

Нам пришлось столкнуться с информационной фальсификацией, то есть о продукции была представлена недостоверная, ложная информация. Выявленные факты фальсификации заключались в замене оригинальных этикеток и внесении ложной информации в паспорт СО. Насколько нам удалось разобраться, это делалось посредниками для реализации экземпляров СО, срок годности которых уже истек.

Как бороться? В этом вопросе наше оружие – грамотность и бдительность!

По каждому обращению мы проводим анализ: имеет ли место фальсификация, на каком этапе и при каких обстоятельствах это оказалось возможным. Привлекаем к этому расследованию посредников-поставщиков. При этом ведут они себя по-разному: одни признают ошибки и стремятся их исправить, другие отказываются от любых комментариев.

Последних наша организация включает в так называемый «черный список», так как работа с недобросовестными дистрибьютерами может иметь серьезные негативные последствия.

Ведь следует напомнить, что кроме статьи Гражданского кодекса РФ о поставке товаров ненадлежащего качества есть еще и Уголовный кодекс, который предусматривает наказание за изготовление и использование заведомо подложного документа.

Однако мы все понимаем, что ущерб, который может понести лаборатория при использовании фальсифицированных СО значительно превышает стоимость этой продукции. Под угрозу поставлена способность лаборатории получать надежные результаты испытаний. Меняя сроки выпуска и номера партий, недобросовестный поставщик нарушает связь экземпляра СО с паспортом, где указано аттестованное значение. Таким образом, даже если срок годности еще не истек, пользователь уже не может полагаться на указанные значения характеристик.

Возможно, что случаи фальсификации имели место и раньше, но сведения о их выявлении к нам стали поступать только с 2015 года. Предполагаем, что это вызвано повышением требований к оформлению сопроводительной документации СО и грамотности самих пользователей.

Производители сами должны быть заинтересованы в том, чтобы пользователи внимательно изучали сопроводительную документацию для СО, могли установить подлинность СО по его характерным признакам (например, типичная упаковка), имели возможность получить консультацию производителя.

ЛИТЕРАТУРА

1. Федеральный закон РФ № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» от 26.06.2008 // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. URL: <http://legalacts.ru/doc/federalnyi-zakon-ot-26062008-n-102-fz-ob>.
2. ГОСТ Р 8.753-2011 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Стандартные образцы материалов (веществ). Основные положения. М.: Стандартинформ, 2013. 19 с.
3. ISO/IEC 17025:2017 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories // International Organization for Standardization [сайт]. URL: <http://www.iso.org/standard/66912.html>.
4. ISO Guide 31:2015 Reference materials – Contents of certificates, labels and accompanying documentation // International Organization for Standardization [сайт]. URL: <http://www.iso.org/standard/52468.html>.
5. ГОСТ ISO Guide 31-2014 Стандартные образцы. Содержание сертификатов (паспортов) и этикеток. М.: Стандартинформ, 2015. 16 с.
6. ГОСТ Р 8.691-2010 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Стандартные образцы материалов (веществ). Содержание паспортов и этикеток. М.: Стандартинформ, 2012. 20 с.

ПРАКТИЧЕСКОЕ ИСПОЛЬЗОВАНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ПРИ ПОВЕРКЕ СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ

Свистунов И. Н., Горбунов Р. А., Левин А. Е.

ФБУ «Ростест-Москва», г. Москва, РФ, e-mail: ilya.rostest@gmail.com

Ключевые слова: стандартные образцы, теплофизические измерения, средство измерения, метрология, поверка средств измерений, государственный реестр, методика поверки, СОТСФ, ГСО

Повышение уровня промышленности и качества выпускаемых материалов неизменно приводит к необходимости создания и совершенствования уже существующих приборов. Следствием этого является расширение парка средств измерений, составляющее, по примерной оценке, 10 % ежегодно [1], поверка которых проводится с помощью государственных стандартных образцов (ГСО). Данные образцы применяются для поверки и калибровки средств измерения в различных отраслях, начиная с металлургии и заканчивая легкой и пищевой промышленностью.

Для точных измерений и регистрации температуры структурных превращений используется дифференциально сканирующий калориметр (ДСК). В настоящее время в государственный реестр внесено более 30 типов дифференциальных сканирующих калориметров. В основном, модельный ряд представлен фирмами Netzsch-Geratebau GmbH (Германия), Mettler-Toledo GmbH (Швейцария), TA Instrument (США), PerkinElmer LLC (США).

В ходе подготовки данных приборов к проведению исследований используются комплекты стандартных образцов, идущих в комплекте прибора. Поверка же данных средств измерений, как правило, проводится с использованием набора СОТСФ, состоящего из образцов чистых металлов (таблица 1). С помощью данного комплекта ГСО происходит передача единицы измерения от эталона к рабочему средству измерения. Срок службы данного комплекта не ограничен, однако при эксплуатации время суммарного пребывания при температуре фазового перехода не должно превышать 4 часов.

Таблица 1. Комплект СОТСФ

Название металла	Номер по Госреестру	Температура плавления, К	Удельная теплота плавления, кДж/кг
галлий	ГСО 2312	303,04	-
индий	ГСО 2313	429,85	28,58
олово	ГСО 2314	505,20	59,92
цинк	ГСО 2315	692,71	-
сурьма	ГСО 2316	903,76	-

Исходя из анализа методик поверки средств измерений, основными характеристиками, определяемыми в ходе проведения поверки, являются приведенные в таблице 1 температура и удельная теплота плавления.

Использование для поверки утвержденных типов стандартных образцов требует не только навыков от поверителя, но и наличия у заказчика дополнительных средств для проведения поверки, не входящих в стандартную комплектацию большинства приборов. Причем, отсутствие данных средств, зачастую делает проведение процесса поверки невозможным.

Проведению поверки предшествует процедура настройки средства измерения, согласно его руководству по эксплуатации. Владелец оборудования осуществляет данную процедуру с использованием имеющихся у него комплектных образцов или образцов ГСО, оставшихся с процедуры предыдущей поверки. Частое проведение калибровки на ранее использованном образце, в виду отсутствия у пользователя ГСО утвержденного типа, приводит к неправильной настройке и, как следствие, отрицательным результатам при поверке СИ. Ввиду таких проблем, рациональным выглядит внесение в государственный реестр образцов, которые идут в комплекте поставки СИ. Это позволит значительно сократить время поверки, так же расходы владельцев СИ на покупку образцов и увеличит точность настройки.

ЛИТЕРАТУРА

1. Казанцев В.В., Сенникова В.Н., Черепанов В.И. Стандартные образцы теплофизических свойств твердых веществ и материалов // Стандартные образцы. 2014. №1. С. 66 – 70.

ПРИМЕНЕНИЕ СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА ДЛЯ РЕШЕНИЯ ПРОБЛЕМ ПРИ ОЦЕНКЕ КАЧЕСТВА ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКОЙ СТАЛИ В СООТВЕТСТВИИ С ТРЕБОВАНИЯМИ РОССИЙСКИХ И ЗАРУБЕЖНЫХ СТАНДАРТОВ

Сердюков С. В., Маслова Т. И.

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

Ключевые слова: стандарт, эталон, стандартный образец, магнитно-мягкий материал, электротехническая сталь, магнитные потери, метод измерения

В связи с ростом объёмов международных торговых отношений в области поставок электротехнической стали довольно остро встаёт вопрос о своевременном приведении к соответствию требований нормативных документов к качеству производимых материалов. Разработка новых подходов в промышленности, позволяющих проводить оптимизацию свойств электротехнических сталей, также обуславливает необходимость актуализации нормативных документов на материалы и методы контроля их свойств. Для электротехнической стали главными характеристиками, определяющими её пригодность для тех или иных применений, являются динамические магнитные свойства (в частности, удельная мощность магнитных потерь). Существует ряд различий между методиками измерения этих характеристик, описанными в стандартах РФ и зарубежных стран. Эти различия касаются как конструктивных особенностей используемого оборудования, так и алгоритмов получения значений измеряемых величин.

Целью проведённого исследования было выявление основных несоответствий и поиск возможных путей решения имеющейся проблемы. Для этого была изучена нормативная документация, регламентирующая требования к материалам и методам контроля их свойств в России и за рубежом. Были проведены измерения магнитных характеристик образцов электротехнической стали с помощью магнитоизмерительных установок, используемых в соответствии с требованиями российских стандартов ГОСТ 12119.4 [1], ГОСТ 12119.5 [2] и стандарта IEC 60404-3 [3]. Для измерений использовались образцы, изготовленные из холоднокатаной анизотропной электротехнической стали разных толщин и с разными свойствами, в том числе из стали с оптимизированной доменной структурой (лазерная обработка поверхности проката). Измерения проводились на установке, входящей в состав государственного первичного эталона ГЭТ 198-2017 [4], на магнитоизмерительной установке РТВ (Германия), на установке MPG 100 D. При выборе параметров проведения измерений учитывались требования стандартов, определяющих правила их использования, и выявленные между ними различия.

На основании анализа полученных результатов был сделан вывод о том, что использование различных параметров проведения измерений, устанавливаемых в соответствии с требованиями стандартов, может привести к существенному различию результатов измерения. При этом были определены условия, для которых результаты измерений на магнитоизмерительной установке РТВ и установке из состава ГЭТ 198-2017 совпадают в пределах измерительных возможностей этих установок. Результаты исследования показывают необходимость проведения работ по приведению к единообразию требований стандартов в области оценки качества электротехнической стали, используемых в России и за рубежом. Практическая значимость полученных результатов заключается в определении

ключевых различий между применяемыми методиками измерений и выявлении параметров, оказывающих наибольшее влияние на конечный результат измерений.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ 12119.4-98 Сталь электротехническая. Методы определения магнитных и электрических свойств. Метод измерения удельных магнитных потерь и действующего значения напряженности магнитного поля. М.: ИПК Издательство стандартов, 2003.
2. ГОСТ 12119.5-98 Сталь электротехническая. Методы определения магнитных и электрических свойств. Метод измерения амплитуд магнитной индукции и напряженности магнитного поля. М.: ИПК Издательство стандартов, 2003.
3. IEC 60404-3 Magnetic materials - Part 3: Methods of measurement of the magnetic properties of electrical steel strip and sheet by means of a single sheet tester. 2010
4. Государственный первичный эталон единиц мощности магнитных потерь, магнитной индукции постоянного магнитного поля в диапазоне от 0,1 до 2,5 Тл и магнитного потока в диапазоне от $1 \cdot 10^{-5}$ до $3 \cdot 10^{-2}$ Вб ГЭТ 198-2017 / Е.А. Волегова [и др.] // Измерительная техника. 2018. № 3. С. 7–10.

МЕЖЛАБОРАТОРНЫЕ СЛИЧИТЕЛЬНЫЕ ИСПЫТАНИЯ С РЕАЛИЗОВАННОЙ ПРОСЛЕЖИВАЕМОСТЬЮ К ГОСУДАРСТВЕННОМУ ПЕРВИЧНОМУ ЭТАЛОНУ ГЭТ 176-2017

Собина А. В.

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

Ключевые слова: межлабораторные сличительные испытания, прослеживаемость, кулонометрия, прямой первичный метод, чистые вещества, медный купорос, соляная (хлороводородная) кислота, бифталат калия, бихромат калия, хлорид калия

Межлабораторные сличительные испытания (МСИ) являются эффективным инструментом проверки качества выполнения измерений в испытательной лаборатории, а также оценки квалификации персонала. В последние годы интерес испытательных лабораторий к участию в МСИ неуклонно растет. Определенную роль в этом сыграло введение законодательно закрепленного требования об участии испытательных лабораторий в МСИ (Приказ Минэкономразвития № 326 от 30.05.2014 г. «Об утверждении критериев аккредитации...»). Одновременно увеличивается численность провайдеров МСИ, как аккредитованных, так и не аккредитованных. При этом говорить о многообразии объектов МСИ пока не приходится. Традиционно наиболее популярными объектами являются вода различных категорий, почва, нефтепродукты, некоторые виды пищевой продукции.

Испытательной лаборатории для того, чтобы выполнить требования законодательства и предоставить результаты участия в МСИ, бывает непросто разобраться и выбрать компетентного провайдера. При выборе провайдера полезно учитывать следующие факторы:

- обеспеченность провайдера измерительным оборудованием для возможности самостоятельного контроля значений проверяемых характеристик в раунде;
- наличие установленной прослеживаемости приписанных значений для всех определяемых характеристик;
- наличие признанной системы менеджмента качества;
- наличие опыта работы с подобными объектами и опыта обработки результатов измерений в МСИ.

ФГУП «УНИИМ» - аккредитованный провайдер МСИ и держатель 10 государственных первичных эталонов (ГПЭ) и более 200 рабочих эталонов. Лаборатория 223 является разработчиком и держателем Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2017 [1, 2]. В настоящий момент ГЭТ 176-2017 включает 3 эталонные установки, реализующие две разновидности прямого первичного метода кулонометрии (кулонометрию при контролируемом потенциале и кулонометрическое титрование) и масс-спектрометрию с индуктивно-связанной плазмой. Каждая из эталонных установок неоднократно принимала участие в международных сличениях разного уровня - двусторонних сотрудничествах, сличениях в рамках Евроазиатской региональной метрологической организации КООМЕТ, пилотных сличениях под эгидой Международного Бюро мер и весов (МБМВ) и в сличениях самого высокого ранга - ключевых сличениях МБМВ (в общей сложности более 15 сличений с 2004 г. [3-6]). По результатам успешного участия в международных ключевых сличениях под эгидой МБМВ

ГЭТ 176-2017 имеет семь строк калибровочных и измерительных возможностей в области измерений содержаний основного компонента в чистых веществах.

С 2016 г. лаборатория 223 начала организовывать раунды МСИ по объектам и показателям, правильность измерений которых предварительно подтвердила на высшем метрологическом уровне путем участия в международных сличениях. Установление приписанных значений в этих раундах проводилось с применением государственного первичного эталона ГЭТ 176, подтвердившего свою эквивалентность национальным эталонам ведущих стран мира. В таблице 1 приведено сопоставление организованных раундов МСИ и соответствующих международных сличений.

Таблица 1. Перечень организованных раундов МСИ с реализованной прослеживаемостью к Государственному первичному эталону ГЭТ 176-2017

МСИ с реализованной прослеживаемостью к ГЭТ 176		Международные сличения с участием ГЭТ 176			
Шифр и наименование раунда МСИ	Аналит	Шифр и наименование сличения	Аналит	Оценка участия УНИИМ в международном сличении	Наличие СМС в базе данных МБМВ на 15.07.2018
МСИ 223-СМ-1/2016 «Определение показателей состава медного купороса», МСИ 223-РСМ-1/2017 «Определение показателей состава меди (II) сернокислой пятиводной»	Cu^{2+}	КООМЕТ 645/RU/2014 «Пилотные сличения в области измерения массовой доли меди и примесей в бескислородной медной катанке марки КМБ М0016 для определения чистоты меди» ССQM-K143 (2017-2019) «Comparison of Copper Calibration Solutions Prepared by NMIs/Dis» (ключевое сличение МБМВ калибровочных растворов меди, приготовленных национальными метрологическими институтами/назначенными институтами)	Cu^{2+}	+	Нет
МСИ 223-КС-1/2017 «Определение показателей состава соляной кислоты», МСИ 223-КС-2/2018 «Определение показателей состава соляной кислоты», МСИ 223-БФТ-1/2017 «Определение показателей состава бифталата калия»	H^+	ССQM-P19.2 (2008 -2012 гг.) «Assay of H^+ in hydrochloric acid» (пилотное сличение МБМВ по количественному определению H^+ ионов в хлороводородной кислоте) ССQM-K34.2 (2008-2009 г.) «Assay of potassium hydrogen phthalate» (ключевое сличение МБМВ по количественному определению бифталата калия) ССQM-K34.2016 (2016-2017) «Assay of potassium hydrogen phthalate» (ключевое сличение МБМВ по количественному определению бифталата калия)	H^+	+	Да [7]
МСИ 223-БХР-1/2017 «Определение показателей состава бихромата калия»	$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$	ССQM-K96 (2011-2013) «Assay of potassium dichromate» (ключевое сличение МБМВ по количественному определению бихромата калия)	$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$	+	Да [7]
МСИ 223-СП-1/2018 «Определение показателей состава натрия хлористого (соли поваренной пищевой)»	Cl^-	ССQM-K48.2014 (2014-2016) «Assay of potassium chloride» (ключевое сличение МБМВ по количественному определению хлорида калия)	Cl^-	+	Да [7]

МСИ с реализованной прослеживаемостью к государственному первичному эталону, измерительные возможности которого подтверждены успешным участие в международных ключевых сличениях и закреплены в виде строк СМС в базе данных Международного Бюро мер и весов, является логически завершенной цепочкой передачи метрологического сервиса от высшего звена (ГПЭ) к потребителю – испытательной лаборатории. В этом случае испытательная лаборатория может быть уверена, что получает метрологические услуги по оценке своей компетентности на основе высокоточных и прослеживаемых результатов измерений от действительно компетентного провайдера, чья квалификация подтверждена на международном уровне.

ЛИТЕРАТУРА

1. Скутина А.В., Терентьев Г.И. Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрического титрования // Измерительная техника. 2011. № 9. С. 4-8.
2. Создание эталонной установки на основе кулонометрии с контролируемым потенциалом в рамках совершенствования Государственного первичного эталона ГЭТ 176 и ее измерительные возможности / В.М. Зыскин и др. // Стандартные образцы. 2016. № 2. С. 44–54. DOI:10.20915/2077-1177-2016-0-2-44-54.
3. Key comparison CCQM-K34.2 «Assay of potassium hydrogen phthalate» : final report [Электронный ресурс] / Slovak Institute of metrology. – Bratislava, 2009. – 12 p. – Режим доступа : http://kcdb.bipm.org/appendixB/appbresults/ccqm-k34/ccqm-k34.2_final_report.pdf.
4. Máriássy M.; Hanková Z.; Hwang E.; Lim Y.; Pratt K. W.; Hioki A.; Asakai T.; Wu B.; Ma L.; Wei C.; Sobina A.; Shimolin A.; Junior W. B. S.; Borges P. P.; Matehuala F. J.; Segoviano F.; Rivera G.; Ramírez P.; Arvizu M. R.; Ortiz-Aparicio J. L.; Final report on key comparison CCQM-K96: Determination of amount content of dichromate, Metrologia, 50, Tech. Suppl., 08012 (2013). Режим доступа: http://www.bipm.org/utis/common/pdf/final_reports/QM/K96/CCQM-K96.pdf.
5. Ma Liandi, Wu Bing, Michal Mariassy, Kenneth W. Pratt, Euijin Hwang, Judith Velina Lara Manzano, Wladyslaw Kozlowski, Paulo Paschoal Borges, Jason F Waters, Toshihiro Suzuki, Alexandr Shimolin, Gennady Terentiev and Vladimir Dobrovolskiy. Final report on key comparison CCQM-K48.2014: Assay of potassium chloride, Metrologia, 53, Tech. Suppl., 08012 (2016).
6. Final report of the SIM.QM-S7 supplementary comparison, trace metals in drinking water. Lu Yang, etc. Metrologia, Volume 55, Technical Supplement, 2018.
7. Calibration and measurement capabilities. Amount of substance, High purity chemicals, Russian Federation [Электронный ресурс]. – Режим доступа : http://kcdb.bipm.org/appendixC/QM/RU/QM_RU_1.pdf.

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

Собина Е. П.

ФГУП «Уральский научно - исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»), г. Екатеринбург, РФ
e-mail: 251@uniim.ru

Ключевые слова: ртутная порометрия, стандартный образец, метрологическая прослеживаемость

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

В связи с этим данная работа посвящена разработке стандартных образцов пористости на основе оксида алюминия для метода ртутной порометрии. В качестве исходных материалов для создания стандартных образцов выбраны следующие материалы:

— 3 различные керамические фильтрующие элементы, выпускаемые по ТУ 3614-001-18985634-2006, которые представляют собой пористые мембраны на основе α -фазы оксида алюминия;

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

Размер пор данных материалов варьируется в широком диапазоне от 12 нм до 60000 нм.

Исследования метрологических характеристик материалов-кандидатов в стандартные образцы проводятся на эталонной установке, которую планируется включить в состав ГЭТ 210-2014 Государственный первичный эталон единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов [4] в конце 2019 г., которая включает следующее оборудование: ртутный порозиметр,

обеспечивающий диапазон измерений размера пор от 0,0036 мкм до 900 мкм; комплект для очистки ртути; комплект для калибровки объема вдуваемой ртути; комплект дилатометров для возможности измерений компактных и сыпучих материалов; персональный компьютер со специализированным программным обеспечением; весы лабораторные I (специального) класса точности; пикнометр газовый с возможностью поддержания заданной температуры в диапазоне от 18 до 35 °С и диапазоном измерений плотности твердых веществ и материалов от 2 до 23 г/см³; калибратор давления с датчиками абсолютного давления с пределами измерений 400 кПа и 400 МПа, пределы допускаемой приведенной погрешности абсолютного давления ±0,025 % и ±0,1 % соответственно; индикатора для определения паров ртути в окружающем воздухе.

Однородность и стабильность материала гранулированного оксида алюминия с размером пор 12 нм была исследована ранее газоадсорбционным методом [5], поэтому работы направлены на оценку неопределенности характеристики методом ртутной порометрии следующих величин: удельный объем пор, удельная поверхность, преобладающий и средний размер пор, а также давлений, которые соответствуют 25 %, 57,5 % и 87,5 % от удельного объема насыщения.

Мембраны на основе α -фазы оксида алюминия являются новыми материалами, поэтому с ними проводится полный цикл работ по исследованию однородности и стабильности. Предварительно средний размер пор исследуемых мембран составляет ~1000 нм, ~8000 нм, 58000 нм.

Разработка стандартных образцов позволит обеспечить метрологическое обеспечение СИ пористости твердых веществ и материалов на основе метода ртутной порометрии в различных отраслях промышленного производства. При этом будет обеспечиваться метрологическая независимость РФ и осуществляться импортозамещение дорогостоящих зарубежных СО.

ЛИТЕРАТУРА

1. Карнаухов А. П. Адсорбция. Текстура дисперсных и пористых материалов. Новосибирск: Наука, Сиб. отделение, 1999.
2. Фенелонов В. Б. Введение в основы адсорбции и текстурологии. Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2004.
3. Грек С., Синг К. Адсорбция, удельная поверхность, пористость. М.: Мир, 1984.
4. Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 января 2015 г. № 128 «Об утверждении Государственного первичного эталона единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов».
5. Собина Е.П. Разработка аттестованного стандартного образца нанопористого оксида алюминия. // Измерительная техника. 2016. № 8. С. 68-72

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

Столбоушкина Т. П., Стахеев А. А.

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

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

Контроль содержания неорганических компонентов в различных материалах – чрезвычайно важная проблема, в решении которой заинтересованы практически все отрасли науки и промышленности. В современных условиях технического прогресса и развивающейся высокими темпами промышленности, а также неуклонного увеличения плотности населения в больших городах с каждым годом становится все более актуальным вопрос контроля качества воды.

Доступ к безопасной питьевой воде имеет важное значение для здоровья населения в мировом масштабе. В некоторых регионах было показано, что контроль качества воды и своевременное принятие мер по её улучшению могут предотвратить неблагоприятные последствия для здоровья населения, что в свою очередь позволит сократить расходы на здравоохранение. В каждой стране разработаны свои собственные требования к качеству питьевой воды. В России она проверяется по 93 показателям, по странам Европы количество проверяемых характеристик варьируется в пределах 50-60. Ряд национальных и международных организаций публикуют рекомендуемые методы анализа воды. При выборе метода анализа химии в основном ориентируются на многие параметры. Самый главный критерий выбора – метод должен обеспечивать требуемую точность результатов измерений. При условии, что основной критерий выполнен, химики-аналитики учитывают и другие факторы, такие как скорость и удобство метода.

Для выполнения элементного неорганического анализа разнообразных объектов в последнее время существенно расширился круг аналитических лабораторий, оснащенных оптико-эмиссионными спектрометрами с индуктивно-связанной плазмой и масс-спектрометрами с индуктивно-связанной плазмой.

Ключевым условием успешного внедрения вышеуказанных современных инструментальных методов в лабораториях является обеспечение их стандартными образцами (СО), к которым, ввиду особенностей методов, предъявляются определенные требования. В соответствии с [1] в Российской Федерации должны применяться эталоны единиц величин, прослеживаемые к государственным первичным эталонам соответствующих единиц величин, все результаты измерений, выполняемых в сфере государственного регулирования, также должны быть прослеживаемыми к государственным первичным эталонам. С целью обеспечения единства измерений в области физико-химических измерений состава жидких и твердых веществ и материалов был разработан комплекс государственных первичных эталонов, в состав которого входит Государственный первичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектральных методов ГЭТ 217-2018, утвержденный приказом

№ 1482 Росстандарта от 17 июля 2018 г. В соответствии с [2] одним из средств для хранения, воспроизведения и передачи единицы величины от ГЭТ 217-2018 являются СО состава.

Метрологические характеристики применяемых СО должны обеспечивать необходимый запас точности при передаче размера единицы величины, отвечать необходимым требованиям по гомогенности, стабильности, а также примесному составу. Во ФГУП «ВНИИФТРИ» ведутся работы по разработке и испытаниям в целях утверждения типа ИСП-СО неорганических компонентов, в частности ИСП-СО состава раствора массовой доли свинца. Усилия по разработке включали обширный поиск литературы по теме подготовки и анализа проб исходных материалов, обсуждение с рядом ученых, уже работающих в этой области, и лабораторные исследования по применяемым при производстве СО веществам и материалам. В ходе работ по разработке СО проводили оценку однородности и чистоты исходного материала, эффективности различных методов очистки, сушки, измельчения, пробоподготовки, долговременной стабильности, аналитической точности и прецизионности применяемых методов измерений. Задача аттестации СО, а именно присвоение значений массовой доли и неопределенности аттестованного значения, является наиболее сложной и трудозатратной задачей при разработке. Аттестация СО разрабатываемых во ФГУП «ВНИИФТРИ» проводится путем установления содержания целевого неорганического компонента в исходном реактиве по методу «100 – сумма примесей» и дальнейшему расчету метрологических характеристик СО по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления.

Разработанный стандартный образец массовой доли свинца в водном растворе с низким содержанием сторонних примесей с расширенной неопределенностью, не превышающей 0,6 %, с указанием в паспорте примесного состава и плотности раствора при 20 °С можно будет смело применять для градуировки приборов, основанных на методах масс-спектрометрии и оптико-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой.

ЛИТЕРАТУРА

1. Федеральный закон от 26.06.2008 № 102 ФЗ «Об обеспечении единства измерений»
2. ГОСТ Р 8.735.0-2011 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Основные положения. [Текст]. – Введ. 2013-01-01. – М.: Стандартинформ, 2012.

РАЗРАБОТКА, ПРОИЗВОДСТВО, ИСПЫТАНИЯ И ПРИМЕНЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ МАТЕРИАЛОВ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОГО ПРОИЗВОДСТВА

Степановских В. В.

ЗАО «Институт Стандартных Образцов» (ЗАО «ИСО»), г. Екатеринбург, РФ
e-mail: vstepanovskikh@gmail.com

Ключевые слова: производство стандартных образцов, межлабораторная аттестация стандартных образцов, прослеживаемость аттестованных значений, испытания стандартных образцов в целях утверждения типа

Закрытое акционерное общество «Институт стандартных образцов» (ЗАО «ИСО») с 1963 г. производит стандартные образцы для химического анализа в металлургии. Зарегистрировано более 500 типов СО, произведенных институтом до настоящего времени.

Производственная программа ЗАО «ИСО» охватывает весь спектр материалов черной металлургии от сырья (руды, ферросплавы, огнеупоры) до металлов (чугун, сталь, сплавы на никелевой основе) и побочных продуктов и отходов металлургического производства (шлаки, пыль металлургических агрегатов).

СО производятся в дисперсном виде (порошок, стружка, стержни и цилиндры) для методов «мокрой» химии, сжигания и восстановительного плавления, а также компактные образцы для спектрометрического анализа.

Последние годы для ЗАО «ИСО» были успешными в части разработки и производства СО. В 2015-2018 гг. произведено 67 СО, в том числе для химического анализа – 34 и для спектрального анализа – 33 СО.

СО для химического анализа:

- 18 СО углеродистой, низколегированной и легированной стали
- 2 СО чугуна
- 5 СО руд и концентратов
- 6 СО ферросплавов (силикомарганец, ферромарганец углеродистого, феррохрома, феррохрома азотированного, хрома металлического, силикокальция).
- 2 СО металлургических шлаков.
- СО для спектрального анализа:
- 22 СО стали и сплавов на железо никелевой основе;
- 11 СО чугуна.

ЗАО «ИСО» аккредитовано в соответствии с требованиями Международного стандарта Руководство ИСО 34:2009 (ISO Guide 34)¹, область аккредитации включает все вышеперечисленные материалы.

В 2015 году ЗАО «ИСО» аккредитовано в области обеспечения единства измерений для выполнения работ и (или) оказания услуг по испытанию стандартных образцов в целях утверждения типа.

¹ Орган по аккредитации – ААЦ «Аналитика» (участник Многостороннего соглашения о взаимном признании эквивалентности результатов аккредитации ILAC).

Основным способом определения метрологических характеристик СО является межлабораторный эксперимент. Это международная практика характеристики СО материалов металлургического производства, имеющих сложный химический состав. Ежегодно в МСИ по установлению аттестуемых значений СО, разрабатываемых институтом, участвует до 90 аналитических лабораторий. Организацию межлабораторных сравнительных (сличительных) испытаний (МСИ) осуществляет Провайдер МСИ ЗАО «ИСО», аккредитованный в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО/МЭК 17043:2013. Демонстрирование метрологической прослеживаемости аттестованных по результатам МСИ значений СО требует дополнительного обсуждения. В определенном смысле МСИ можно считать аналогом сличений эталонов.

Химический анализ материалов СО на всех этапах производства выполняет Испытательный аналитический центр ЗАО «ИСО», аккредитованный в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009. Центр применяет более 500 методик измерений, основанных на различных аналитических методах «мокрой химии». Результаты анализа прослеживаются до чистых металлов и соединений стехиометрического состава. Аналитические измерения проводятся на современном аналитическом оборудовании.

Квалификация Испытательного аналитического центра ЗАО «ИСО» неоднократно подтверждена по результатам МСИ. Центр регулярно участвует в аттестации СО зарубежного производства, в том числе – Европейского союза (ЕСRM). Полученные результаты свидетельствуют о хорошей согласованности с результатами, полученными европейскими лабораториями.

Ежегодно наши СО приобретают 500 - 600 предприятий России, стран ближнего (Казахстан, Украина, Беларусь) и дальнего зарубежья (Китай, Германия, Япония, Грузия). Объемы экспортных поставок СО увеличились за последние годы, однако составляют не более 5 % в общем объеме выручки.

МЕТОДИЧЕСКИЕ ПОДХОДЫ К СТАТИСТИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ, ПОЛУЧЕННЫХ ПРИ АТТЕСТАЦИИ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА БИОЛОГИЧЕСКИХ ЛЕКАРСТВЕННЫХ СРЕДСТВ

Фадеекина О. В., Волкова Р. А.

ФГБУ «Научный центр экспертизы средств медицинского применения»
Министерства здравоохранения Российской Федерации (ФГБУ «НЦ ЭСМП» Минздрава России), г. Москва, РФ
Researcher ID: V-7416-2017, e-mail: Fadeikina@expmed.ru

Ключевые слова: отраслевой стандартный образец, стандартные образцы для оценки качества биологических лекарственных средств, биологические стандартные образцы, статистические методы

Отсутствие в России в настоящее время нормативно-методических документов по аттестации стандартных образцов для оценки качества биологических ЛС (далее – СО БЛС) делает актуальной разработку общих принципов аттестации СО БЛС, в том числе методических подходов к расчету метрологических характеристик, на основе международных руководств [1], рекомендаций Государственной системы обеспечения единства измерений (ГСИ) [2] с учетом особенностей биологических ЛС [3,4] и требований Государственной и зарубежных Фармакопей [5,6,7].

Поскольку биологические стандартные образцы разнообразны по своей природе, единый алгоритм установления и расчета аттестованной характеристики для СО БЛС отсутствует. Процедуру аттестации разрабатывают для каждого стандартного образца индивидуально с учетом особенностей материала СО БЛС и методик установления значений его аттестованных характеристик. Общий порядок аттестации СО БЛС предложен авторами в работе [8].

При статистической обработке результатов испытаний, полученных при аттестации СО БЛС, предлагаем следующий алгоритм:

- определяют вид распределения результатов измерений;
- оценивают возможность объединения полученных данных;
- оценивают наличие выпадающих результатов;
- рассчитывают аттестованное значение стандартного образца;
- рассчитывают неопределенность аттестованного значения СО.

Определение вида распределения результатов измерений:

С помощью программ для статистического анализа (Microsoft Excel, STATISTICA 6.0 и др.) оценивают соответствие нормальному виду распределения полученных результатов с помощью критерия Колмогорова-Смирнова (при числе результатов измерений $n > 50$) или критерия Шапиро-Уилка (при числе результатов измерений $n < 50$).

Если значение статистического критерия, рассчитанного по экспериментальным данным, менее чем табличное для соответствующего числа степеней свободы (df), рассчитываемого как количество измерений минус 1 ($df = n - 1$), то распределение результатов измерения считают близким к нормальному и используют оценку стандартной и расширенной неопределенностей по типу А [2,8].

Если хотя бы одна из групп данных, полученных при аттестации СО, не имеет нормального распределения, то для оценки однородности результатов, полученных разными операторами необходимо применять непараметрические методы статистического анализа, например, критерий Манна-Уитни [9].

Оценка возможности объединения данных:

Проводят оценку статистической значимости различий результатов определения значения аттестуемой характеристики СО, полученных разными операторами, с использованием критерия Стьюдента и критерия Фишера [9]. Рассмотрим на примере статистической обработки результатов испытаний, полученных при аттестации СО БЛС с участием 2 операторов в условиях промежуточной прецизионности, каждым из которых получено $n_1 = n_2 = 10$ результатов.

Условием статистической эквивалентности результатов определения каждым из операторов является:

$$t_{оп1,2} \leq t(P; n_1 + n_2 - 1); \quad (1)$$

$$F_{оп1,2} \leq F(P; n_1 - 1; n_2 - 1), \text{ где} \quad (2)$$

$t_{оп1,2}$ – значения критерия Стьюдента, вычисленные по результатам определения значения аттестованной характеристики СО каждым оператором;

$F_{оп1,2}$ – значения критерия Фишера, вычисленные по результатам определения значения аттестованной характеристики СО каждым оператором;

$t(P; n_1 + n_2 - 1); F(P; n_1 - 1; n_2 - 1)$ – табличные значения критерия Стьюдента и Фишера для выбранного уровня доверительной вероятности P и соответствующего числа степеней свободы.

Оценка наличия выпадающих результатов.

При проведении аттестации СО могут быть получены резко отклоняющиеся (выпадающие) результаты. Появление таких результатов может быть обусловлено как неудовлетворительным исполнением процедуры, так и несовершенством (особенностью) используемой методики.

Если установлено, что появление выпадающего значения обусловлено такими факторами, как ошибка оператора, ошибка оборудования, ошибка расчетов, т.е. неудовлетворительным исполнением, то следует исключать их из расчетов.

Если появление выпадающего значения объясняется несовершенством исполнения методики, необходимо доработать критерии пригодности системы (приемлемости результатов методики), а если особенностью методики, то предусмотреть выполнение достаточного количества повторов и сформулировать принцип исключения результатов.

В отечественной и зарубежных фармакопеях предлагаются различные подходы для проверки полученных результатов на резко отклоняющиеся значения [6,10,11]. Примеры приведены ниже. Во всех случаях предполагается, что данные принадлежат нормально распределенной совокупности.

1. Правило «Трех сигм». Согласно ОФС.1.1.0013.15 рассчитывают среднее арифметическое $(\bar{X} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n X_i)$ и стандартное отклонение по выборке $(s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}})$ среднего результата измерения аттестуемой характеристики СО БЛС. Затем рассчитывают отклонения (δ_i) каждого X_i значения аттестуемой характеристики от среднего \bar{X} :

$$\delta_i = X_i - \bar{X} \quad (3)$$

Исключают значения X_i , для которых $|\delta_i| > 3 \cdot s$ [6].

2. Критерий Граббса. Проводят процедуру нормализации каждого полученного X_i значения. Для этого вычитают среднее значение \bar{X} из каждого X_i результата, и делят эту разность на стандартное отклонение s : $X_{norm} = \frac{(X_i - \bar{X})}{s}$. Выбирают максимальное абсолютное значение X_{norm} и сравнивают его с табличной критической величиной λ [11], выбранной в соответствии с объемом выборки n и допусаемым уровнем значимости (например, 5%). Если максимальное значение X_{norm} больше, чем табличная величина λ , то соответствующее ему значение X_i признается резко отклоняющимся и не учитывается при расчетах аттестованного значения СО БЛС [11]. Повторяют процедуру для следующего выпадающего значения.

3. Критерий Диксона. Результаты упорядочивают с учетом их величины (т.е. X_n – это максимальное значение, X_{n-1} – следующее по величине значение и т.д., и X_1 – минимальное по величине значение). Для того, чтобы признать наблюдение X_1 резко отклоняющимся, рассчитывают отношение $r_{расч}$ по формуле, например, для объема выборки $n=8...10$:

- для случая, когда резко отклоняющееся значение является минимальным:

$$r_{расч} = \frac{X_2 - X_1}{X_{n-1} - X_1}; \quad (3)$$

- для случая, когда резко отклоняющееся значение является максимальным:

$$r_{расч} = \frac{X_n - X_{n-1}}{X_n - X_2}. \quad (4)$$

Результат $r_{расч}$ сравнивают с критическим табличным значением $r_{табл}$ [11] для объема выборки (например, $n=10$) и выбранного уровня значимости (например, 5%). Если значение $r_{расч}$ больше, чем значение $r_{табл, 0,05}$, то его признают резко отклоняющимся и исключают [10].

Критерий Диксона используют при объеме выборки от 3 до 13, причем для объема выборки $n=3...7$ и $n=11...13$ формулы для $r_{расч}$ отличаются от приведенных. При объеме выборки $n > 13$ рекомендуется использовать критерий Граббса [11].

Расчет значения аттестованной характеристики СО БЛС.

После анализа на выпадающие значения и оценки возможности объединения результатов, полученных разными операторами, рассчитывают аттестованное значение СО БЛС (A), как среднее арифметическое по всему массиву данных.

В случае если биологическая активность стандартного образца выражается как результат определения титра, например, в реакции торможения гемагглютинации (РТГА), за аттестованное значение СО БЛС принимают медиану (Med) ряда экспериментальных данных, упорядоченных по возрастанию.

Расчет неопределенности аттестованного значения СО БЛС.

При аттестации СО БЛС применяют биологические, иммунологические, микробиологические и др. методы, являющиеся эмпирическими [12, 13], для которых невозможно разделить систематическую и случайную составляющие стандартной неопределенности, как это требуется при реализации «пошагового» подхода [14]. Опыт аттестации СО БЛС [13] показал, что при оценке неопределенности аттестованных значений

СО БЛС следует применять «глобальный подход» и оценивать стандартную неопределенность СО БЛС по стандартному отклонению (s) результатов, полученных в условиях промежуточной прецизионности [13]. Результаты применения СО БЛС при контроле биологических лекарственных средств подтвердили оправданность такого подхода [16, 17].

При оценке расширенной неопределенности по типу А для СО БЛС при уровне доверия 0,95 принимают значение коэффициент охвата k , как правило, равным 2.

В некоторых случаях результаты определения аттестованного значения СО БЛС не являются нормально распределенными. Как правило, это стандартные образцы, аттестацию которых проводят с применением таких биологических методов, как РТГА [18,19].

В случае, если значение аттестованной характеристики СО БЛС выражено медианой Med , то интервал значений аттестованной характеристики может быть определен в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р ИСО 16269-7 – 2004 как:

$$A_{min} = X_k \quad (5)$$

$$A_{max} = X_{n_1+n_2-k+1} \quad (6)$$

где:

- k – номер порядковой статистики, используемый для определения границ доверительного интервала медианы аттестованного значения СО БЛС.

- A_{min} – нижняя граница доверительного интервала медианы аттестованного значения СО для вероятности 95 %;

- A_{max} – верхняя граница доверительного интервала медианы аттестованного значения СО для вероятности 95 %.

Например, для 95 % доверительной вероятности и объема выборки $n_1 + n_2 = 20$ значение k равно 6 [20]. Тогда $A_{min} = X_6$, $A_{max} = X_{15}$, т.е. аттестованное значение СО БЛС находится в интервале между 6-м и 15-м элементом упорядоченного экспериментального ряда данных.

Таким образом, в силу сложности и вариабельности состава биологических лекарственных средств, различия механизмов, лежащих в основе методов их испытаний, расчет метрологических характеристик СО БЛС (значения аттестованной характеристики и ее неопределенности), требует индивидуального подхода.

ЛИТЕРАТУРА

1. ISO Guide 35:2006. Reference material – General and statistical principles for certification. [сайт]. URL: http://www.iso.org/iso/catalogue_detail.htm?csnumber
2. ГОСТ ISO Guide 35–2015 Стандартные образцы – Общие и статистические принципы сертификации (аттестации). М.: Стандартинформ, 2016. 61 с.
3. Recommendations for the preparation, characterization and establishment of international and other biological reference standards, WHO TRS 932, annex 2, Geneva. 2004. p 73 – 131.
4. Бондарев В.П., Борисевич И.В., Волкова Р.А., Фадейкина О.В. Проблемы аттестации отраслевых стандартных образцов для контроля качества иммунобиологических лекарственных препаратов // Ведомости Научного центра экспертизы средств медицинского применения. 2013. № 2. С.28-32.
5. Государственная фармакопея Российской Федерации, XIII изд. Т. 1– 3. ОФС.1.1.0013.15 «Статистическая обработка результатов химического эксперимента» [Электронный ресурс]. URL: <http://femb.ru/feml> (дата обращения: 13.06.2018).
6. European Pharmacopoeia 9th edition. Biological Reference Preparation (5.12) // EDQM (European Directorate for the Quality of Medicines and Healthcare). – 2011. [сайт]: URL: <http://online.edqm.eu/entry.htm>. Доступ по подписке.

7. Reference Standards for Biologicals ((11)), United States Pharmacopeia 41th edition. – United States Pharmacopeial Convention [сайт]: 2012. URL: <http://www.uspnf.com/uspnf/login>. Доступ по подписке.
8. Фадейкина О.В., Волкова Р.А. Разработка порядка аттестации стандартных образцов биологических лекарственных средств // Химико-фармацевтический журнал. 2017. Т.51. № 8. С. 44-50.
9. Гланц С. Медико-биологическая статистика. Пер. с англ. М., Практика. 1998. 459 с.
10. United States Pharmacopeia. Analytical data-interpretation and treatment (1010) // [сайт]. URL: <http://www.uspnf.com/uspnf/login>.
11. United States Pharmacopeia. Design and analysis of biological assays (111) // [сайт]. URL: <http://www.uspnf.com/uspnf/login>.
12. IUPAC 2002. Harmonized guidelines for single-laboratory validation of methods of analysis (IUPAC Technical Report). Pure appl.chem, 2002, vol. 74. no. 5. pp. 835 – 855.
13. Волкова Р.А. Система контроля качества медицинских иммунобиологических препаратов химическими и иммунохимическими методами: автореф. дисс. ... д-ра биол. наук. М.; 2009.
14. ГОСТ Р 54500.3-2011 (Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008). Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения. М.: Стандартинформ, 2012. – 138 с.
15. Волкова Р.А., Фадейкина О.В. Проблемы оценки неопределенности методик испытаний и стандартных образцов иммунобиологических лекарственных средств // Биопрепараты. Профилактика. Диагностика. Лечение. 2017. Т. 17. № 1 (61). С. 27-31.
16. Гайдера Л.А., Никитина Т.Н., Фадейкина О.В. и др. Аттестация отраслевого стандартного образца активности лейкоцитарного интерферона альфа типа// Биопрепараты. Профилактика. Диагностика. Лечение. 2014. № 3 (51). С. 40-45.
17. Юнасова Т.Н., Фадейкина О.В., Сидоренко Е.С. и др. Разработка и изучение отраслевого стандартного образца активности вакцины против краснухи // Биопрепараты. Профилактика. Диагностика. Лечение. 2015. № 3 (55). С. 49-53.
18. Саяпина Л.В., Комратов А.В., Храмов М.В. и др. Аттестация отраслевого стандартного образца сыворотки бруцеллезной диагностической поливалентной для реакции агглютинации // Биопрепараты. Профилактика. Диагностика. Лечение. 2014. № 4 (52). С. 42-47.
19. Абрамцева М.В., Немировская Т.И., Устинникова О.Б. и др. Разработка и аттестация отраслевого стандартного образца для оценки подлинности вакцины менингококковой группы А полисахаридной // Биопрепараты. Профилактика. Диагностика. Лечение. 2016. Т. 16. № 4 (60). С. 260-263.
20. ГОСТ Р ИСО 16269-7 – 2004 Статистические методы. статистическое представление данных. Медиана. Определение точечной оценки и доверительных интервалов. М.: ИПК Издательство стандартов, 2001. 15 с.

ПРОЦЕДУРЫ УПРАВЛЕНИЯ РЕАКТИВАМИ И СТАНДАРТНЫМИ ОБРАЗЦАМИ В ЛАБОРАТОРИИ В СООТВЕТСТВИИ С ISO/IEC 17025:2017

Фалкин Д. В.

ООО «Центр аккредитации «Стандарт», г. Самара, РФ
e-mail: adar-rf@mail.ru

Ключевые слова: аккредитация лабораторий, общие требования к компетентности лабораторий, управление ресурсами лаборатории, применение стандартных образцов и реактивов, прослеживаемость, метрология, оценка рисков, достоверные результаты испытаний

В ноябре 2017 года была принята новая версия стандарта ISO/IEC 17025:2017 [1]. Объявлен переходный период в 3 года. Это значит, что инспекционный контроль аккредитованных лабораторий с конца 2020 года будет проходить по новой версии стандарта, а первичная аккредитация с начала 2019 года. Эти правила устанавливаются различными органами по аккредитации индивидуально. Одно из изменений в новой версии стандарта затрагивает управление эталонами, стандартными образцами и реактивами. Теперь требования к ним описаны в главе управление ресурсами (6. Resource requirements), раздел: оснащенность (6.4. Equipment). Некоторые требования в прошлой версии распространялись только на оборудование, а в нынешней версии распространяются на все ресурсы. В частности новая версия стандарта предъявляет следующие требования к эталонам, стандартным образцам и реактивам. Должны быть правила управления эталонами, стандартными образцами и реактивами, находящихся, вне зоны постоянного контроля со стороны лаборатории, например: передача в аренду или получение в аренду. Предъявлены требования к наличию этикеток или иных видов идентификации, для контроля сроков годности. Должны быть система контроля надлежащих условий хранения, а также система управления ресурсами неизвестного качества в результате неверного хранения или использования, а также процедуры оценки влияния данного ресурса на уже выполненные работы. Сформулированы требования по наличию записей по работе с эталонами, стандартными образцами и реактивами в частности: идентификация (наименование производителя, партия, серийный номер и т.д.); данные по входному контролю; текущее местонахождение, где это уместно; даты утверждения, аттестованные значения и обозначение стандартных образцов, критерии приемлемости и сроки годности. И одно из самых главных требований лаборатория должна обеспечить прослеживаемость результатов измерений с использованием сертифицированных значений сертифицированных стандартных образцов с указанной метрологической прослеживаемостью к единицам СИ или сертифицированному значению сертифицированного стандартного образца, полученного от компетентного производителя. Стандарт поясняет, что производители стандартных образцов, которые соответствуют требованиям стандарта ISO 17034:2016(en) General requirements for the competence of reference material producers, считаются компетентными.

Таким образом, для внедрения новой версии стандарта и успешного прохождения инспекционного контроля или аккредитации необходимо пересмотреть собственную систему менеджмента, процедуры управления стандартными образцами и реактивами, пересмотреть номенклатуру применяемых в настоящее время ресурсов и при необходимости провести закупку ресурсов соответствующих новому стандарту. Реализация этих требований позволит продемонстрировать прослеживаемость результатов в лаборатории и получать достоверные результаты измерений и испытаний.

ЛИТЕРАТУРА

1. ISO/IEC 17025:2017 (E) General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. Switzerland. 2017, 37 p
2. ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: Стандартиформ, 2013 год, 34 с.

ПРОБЛЕМЫ ДОЗИМЕТРИИ И СПЕКТРОМЕТРИИ НЕЙТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

Федоров С. Г.^{1,2}

¹ФГУП Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений (ФГУП «ВНИИФТРИ»), Московская обл., п. Менделеево, РФ

²Национальный исследовательский ядерный университет «Московский инженерно-физический институт» (НИЯУ «МИФИ»), г. Москва, РФ
e-mail: fedorov911@gmail.com

Ключевые слова: нейтронное излучение, дозиметрия нейтронного излучения, спектрометрия нейтронного излучения, многосферный спектрометр, детекторы нейтронного излучения, медицина, метрологическое обеспечение, бор-нейтронозахватная терапия, энергетическая зависимость чувствительности

Решение данных проблем является на сегодняшний день приоритетной задачей метрологии. Применение нейтронного излучения при отсутствии эталонной базы и нормативно-правовых документов может привести к неправильному определению физической величины, что может нанести вред человеку. Отдельно затрагивая медицинскую отрасль: в бор-нейтронозахватной терапии объектом облучения является человек. Поэтому к данной технологии необходимо подходить всерьез и учитывать всевозможные факторы.

Для обеспечения радиационного контроля для персонала атомных станций задача определения спектра нейтронов также остается открытой. Наличие на атомной станции помещений с повышенным радиационным уровнем создает проблему определения дозовых характеристик для персонала станции.

С проблемой восстановления спектра нейтронного излучения сталкиваются на исследовательских реакторах и некоторых установках, где применение метода на основе активационных фольг становится неприемлемо. При плотности потока $\approx 10^8$ - 10^{10} нейтрон \cdot с $^{-1}$ и менее возникает ряд ограничений, которые приводят к увеличению погрешности.

В связи с увеличением потребности и расширением областей применения нейтронного излучения, развитием атомной промышленности и медицины, требуется разработка и внедрение методов спектрометрии нейтронного излучения позволяющих производить градуировку средств измерений в полях наиболее приближенных к реальным полям.

В ФГУП «ВНИИФТРИ» в рамках научно-исследовательской работы была разработана модель спектрометра нейтронного излучения на основе сфер Боннера. В качестве детекторов нейтронов использовались различные сцинтилляционные детекторы и газонаполненные счетчики, более подробно описано в [1]. За счет совместного использования сцинтилляторов и газонаполненных счетчиков данный спектрометр способен воспроизводить единицу амбиентного эквивалента дозы с высокой точностью в условиях приближенным к реальным.

Таким образом, становится возможным произвести оценку пагубного воздействия нейтронного излучения на организм человека при проведении бор-нейтронозахватной терапии. Применение разработанного спектрометра поможет оценить составляющую вредного воздействия высокоэнергетической составляющей спектра нейтронного излучения, поможет усовершенствовать установки и создать более эффективные формирователи пучка для более успешного применения и развития данного направления в стране.

ЛИТЕРАТУРА

1. Универсальный спектрометр нейтронов. О.И. Коваленко, П.Ф. Масляев, С.Г. Федоров, Измерительная техника, 2017 г.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ОБРАЗЦА АСФАЛЬТОБЕТОННОЙ СМЕСИ ПРИ ОЦЕНКЕ НАВЫКОВ ПЕРСОНАЛА ДОРОЖНОСТРОИТЕЛЬНОЙ ЛАБОРАТОРИИ

Ченцова Ю. С., Толмачев В. В.

ФГУП «Уральский научно - исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»), г. Екатеринбург, РФ
e-mail: lab265@uniim.ru

Ключевые слова: стандартные образцы, образцы для контроля, испытательная лаборатория, контроль качества, навык, персонал участвующий в исследованиях (испытаниях), контрольные карты, расчет риска

Согласно критерию по аккредитации [1] п. 20 и п. 23.11 в лаборатории должны быть разработаны и внедрены правила контроля качеством результатов измерений и лаборатория должна располагать персоналом, участвующим в исследованиях (испытаниях) с подтвержденным навыком.

Один из методов контроля качества результатов измерения является использование образцов для контроля при помощи которых предлагается решить задачу и оценки навыка персонала испытательной лаборатории. Использование именно контрольных образцов с опорными значениями путем проведения их измерений позволит непрерывно контролировать навык персонала, так как контрольные образцы однородны и стабильны во времени.

Использование контрольных образцов предназначено для лабораторий занимающихся физико-механическими испытаниями, т.к. в их области обычно отсутствуют стандартные образцы утвержденного типа.

ФГУП «УНИИМ» разработало процедуру оценки навыка персонала с использованием контрольного образца.

Решение данной задачи рассмотрено на примере определения средней плотности асфальтобетонной смеси по [2].

Исходным материалом для разработки является материал смесь асфальтобетонная горячая, мелкозернистая, плотная типа Б, марки 1. Приписанный показатель – средняя плотность, выбранный из числа приведенных в [2].

Данный материал был исследован методом межлабораторной аттестации по [3], ему присвоено опорное значение средней плотности с погрешностью $\rho_m = (2,61 \pm 0,02) \text{ г/см}^3$.

Измерительные процессы, испытательной лаборатории, должны находиться в управляемом состоянии.

Задача статистического управления измерительным процессом - обеспечение и поддержание процесса на стабильном уровне. Основным используемым статистическим инструментом - контрольные карты.

Стабильность измерительного процесса отражается на контрольной карте отсутствием точек за контрольными границами, трендов, неслучайного поведения в контрольных границах.

Для поддержания процесса в состоянии статистической управляемости необходимо удалить все возможные причины, влияющие на результат измерения. Использование одного и того же образца для контроля, проводить измерения одной методикой измерений, одним и тем же метрологически обеспеченным измерительным оборудованием в контролируемых внешних условиях.

С учетом вышеизложенного, единственной причиной нестабильности результата измерения являются ошибки оператора, обусловленные утратой или ухудшением навыка персонала.

Рассмотри алгоритм процесса. Он представлен в виде блок-схемы на рисунке 1.

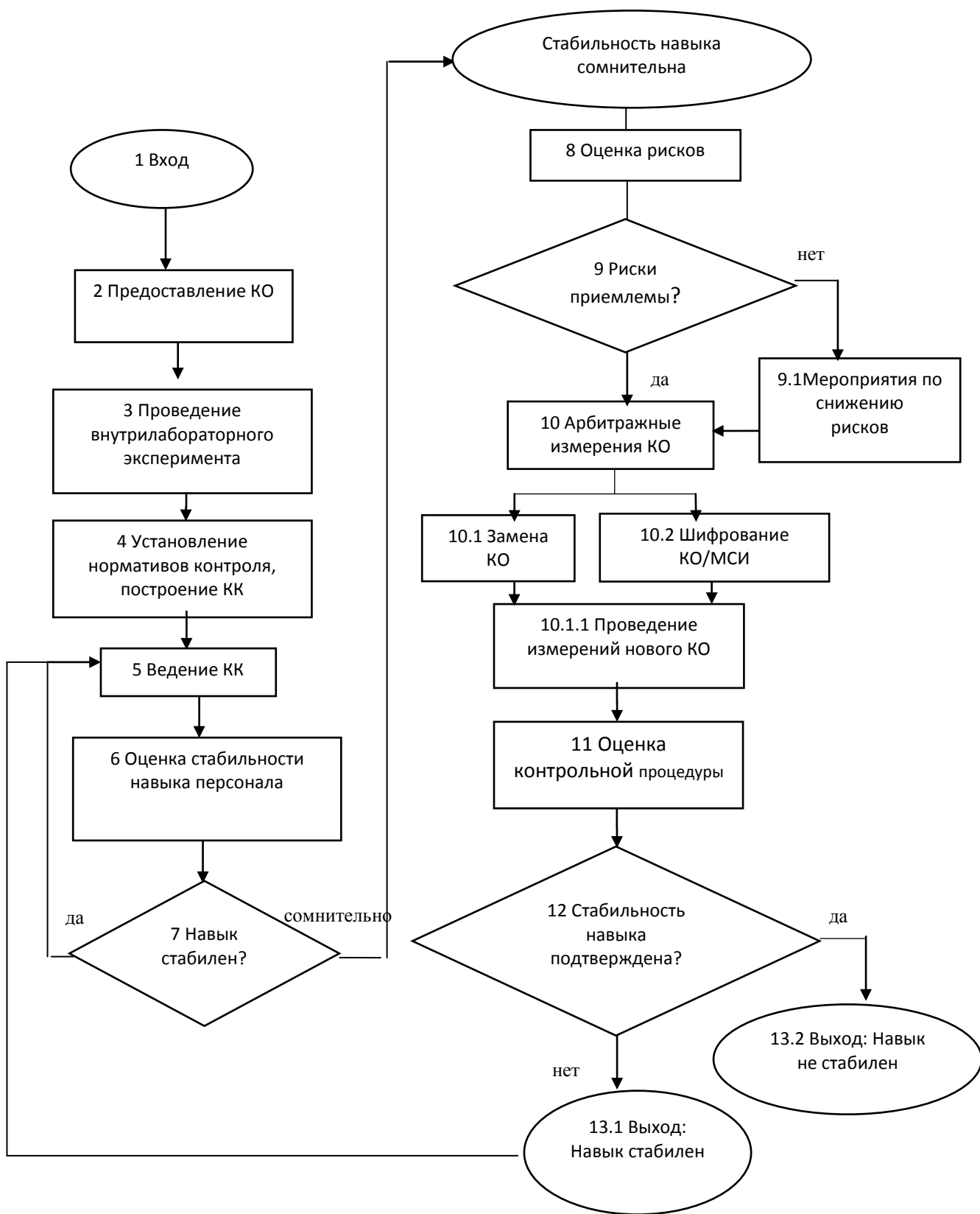


Рис. 1. Блок-схема процесса оценки навыка персонала лаборатории

1. Персонал (оператор) должен подвергаться оценке навыков для удовлетворения критериев аккредитации.

2. Специалист, ответственный за оценивание статистических характеристик измерительного процесса (далее - специалист) предоставляет оператору контрольные пробы из аттестованной партии материалов контрольных образцов асфальтобетонной смеси.

Если отсутствуют условия сомнительности навыка (критерии изменчивости процесса), то навык признают стабильным и ведение контрольных карт продолжается. Если на контрольной карте появляется один из критериев не стабильности процесса, то навык оператора ставится под сомнение и возникает необходимость оценить риски, влияющие на процесс.

Специалист должен идентифицировать риски, то есть провести процесс обнаружения, распознавания и описания рисков. Идентификация включает распознавание источников риска, событий, их причин и возможных последствий.

По результату оценки риска специалист оформляет реестр риска. Также определяет критерии приемлемости риска. Если риски признаются не приемлемыми, необходимо провести мероприятия по снижению риска. После проведения мероприятий по снижению риска или если риски изначально признаются приемлемыми, то необходимо провести арбитражные измерения.

Оценка навыка оператора методом арбитражных измерений может проводиться двумя способами.

1. Специалист заменяет контрольный образец асфальтобетонной смеси на контрольный образец с другими приписанными значениями.

2. Специалист шифрует контрольный образец асфальтобетонной смеси или организывает участие лаборатории в МСИ под контролем третьей стороны (провайдера МСИ).

Результат арбитражного измерения оценивается стандартным образом. Если результат признается удовлетворительным то стабильность навыка не вызывает сомнения, в противном случае навык персонала признается не стабильным.

Разработанный процесс оценки навыка персонала в испытательной лаборатории ФГУП «УНИИМ» представлен документированной процедурой и является Приложением к Инструкции по использованию контрольного образца.

ЛИТЕРАТУРА

1. Приказ Минэкономразвития России от 30.05.2014 № 326 «Об утверждении критериев аккредитации, перечня документов, подтверждающих соответствие заявителя, аккредитованного лица критериям аккредитации, и перечня документов в области стандартизации, соблюдение требований которых заявителями, аккредитованными лицами обеспечивает их соответствие критериям аккредитации». М.: Федеральная служба по аккредитации, 2014. 75 с.
2. ГОСТ 9128-2013 Смеси асфальтобетонные, полимерасфальтобетонные, асфальтобетон, полимерасфальтобетон для автомобильных дорог и аэродромов. Технические условия. М.: Стандартинформ, 2014. 56 с.
3. ГОСТ 8.532-2002 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержание и порядок проведения работ. М.: Стандартинформ, 2003. 12 с.

НОВЫЙ МНОГОЭЛЕМЕНТНЫЙ СТАНДАРТНЫЙ ОБРАЗЕЦ СОСТАВА ХВОИ СОСНЫ

Шабанова Е. В., Васильева И. Е., Зак А. А., Мустафина О. К.

ФГБУН Институт геохимии им. А.П. Виноградова Сибирского отделения Российской академии наук
(ФГБУН ИГХ СО РАН), г. Иркутск, РФ

Researcher ID: E-4333-2013, ORCID: 0000-0002-6444-612X, e-mail: shev@igc.irk.ru

Ключевые слова: растения, хвоя сосны, методы элементного химического анализа, аттестованное значение, многоэлементный стандартный образец состава

Растения связывают воедино атмосферу, биосферу и гидросферу, воздействуя на климат и изменяясь под его воздействием. Содержание микроэлементов в растениях, поступающих из поровых вод почвы, обычно коррелируют с геохимическим фоном региона. На территориях с повышенным содержанием микроэлементов происходит более интенсивный их перенос и избыточное накопление в биоте. Поэтому отдельные виды растений используются как биогеохимические индикаторы при поисках рудных месторождений [1] и для оценки степени загрязнения окружающей среды в результате антропогенного воздействия [2]. Наблюдается дефицит достоверных и сопоставимых между собой результатов химического анализа, необходимых для изучения биогеохимических процессов [2-4]. Одним из способов обеспечения достоверности аналитических данных является применение стандартных образцов (СО) состава биоты для градуировки аналитических методик и контроля правильности результатов. Однако в Госреестре РФ список многоэлементных стандартных образцов растений, несмотря на видовое разнообразие, весьма скромен [5]. Поэтому дополнительно к ранее созданным в ИГХ СО РАН трем стандартным образцам растений [6] был разработан новый многоэлементный стандартный образец состава хвои сосны ХСС-1 (*Pinus Sylvestris*). Сосна широко распространена во влажном и засушливом климате, является чутким индикатором загрязнения окружающей среды. Высокое содержание в хвое физиологически активных веществ определяет ее большую ценность как сырья для получения различных фармацевтических препаратов и кормовых продуктов.

Хвоя сосны была собрана в летний период вблизи оз. Байкал, затем материал был высушен, измельчен и гомогенизирован. Исследованы гранулометрический состав, однородность и стабильность вещества. В 2015-2016 гг. был спланирован и проведен межлабораторный аттестационный эксперимент согласно требованиям [7]. Для оценивания прослеживаемости использованы сертифицированные образцы состава элодеи канадской ЭК-1, травосмеси Тр-1 и листа берёзы ЛБ-1 [6] после изучения их стабильности в условиях естественного старения [8]. Обработаны более 1800 измерений, полученные с использованием 12 методов анализа в 20 лабораториях. Для 28 элементов установлены аттестованные содержания и их погрешности, для 12 элементов – рекомендованные. Выполненное сличение СО хвои сосны и трех СО растительных материалов (ЛБ-1, Тр-1 и ЭК-1) показало их согласованность между собой и возможность одновременного применения. Новый многоэлементный СО ХСС-1 (*Pinus Sylvestris*) предназначен для аттестации и градуировки методик измерений массовых долей элементов при определении состава биологических материалов растительного происхождения химическими, физическими и физико-химическими методами анализа, а также контроля точности их результатов в научных и производственных лабораториях геологических, сельскохозяйственных и фармацевтических организаций.

Исследование проведено в рамках выполнения государственного задания по Проекту IX. 127.1.4. (0350-2016-0027).

ЛИТЕРАТУРА

1. Brooks R.R. Biological methods of prospecting for minerals. Wiley & Sons, 1983. 336 p. – Брукс Р.Р. Биологические методы поисков полезных ископаемых / Р.Р. Брукс; пер. с англ. М.: Недра, 1986. 311 с.
2. Kabata-Pendias A. Trace elements in soils and plants, 4th ed. Taylor and Francis Group, LLC, 2011. 505 p.
3. Maurice P.A. Environmental surfaces and interfaces from the nanoscale to the global scale. Wiley, 2009. – Морис П. Поверхность и межфазные границы в окружающей среде. От наноуровня к глобальному масштабу / П. Морис; пер. с англ. под ред. В.И. Свитова. М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2013. 540 с.
4. Buck B.J., Londono S.C., McLaurin B.T., Metcalf R., Mouri H., Selinus O., Shelembe R. The emerging field of medical geology in brief: some examples // Environ. Earth. Sci., 2016, 75:449.
5. Федеральный информационный фонд. Сведения об утверждённых типах стандартных образцов [сайт]. URL: http://www.fundmetrology.ru/09_st_obr/2list.aspx
6. Каталог стандартных образцов // ИГХ СО РАН [сайт]. URL <http://www.igc.irk.ru/ru/standartnye-obraztsy-25-4>. ГОСТ ISO Guide 35–2015 Стандартные образцы – Общие и статистические принципы сертификации (аттестации). М.: Стандартинформ, 2016. 61 с.
7. P.50.2.031-2003. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Методика оценивания характеристик стабильности. ИПК Издательство стандартов, 2004, 10 с.

РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА СОСТАВА 0,1 М РАСТВОРА БИХРОМАТА КАЛИЯ ГСО 10992-2017

Шимолин А. Ю., Собина А. В.

ФГУП «Уральский научно - исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»), г. Екатеринбург, РФ
e-mail: alex-shimolin@uniim.ru

Ключевые слова: кулонометрия, кулонометрическое титрование, титриметрия, ГЭТ 176, раствор бихромата калия, стандартный образец, неопределённость аттестованного значения, калий двуххромовокислый

Благодаря высокой стабильности в растворах и ярко выраженным окислительным свойствам, бихромат калия является распространенным установочным веществом в титриметрии и широко используется в мировой лабораторной практике в качестве титранта для определения большинства восстановителей [1]. При наличии задачи достижения наибольшей точности и обеспечения метрологической прослеживаемости титранты на основе бихромата калия готовят из стандартного образца состава калия двуххромовокислого (бихромата калия) 1-го разряда ГСО 2215-81, аттестованного первичным методом [2] кулонометрического титрования на ГЭТ 176 [3]. Правильность результатов измерений массовой доли основного компонента в бихромате калия, получаемых на ГЭТ 176, подтверждена двухсторонними [4] и ключевыми [5] международными сличениями. В базе данных измерительных и калибровочных возможностей Международного Бюро мер и весов (МБМВ) имеется соответствующая строка (СМС) [6]. Дальнейшие же этапы передачи единицы от ГСО 2215-81 к стандартным образцам, химическим реактивам и их растворам, такие как сушка твёрдого вещества до постоянной массы, приготовление титрантов нужной концентрации, калибровка мерной посуды и др., содержат в себе ряд факторов, способных негативно сказаться на правильности результатов измерений при отсутствии у лаборатории необходимых навыков или опыта. В целях исключения или минимизации негативного воздействия этих факторов, при контроле правильности результатов измерений лабораториям удобно использовать готовый раствор титранта. Разработанный стандартный образец состава раствора бихромата калия стал вторым в линейке высокоточных стандартных образцов состава растворов, выпущенных ФГУП «УНИИМ» с применением ГЭТ 176-2017.

Описание образца

Стандартный образец состава раствора бихромата калия (далее – СО) представляет собой раствор перекристаллизованного химического реактива бихромата калия, квалификации «х.ч.» по ГОСТ 4220-75, в деионизованной воде с удельной электрической проводимостью не более

$1 \cdot 10^{-5}$ См/м. Аттестованным значением СО является молярная концентрация бихромата калия в диапазоне значений от 0,098 до 0,102 моль/дм³. Стандартный образец упаковывается в пластиковые бутылки вместимостью 250 см³ с завинчивающейся крышкой, дополнительно изолирован парафином или термоусадочной трубкой. Внешний вид экземпляра СО представлен на рисунке 1.

Оценка нестабильности материала СО

В современной практике производства и испытаний стандартных образцов веществ и материалов в целях утверждения типа, согласно ISO Guide 35 [7], различают две характеристики нестабильности СО: кратковременную и долговременную нестабильности.

Для стандартных образцов состава растворов чистых химических веществ обе эти характеристики обусловлены различными факторами: химическими и физическими процессами, протекающими в растворе (например, адсорбция), герметичностью упаковки, характеристиками проницаемости материала бутылей, временем воздействия потенциально опасных факторов, таких как температура, ультрафиолет и др. Оценить воздействие всех составляющих факторов по отдельности затруднительно, поэтому оценку стабильности СО проводят эмпирическим путём для каждого конкретного типа СО и применяемого вида упаковки. Значение стандартной неопределённости от нестабильности в этом случае выражается через стандартное отклонение коэффициента линейной зависимости результата измерений от времени и через срок годности экземпляра СО.



Рис. 1. Внешний вид экземпляра СО состава 0,1 М раствора бихромата калия

Долговременная стабильность СО состава раствора бихромата калия оценена методом ускоренного старения по алгоритму, приведённому в п. 5.3 Р 50.2.058-2007 «Рекомендации по метрологии. Государственная система обеспечения единства измерений. Оценивание неопределённостей аттестованных значений стандартных образцов».

Температура старения была установлена на уровне (60 ± 2) °С (предельная температура плавления изолирующего парафина марки П-2 составляет 65 °С согласно ГОСТ 23683-89 «Парафины нефтяные твердые. Технические условия»). Стандартная неопределённость от долговременной нестабильности за 1 год составила 0,004 %.

Кратковременная стабильность материала СО исследована на материале СО состава раствора

бихромата калия во время исследования долговременной стабильности. Предельные критические условия, допустимые при транспортировке образца, соответствуют предельной температуре сохранения целостности упаковки и составляют 60 °С. Исследования стабильности в критических условиях проводились в течение 11 суток. Стандартная неопределённость от кратковременной нестабильности материала принята численно равной стандартной неопределённости от долговременной нестабильности материала СО.

Определение аттестованного значения СО

Аттестованное значение СО было установлено прямыми измерениями молярной концентрации бихромата калия в материале стандартного образца на эталонной установке, реализующей метод кулонометрического титрования, Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2017.

Оценку характеристик неопределённости проводили в соответствии с требованиями [8]. За аттестованное значение СО было принято среднее арифметическое значение девяти измерений молярной концентрации бихромата калия в СО. Стандартная неопределённость типа А оценена как среднее квадратическое отклонение результатов измерений. Стандартная неопределённость типа В оценена как композиция стандартных неопределённостей от

применяемых средств измерений, справочных данных [9] и [10] и от влияющих химических факторов (влияния кислорода, диффузии определяемого компонента во вспомогательную камеру ячейки, наличие электроактивных примесей в электролите и др.).

Границы относительной погрешности оценены по алгоритму, приведенному в ГОСТ 8.736-2011 «Государственная система обеспечения единства измерений. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения», с учётом характеристик кратковременной и долговременной стабильности материала СО.

Метрологические характеристики СО приведены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1. Метрологические характеристики СО состава раствора бихромата калия

Аттестуемая характеристика СО	Аттестованное значение СО	Относительная расширенная неопределённость аттестованного значения ($k = 2$), %	Границы относительной погрешности аттестованного значения СО ($P = 0,95$), %
Молярная концентрация бихромата калия, моль/дм ³	0,100509	0,024	±0,026

З а к л ю ч е н и е

В результате проведенных исследований был разработан, изготовлен и испытан стандартный образец состава раствора бихромата калия (0,1 М $K_2Cr_2O_7$ СО УНИИМ), получивший номер в Государственном реестре утверждённых типов стандартных образцов ГСО 10992-2017 [11]. Стандартный образец предназначен для передачи единицы массовой (молярной) концентрации компонента стандартным образцам и химическим реактивам по реакции окисления-восстановления; поверки, калибровки СИ, контроля метрологических характеристик при проведении испытаний СИ, в том числе в целях утверждения типа; градуировки СИ; аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах.

Разработанный стандартный образец состава раствора бихромата калия является для лабораторий готовым и удобным инструментом для контроля как процедуры приготовления титранта, так и конечного результата измерений содержания компонента в определяемом веществе, а также позволит существенно сократить время подготовки к измерениям.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. J.R. Moody, R.R. Greenberg, K.W. Pratt, T.C. Rains. «Recommended inorganic chemicals for calibration». Anal.Chem., vol. 60, No. 21, 1988.
2. M. J. T. Milton, T. J. Quinn, «Primary methods for the measurement of amount of substance», *Metrologia* 38, pp. 289-296, 2001.
3. Gennady I. Terentiev, Alena V. Sobina, Alexandr J. Shimolin, Veniamin M. Zyskin: «Application of Coulometric Titration for the Certification of Primary Reference Materials of Pure Substances», - American Journal of Analytical Chemistry, 2014, 5, 559-565
4. P. P. Borges¹, W. B. Silva Junior¹, F. B. Gonzaga¹, A. Sobina², A. Shimolin², G. Terentiev²: «COULOMETRIC DETERMINATION OF AMOUNT CONTENT OF potassium dichromate for COMPARABILITY ASSESSMENT THROUGH A Bilateral comparison»; - XX IMEKO World Congress Metrology for Green Growth September 9–14, 2012, Busan, Republic of Korea
5. Michal Máriássy, Zuzana Hanková, (SMU), Euijin Hwang and Youngran Lim (KRISS); Kenneth W. Pratt (NIST); Akiharu Hioki and Toshiaki Asakai (NMIJ); Wu Bing, Ma Liandi and Wei Chao (NIM); Alena Sobina, Alexandr

Shimolin (UNIIM); Wiler B. S. Junior and Paulo P. Borges (INMETRO): «Key comparison CCQM-K96 Determination of amount content of dichromate. Draft B report.» - Bratislava, February 2013

6. https://kcdb.bipm.org/appendixC/QM/RU/QM_RU_1.pdf

7. ISO Guide 35:2017 Reference materials - Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability.

8. JCGM 100:2008 Evaluation of Measurement Data—Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement. http://www.bipm.org/utis/common/documents/jcgm/JCGM_100_2008_E.pdf

9. Peter J. Mohr, David B. Newell, and Barry N. Taylor, “CODATA Recommended Values of the Fundamental Physical Constants: 2014”, Rev. Mod. Phys. 88, 035009, 73 pages (2016)

10. «Atomic weights of the elements 2011. (IUPAC Technical Report)», 2013, IUPAC;

11. Описание типа стандартного образца. Стандартный образец состава раствора бихромата калия (0,1 М $K_2Cr_2O_7$ СО УНИИМ), ФИФ, Россия, 2017.

http://www.fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=%D0%93%D0%A1%D0%9E%2010992-2017

РАБОТЫ ПО ПРОИЗВОДСТВУ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ, ВЫПОЛНЕННЫЕ АО «ЗАПАДНО-СИБИРСКИМ ИСПЫТАТЕЛЬНЫМ ЦЕНТРОМ» В 2017-2018 Г.Г.

Шушунова С. Н.

АО «Западно-Сибирский Испытательный центр» (АО «ЗСИЦентр»),
г. Новокузнецк, РФ, e-mail: main@zsic.ru , shushunova_sn@zsic.ru

Ключевые слова: стандартные образцы угля, стандартные образцы минерального сырья, ЗСИЦентр

Работы по производству стандартных образцов были начаты в организации с 1986 г. и продолжаются до настоящего времени.

На данный момент 13 стандартных образцов АО «ЗСИЦентр» имеют статус ГСО (СО горных пород, руд, угля, кокса, а также золошлаковых отходов), один стандартный образец включен в международный реестр «КООМЕТ» (указаны в таблице).

За последние годы значительно возрос интерес потребителей к СО производства АО «ЗСИЦентр». Увеличению объема продаж способствует маркетинговая политика организации, также на рост потребительского спроса оказало увеличение числа испытательных лабораторий региона, специализирующихся на проведении анализов образцов угля. Потребителями востребованы СО всех марок углей, т.к. образцы аттестованы на разные интервалы показателей и, таким образом, позволяют решать разные аналитические задачи.

В течение двух последних лет АО «ЗСИЦентр» были проведены следующие работы в рамках производства СО:

- 2017 г. – разработаны и утверждены ГСО 10893-2017, ГСО 10894-2017, ГСО 10895-2017, ГСО 10896-2017, стандартные образцы угля марок ГЖО, ОС, Г, Т;
- 2018 г. – разработан и утвержден ГСО 11039-2018, СО состава полиметаллической руды месторождения "Кварцевая сопка"; продлен срок действия ГСО 7460-98, СО состава золы каменного угля, а также расширена область его применения.

В данный момент АО «ЗСИЦентр» проводит разработку двух стандартных образцов углей (марки Ж, Д). Проводится аттестация методом межлабораторного эксперимента, в которой участвуют 28 лабораторий России и ближнего зарубежья.

На 2019 г. запланировано производство двух СО марок Д, Т с высоким содержанием массовой доли серы общей (0,7-1,0 %).

В ИЛ АО «ЗСИЦентр» постоянно ведется набор статистических данных по оценке стабильности материала и аттестованных характеристик действующих СО.

Таблица 1. Информация по ГСО состава пород, руд, угля и золошлаковых отходов, разработанных АО «ЗСИЦентр»

№ п/п	Наименование СО	Аттестованные показатели	Срок годности экземпляра
1	ГСО 7221-96 Нефелиновая порода (СО-4)	Al ₂ O ₃ , CaO, MgO, TiO ₂ , Na ₂ O, K ₂ O, P ₂ O ₅ , MnO	без ограничения
2	ГСО 7222-96 Доломит (СО-6)	SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , Fe ₂ O ₃ , CaO, MgO	без ограничения
3	ГСО 7223-96 Аргиллит (СО-11)	SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , Fe ₂ O ₃ , CaO, MgO, TiO ₂ , Na ₂ O, K ₂ O, P ₂ O ₅ , MnO	без ограничения

Окончание таблицы 1

№ п/п	Наименование СО	Аттестованные показатели	Срок годности экземпляра
4	ГСО 7224-96 Гранит (СО-12)	SiO ₂ , TiO ₂ , Al ₂ O ₃ , Fe ₂ O ₃ , MgO, Na ₂ O, K ₂ O, P ₂ O ₅ , MnO	без ограничения
5	ГСО 7460-98 Зола каменного угля (СО-1)	SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , Fe ₂ O ₃ , CaO, MgO, TiO ₂ , Na ₂ O, K ₂ O, P ₂ O ₅ , Mn ₃ O ₄ , Co, Cr, Ni, Pb	До 2038 г.
6	ГСО 8488-2003 Золото-серебряная руда (СО-24), СО КООМЕТ 0035-2005-RU	Au, Ag, Cu, Pb, Zn, Al ₂ O ₃ , TiO ₂ , MgO, K ₂ O	До 2023 г.
7	ГСО 11039 - 2018 (СО-45) Полиметаллическая руда месторождения "Кварцевая сопка"	Pb, Zn, Cu, BaO, As, Cd, Co, Ni, TiO ₂ , Al ₂ O ₃ , SiO ₂ , Fe ₂ O ₃ общ., S _{общ.} , MnO, CaO, MgO, Na ₂ O, K ₂ O, Au, Ag	До 2028 г.
8	ГСО 8515-2004 Железная руда (СО-20)	Fe ₂ O ₃ , FeO, SiO ₂ , TiO ₂ , Al ₂ O ₃ , MgO, MnO, CaO, Na ₂ O, K ₂ O, P ₂ O ₅ , S _{общ.} , Cu, Pb, Zn	До 2023 г.
9	ГСО 10230-2013 Кокс каменноугольный (СО-40)	A ^d (зольность), S _t ^d (сера общая), P ^d (фосфор), K ₂ O (оксид калия в золе), Na ₂ O (оксид натрия в золе)	До 2023 г.
10	ГСО 10893-2017 Уголь каменный марки ГЖО (СО-41)	A ^d (зольность), S _t ^d (сера общая), d _r ^d (действительная плотность)	До 2022 г.
11	ГСО 10894-2017 Уголь каменный марки ОС (СО-42)	A ^d (зольность), S _t ^d (сера общая), d _r ^d (действительная плотность), V ^d (выход летучих веществ)	До 2022 г.
12	ГСО 10895-2017 Уголь каменный марки Г (СО-43)	A ^d (зольность), S _t ^d (сера общая), d _r ^d (действительная плотность), P ^d (фосфор)	До 2022 г.
13	ГСО 10896-2017 Уголь каменный марки Т (СО-44)	A ^d (зольность), S _t ^d (сера общая), d _r ^d (действительная плотность), P ^d (фосфор), V ^d (выход летучих веществ)	До 2022 г.

ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ СПЕЦИАЛИЗИРОВАННОЙ ОРГАНИЗАЦИИ ГОСУДАРСТВЕННОЙ СЛУЖБЫ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ВНИИЦВЕТМЕТ

Ямщикова Л. Н., Матющенко Е. В.

Филиал Республиканского государственного предприятия на праве хозяйственного ведения «Национальный центр по комплексной переработке минерального сырья Республики Казахстан» Комитета промышленности Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан «Восточный научно-исследовательский горно-металлургический институт цветных металлов»

(Филиал РГП «НЦ КПМС РК» «ВНИИцветмет»), г. Усть-Каменогорск, Республика Казахстан
e-mail: vnii_stim@mail.ru

Ключевые слова: специализированная организация, стандартный образец состава, категория стандартного образца, реестр стандартных образцов, монолитный и дисперсный материал, контроль точности результата измерений, обеспечение единства измерений

В целях реализации Приказа № 2 от 08.01.2002 г. «О создании службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов» для осуществления работ, связанных с разработкой и внедрением стандартных образцов в Республике Казахстан, в реестре Государственной системы обеспечения единства измерений создан раздел «Специализированные организации Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов Республики Казахстан», в котором зарегистрирован институт ВНИИцветмет в качестве специализированной организации Государственной службы стандартных образцов (СО ГССО).

Созданию СО ГССО на базе ВНИИцветмета способствовало наличие в институте кадрового потенциала, производственных помещений, технологического оборудования, обеспечение нормативными документами, а также имеющийся многолетний, начиная с 70-х годов, опыт по разработке и производству стандартных образцов состава.

В структуру СО ГССО ВНИИцветмета входят следующие подразделения института:

- лаборатория стандартизации и метрологии;
- химико-аналитическая лаборатория;
- лаборатория спектрального анализа.

СО ГССО ВНИИцветмета в своей деятельности руководствуется [1], нормативными и правовыми документами, принятыми Межгосударственным комитетом по стандартизации, метрологии и сертификации, и нормативными документами в области обеспечения единства измерений [2, 3], а также Положением о СО ГССО ВНИИцветмета.

Научно-методическое руководство и координацию деятельности СО ГССО в части разработки, создания и применения стандартных образцов осуществляет Главный центр стандартных образцов в соответствии с требованиями [4].

Основные задачи, функции, права и обязанности СО ГССО ВНИИцветмета соответствуют требованиям [5].

Одной из основных задач ВНИИцветмета, как специализированной организации ГССО, является разработка стандартных образцов состава веществ и материалов и обеспечение ими предприятий горно-металлургического комплекса и научно-исследовательских организаций стран Ближнего и Дальнего Зарубежья, а также Испытательного Центра самого института.

По уровню признания и присвоения соответствующей категории изготавливаются стандартные образцы:

- межгосударственные (МСО);
- государственные (ГСО);

– предприятия (СОП).

С 2002 года, года создания СО ГССО ВНИИцветмета, произведено 11 типов стандартных образцов категории ГСО, из них 5 типов признаны в категории МСО и 3 типа внесены в реестр стандартных образцов СО КООМЕТ. Кроме того, в реестр стандартных образцов предприятия внесено 83 типа.

Всего, в настоящее время, перечень с действующими стандартными образцами института включает 24 типа ГСО и 52 типа СОП.

Для ознакомления приведена номенклатура разрабатываемых стандартных образцов:

- руды полиметаллические;
- продукты обогащения полиметаллических руд (концентраты, хвосты флотации и промпродукты);
- свинец металлический;
- цинк металлический;
- кадмий металлический;
- сплавы свинцово-сурьмянистые;
- сплавы цинковые;
- промпродукты металлургического производства (возгоны, кеки, пыли и т.д.).

Для ознакомления представлены несколько фотографий стандартных образцов состава монолитных и дисперсных материалов.



Рис. 1. Государственные стандартные образцы состава свинца марок С0-С3 (комплект № 1) KZ.03.01.00057-2007

Рис. 2. Государственные стандартные образцы состава кадмия металлического марок Кд0А-Кд1 (комплект) KZ.03.01.00001-2003 (МСО 0633:2004)



Рис. 3. Государственный стандартный образец состава пыли газоходов при производстве свинца и цинка KZ.03.01.00076-2008 (СО КООМЕТ 0062-2008-KZ)

Стандартные образцы изготовлены в виде монолитных экземпляров в форме стержней диаметром 10 мм и высотой 100 мм.

Стандартные образцы изготовлены в виде монолитных экземпляров цилиндрической формы диаметром 40 мм и высотой 25-30 мм.

Стандартный образец изготовлен в виде порошковой пробы.

Стандартные образцы состава необходимы для обеспечения единства измерений и контроля качества продукции, сырья и материалов в производстве. Предприятия-заказчики, заинтересованные в том, чтобы матрица материала стандартных образцов наибольшим образом была приближена к матрице контролируемых материалов, поставляют исходное сырье институту. С 2002 г. по 2018 г. исходное сырье было получено от предприятий Республики Казахстан, Российской Федерации и Кыргызстана.

Основными потребителями продукции являются ТОО «Казцинк» (Республика Казахстан), ТОО «Корпорация Казахмыс» (Республика Казахстан), ОАО «Электроцинк» (Российская Федерация), АО «Тульский патронный завод» (Российская Федерация), ООО «Камский кабель» (Российская Федерация), ООО «Харьковский аккумуляторный завод Владар» (Украина) и др., а также предприятия, приобретающие стандартные образцы через организации, оказывающие посреднические услуги.

Таким образом, обеспечивая достоверность результатов измерений и, как следствие, повышение качества выпускаемой продукции, стандартные образцы играют важную роль в повышении ее конкурентоспособности на мировом рынке.

ЛИТЕРАТУРА

1. Об обеспечении единства измерений: закон Республики Казахстан от 7 июня 2000 года № 53-ІІ // Казахстанская правда. – 2000. – 13 июня.
2. ГОСТ 8.315-97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения. Минск: ИПК Издательство стандартов, 1998. 20 с.
3. СТ РК 2.43-2002 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Разработка, утверждение и применение стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов предприятия. Астана: Госстандарт, 2003. 38 с.
4. СТ РК 2.17-2001 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Положение о Главном центре стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов Республики Казахстан». Астана: Госстандарт, 2001. 10 с.
5. СТ РК 2.292-2013 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Типовое положение о специализированных организациях Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов. Астана: Госстандарт, 2014. 9 с.

КАФЕДРА «МЕТРОЛОГИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ»

Рудницкая Е. В.

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

Кафедра «Метрология стандартных образцов» создана в 2017 г. на базе Федерального государственного унитарного предприятия «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» г. Екатеринбург (ФГУП «УНИИМ») как организации, подведомственной Федеральному агентству по техническому регулированию и метрологии и является базовой кафедрой Федерального государственного автономного образовательного учреждения дополнительного профессионального образования «Академия стандартизации, метрологии и сертификации (учебная)» г. Москва (ФГАОУ ДПО АСМС).

Основной целью кафедры является осуществление практико-ориентированного дополнительного профессионального образования специалистов в сфере технического регулирования и метрологии в области стандартных образцов, метрологического обеспечения количественного химического анализа, межлабораторных сличительных испытаний.

За кафедрой закреплены следующие основные программы повышения квалификации:

- «Разработка, испытания и применение стандартных образцов материалов (веществ)»;
- «Разработка, аттестация и валидация методик (методов) измерений»;
- «Методы организации внутрилабораторного контроля качества результатов анализа»;
- «Организация и проведение межлабораторных сличительных испытаний. Проверка квалификации лабораторий посредством МСИ, требования к провайдерам».

Выбор ФГУП «УНИИМ» как организации, на базе которой была создана кафедра, не случаен:

1. ФГУП «УНИИМ» является Научным методическим центром Государственной службы стандартных образцов (НМЦ ГССО) и осуществляет научное и методическое обеспечение в части решения основных задач ГССО, которыми являются разработка, внедрение стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов (СО), ведение банка (хранилища) СО, разработка нормативных документов по СО, а также ведение соответствующих разделов Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений.

2. ФГУП «УНИИМ» аккредитован в национальной системе аккредитации в области обеспечения единства измерений для выполнения работ и (или) оказания услуг по аттестации методик (методов) измерений и метрологической экспертизе (Аттестат аккредитации RA.RU.311866).

3. ФГУП «УНИИМ» осуществляет свою деятельность по организации проведения межлабораторных сличительных испытаний (МСИ) с 1999 г. в качестве координатора МСИ, признанного Росстандартом, и с 2016 г. в качестве провайдера МСИ, аккредитованного в национальной системе аккредитации (Аттестат аккредитации RA.RU 430158) с обширной областью аккредитации.

Таким образом, кафедра является учебно-методическим центром подготовки кадров в области стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов. Основным видом деятельности кафедры в этом направлении является повышение профессионального, интеллектуального и технического уровня знаний руководителей, специалистов,

индивидуальных предпринимателей в области метрологии, а также разработка новых учебных программ и методических пособий.

Обучение на кафедре проводят и консультируют руководители и ведущие специалисты ФГУП «УНИИМ», имеющие ученые степени и звания, многолетний практический опыт в области разработки, испытания и применения стандартных образцов, метрологического обеспечения аналитического контроля, разработки и аттестации методик измерений, организации и проведения межлабораторных сличительных испытаний и являющиеся разработчиками основополагающих нормативных документов в этих областях.

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ: НАУЧНО – ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ В ОБЛАСТИ РАЗРАБОТКИ И ПРИМЕНЕНИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

Тараева Н.С., Квеглис А.В.

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



«Стандартные образцы» - это Российский ежеквартальный рецензируемый научно-технический журнал, имеющий тематическую направленность. Журнал публикует результаты фундаментальных и прикладных исследований специалистов, работающих в области метрологии и аналитической химии, связанных с вопросами стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов.

Основная цель Журнала состоит в создании открытой площадки обмена научной и практической информацией имеющих отношения к:

- Разработке, производству, применению и сличению стандартных образцов;
- Современным методам анализа веществ и материалов (химические и физико-химические методы, атомная и молекулярная спектроскопия, хроматография, рентгеновская спектроскопия, масс-спектрометрия, ядерно-физические методы и др.);
- Измерительные возможности в области аналитической химии;
- Метрологическое обеспечение химического анализа.

Журнал принимает материалы передовых и оригинальных статей, 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.

Среднее время от получения статьи до первого решения в журнале составляет три дня.

Целевая аудитория журнала представлена научными сотрудниками и практиками, преподавателями вузов, аспирантами, лабораториями контроля качества, измерительными лабораториями, представителями бизнеса и всех интересующихся вопросами стандартных образцов.

Журнал предоставляет непосредственный открытый доступ к своему контенту, исходя из следующего принципа: свободный открытый доступ к результатам исследований способствует увеличению глобального обмена информацией. Для авторов (за исключением рекламных статей) и читателей публикация, архивация контента и получение полнотекстового доступа в электронном виде бесплатны (платиновая модель открытого доступа). Печатная версия журнала предоставляется по подписке.

Приглашаем ознакомиться с материалами журнала на сайте www.rmjournal.ru и рассмотреть возможность размещения Ваших материалов на страницах журнала «Стандартные образцы».

АЛФАВИТНЫЙ УКАЗАТЕЛЬ

В		Р	
Botha A.	с.11	Pennechi F. R.	с. 16
Bremser W.	с.13, с. 14	Pradel R.	с. 15
Н		Pratt K. W.	с. 18
Hibbert D. B.	с. 16	С	
К		da Silva R. J. N. B.	с.16
Kuselman I.	с. 16	У	
van de Kreeke J.	с. 15	van der Veen A.M.H.	с. 19
М		W	
Menzel W.	с. 13	Wunderli S.	с. 20
А		Засухин А. С.	с. 70
Агишева С.Т.	с. 22	Зеленкова А. В.	с. 72
Аронов П. М.	с. 24	Зыскин В. М.	с. 75, с. 109
Атанов А. Н.	с. 158	Зябликова И. Н.	с. 52, с. 65
Б		И	
Батулин А. С.	с. 27	Иванов А. В.	с. 52, с. 65
Белов А. В.	с. 31	Ильина Е. В.	с. 93
Богачева А. М.	с. 33	К	
Бондарев В. П.	с. 148	Казанцев В. В.	с. 78, с. 126, с. 147
Борисевич И. В.	с. 87	Казарцев Я. В.	с. 79
Борисова В. В.	с. 35	Квеглис А. В.	с. 198
Будко А. Г.	с. 38	Кис И. В.	с. 54
В		Кит А. Ю.	с. 113
Васильев А. С.	с. 78	Колобова А. В.	с. 81
Васильева И. Е.	с. 41, с. 185	Колячкина С. В.	с. 54
Васьковский В. О.	с. 44	Комаров А. А.	с. 54
Волегов А. С.	с. 44	Конопелько Л. А.	с. 81, с.84
Волегова Е. А.	с. 44	Корнилова О. Г.	с. 87
Волкова Р. А.	с. 87, с. 148, с. 174	Корчагина Е. Н.	с. 79
Г		Корюкова В. А.	с. 91
Галеев Р. Р.	с. 93	Котов М. В.	с. 157
Горбунов Р. А.	с. 161	Крашенинина М. П.	с. 93, с. 97, с. 129, с. 132
Горяева Л. И.	с. 46, с. 49	Кремлёва О. Н.	с. 22, с. 24, с. 100, с. 135
Грязских Н. Ю.	с. 52	Кривых М. А.	с. 87
Гуляева А. Ю.	с. 54	Кропанев А. Ю.	с. 102
Гуськова Е.А.	с. 105	Крылов А. И.	с. 38, с. 118
Д		Кубрина Е. Д.	с. 115
Демченко А. С.	с. 140	Кузнецова М. Ф.	с. 109
Демьянов А. А.	с. 56, с. 144	Кулябина Е.В.	с. 105
Добровольский В. И.	с. 58, с. 60	Кустиков Ю. А.	с. 84
Домбровская М. А.	с. 115	Кутвицкий В. А.	с. 35
Дрегла А. И.	с. 41	Л	
Е		Лебедева М. И.	с. 112, с. 113
Емельяненко И. А.	с. 62	Левин А. Е.	с. 161
Ермакова Я. И.	с. 52, с.65	Лисиенко Д. Г.	с. 115
З		Лисовский С. В.	с. 117
Забелина А. А.	с. 67		
Зак А. А.	с. 185		

М		
Максакова И. Б.	с. 118	
Максимова И. М.	с. 120	
Малыгин М. А.	с. 44	
Марчук А. Ю.	с. 120	
Маслова Т. И.	с. 44, с. 163	
Матвеева И. Н.	с. 122, с. 124	
Матющенко Е. В.	с. 193	
Медведевских М. Ю.	с. 93, с. 97, с. 126, с. 129, с. 132	
Медведевских С. В.	с. 126, с. 132, с. 135, с. 137	
Мелкова О. Н.	с. 105	
Меркулов В. А.	с. 148	
Мигаль П. В.	с. 70, с. 137	
Милюшкин А. Л.	с. 97	
Миронова Е. В.	с. 35	
Михеева А. Ю.	с. 38	
Мишина К. А.	с. 79	
Мовсесянц А. А.	с. 148	
Молодых С. Н.	с. 154	
Мошкова М. В.	с. 140	
Муравская Н. П.	с. 27	
Мустафина О. К.	с. 185	
Н		
Неклюдова А. А.	с. 56, с. 144	
Непомилуев А. М.	с. 147	
Никонова Н. А.	с. 129	
О		
Оганян Н. Г.	с. 58, с. 60	
Окрепилов М. В.	с. 84	
Олефир Ю. В.	с. 148	
Осинцева Е. В.	с. 151	
П		
Парфенова Е. Г.	с. 154	
Плеханов В. В.	с. 120	
Пономарева О. Б.	с. 157	
Приписнова В. А.	с. 158	
Прокопьева С. В.	с. 72	
Прокунин С. В.	с. 58, с. 60	
Пронин А. Н.	с. 84	
Р		
Рудницкая Е. В.	с. 196	
С		
Саканян Е. И.	с. 148	
Свистунов И. Н.	с. 161	
Семенов М. А.	с. 120	
Сергеева А. С.	с. 97, с. 126, с. 129	
Сердюков С. В.	с. 163	
Смирнов В. В.	с. 118	
Собина А. В.	с. 75, с. 109, с. 165, с. 187	
Собина Е. П.	с. 70, с. 91, с. 168	
Старовойтова О. В.	с. 120	
Стахеев А. А.	с. 60, с. 170	
Степанова О. В.	с. 120	
Степановских В. В.	с. 172	
Столбоушкина Т. П.	с. 170	
Ступакова Е. В.	с. 72	
Суслова В. В.	с. 22	
Т		
Табатчикова Т. Н.	с. 100	
Тадевосян Ю. А.	с. 120	
Тараева Н. С.	с. 198	
Тенишев В. П.	с. 62	
Толмачев В. В.	с. 67, с. 122, с. 124, с. 182	
Ф		
Фадейкина О. В.	с. 148, с. 174	
Фалкин Д. В.	с. 179	
Фатина О. В.	с. 81	
Фаткулина Э. К.	с. 46, с. 49	
Федоров С. Г.	с. 181	
Фирсанов В. А.	с. 137	
Ч		
Ченцова Ю. С.	с. 182	
Чухланцева Е. В.	с. 120	
Ш		
Шабанова Е. В.	с. 41, с. 185	
Шаталов И. С.	с. 97	
Шеховцов Д. А.	с. 79	
Шимолин А. Ю.	с. 109, с. 187	
Шипицын А. П.	с. 147	
Шобина А. Н.	с. 65	
Шушунова С. Н.	с. 191	
Щ		
Щукина Е. П.	с. 49	
Я		
Ямщикова Л. Н.	с. 193	

Тезисы докладов

III Международная
научная конференция

**СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ
В ИЗМЕРЕНИЯХ И ТЕХНОЛОГИЯХ**

Российская Федерация
Екатеринбург
11 -14 сентября 2018 г.

Доклады публикуются в авторском варианте,
без редактирования.

Ответственные за выпуск:
Тараева Н.С., Квеглис А.В., Дубинина Е.В.

Отпечатано в ООО «Копирайт»
620028, г.Екатеринбург, ул.Татищева,60. Тел.: 8 (343) 287-28-45
Подписано в печать 29.08.2018 г. Формат бумаги А4.
Бумага ВХИ 80 гр/м².
Тираж 300 шт.

ул. Красноармейская, 4, г. Екатеринбург, ГСП-824, 620075
ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

ISBN 978-5-9907104-3-6

