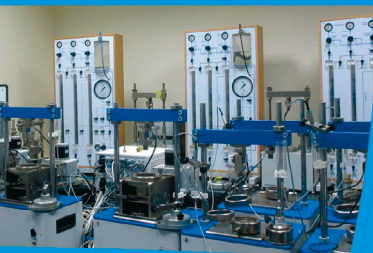
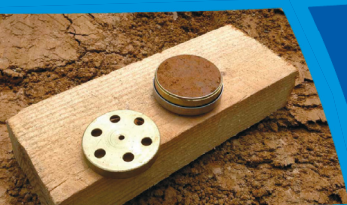


ISSN 2077-1177

# Стандартные образцы

Том  
Vol. **15**

№ 1  
2019



Reference  
Materials



# Том 15 № 1, 2019

## «СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ»

Ежеквартальный научно-технический журнал

Свидетельство о регистрации СМИ –  
ПИ № ФС77-2103 от 31 мая 2005 г.  
ISSN 2077-1177

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

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

РЕДАКЦИЯ:  
620075, г. Екатеринбург,  
ул. Красноармейская, 4  
Телефон, факс: + 7 (343) 350-72-42,  
350-60-68  
e-mail: taraeva@uniim.ru, uniim@uniim.ru  
www.rmjournal.ru

Издается с 2005 года.  
Периодичность издания – 4 раза в год.  
Подписной индекс в каталоге агентств  
«Пресса России» – 10263.

Журнал входит в Перечень российских  
рецензируемых научных журналов ВАК.

Подписано в печать 29.03.2019.  
Дата выхода в свет 05.06.2019.  
Формат 80×108 1/16. Печать офсетная.  
Бумага ВХИ. Усл. печ. л. 8,5.  
Тираж 200 экз. Заказ №90.

## ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ

### ■ ЭТАЛОНЫ

- Способ оценки неопределенности аттестованного значения  
многокомпонентного стандартного образца** ..... 5  
Мигаль П. В., Медведевских С. В., Фирсанов В. А.

- Эталонная база ФГУП «ВНИИМС» в области измерений количеств  
и свойств веществ – измерений в химии и биологии** ..... 15  
Кулябина Е. В., Вихрова С. В.

### ■ РАЗРАБОТКА, ПРОИЗВОДСТВО СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

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

### ■ ПРИМЕНЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

- Использование висмутсодержащих стекловидных образцов  
для определения переходных элементов люминесцентным методом** ..... 29  
Борисова В. В., Кутвицкий В. А., Миронова Е. В., Романова И. А., Останина О. И.

- Применение спектрометрии комбинационного рассеяния света  
с целью контроля качества лекарственных средств,  
находящихся в инъекционной форме** ..... 39  
Крашенинина М. П., Медведевских М. Ю., Галеева Е. В., Галеев Р. Р.

## ИНФОРМАЦИЯ. НОВОСТИ. СОБЫТИЯ

- Семинар IUPAC / CITAC «Качество результатов химических  
аналитических испытаний для оценки соответствия материала  
или объекта – что такое хорошо и что такое плохо?»** ..... 55

- Совещание специалистов организаций, назначенных  
федеральными органами исполнительной власти в структуру  
Государственной службы стандартных образцов** ..... 59

### ■ ВОПРОСЫ ВЕДЕНИЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО РЕЕСТРА УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

- Сведения о новых типах стандартных образцов** ..... 61  
Агишева С. Т.

- Сведения о стандартных образцах утвержденных типов,  
срок действия свидетельств которых продлен** ..... 88  
Агишева С. Т.

При цитировании ссылка на журнал «Стандартные образцы» обязательна.

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

# Vol. 15 № 1, 2019

## «REFERENCE MATERIALS»

Quarterly scientific and technical journal

Mass media registration certificate –  
PI No FSS77–2103 of 31 May 2005  
ISSN 2077–1177

### FOUNDER & PUBLISHER:

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

### PRINTING HOUSE:

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

### EDITORIAL OFFICE:

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

Published since 2005.

Publication frequency: quarterly.

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

Signed for printing: 29.03.2019.

Date of publication: 05.06.2019.

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

Royal paper. Conventional printed sheets 8,5.

Number of copies 200. Order No 90.

## ORIGINAL PAPERS

### ■ MEASUREMENT STANDARDS

**A method for estimating the certified value uncertainty  
of a multicomponent reference material** ..... 5

Pavel V. Migal, Sergei V. Medvedevskikh, Valery A. Firsanov

**VNIIMS standard base of in the field of measuring the amount  
and properties of substance – measurements in chemistry and biology** ..... 15

Elena V. Kulyabina, Svetlana V. Vikhrova

### ■ DEVELOPMENT AND PRODUCTION OF REFERENCE MATERIALS

**Developing a reference material set for the magnetic properties of NdFeB  
alloy-based hard magnetic materials** ..... 21

Ekaterina A. Volegova, Tatiana I. Maslova, Vladimir O. Vas'kovskiy, Aleksey S. Volegov

### ■ USE OF REFERENCE MATERIALS

**Bismuth-containing glassy reference materials for establishing  
the content of transition elements using luminescent-based methods** ..... 29

Valentina V. Borisova, Valentin A. Kutvitsky, Elena V. Mironova, Inna A. Romanova,  
Olga I. Ostanina

**Application of Raman spectroscopy in the quality control  
of injectable medicines** ..... 39

Maria P. Krasheninina, Maria Yu. Medvedevskikh, Ekaterina V. Galeeva, Roman R. Galeev

## INFO. NEWS. EVENTS

**IUPAC/CITAC Workshop «Quality of Chemical Analytical Test Results  
for Conformity Assessment of a Material or Object»** ..... 55

**Meeting of specialists of organizations designated by federal executive  
authorities in the structure of the Reference Material State Service** ..... 59

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

**Data on new Reference Materials Approved in 2018** ..... 61

Agisheva S. T.

**Data on Type Approved Reference Materials the Validity Period  
of which has been Extended** ..... 88

Agisheva S. T.

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

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

© «Reference Materials», 2019

## ГЛАВНЫЙ РЕДАКТОР

### Медведевских Сергей Викторович

канд. техн. наук, директор ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)  
г. Екатеринбург, Российская Федерация

## РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

### Окрепилов Михаил Владимирович

д. техн. наук, доцент, заместитель директора по качеству и образовательной деятельности, заведующий кафедрой «Теоретическая и прикладная метрология»  
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»  
г. Санкт-Петербург, Российская Федерация

### Собина Егор Павлович

канд. хим. наук, заместитель директора по инновациям ФГУП «УНИИМ», член-корреспондент Метрологической академии  
г. Екатеринбург, Российская Федерация

### Кремлева Ольга Николаевна

и. о. заведующего отделом Государственной службы стандартных образцов ФГУП «УНИИМ»  
г. Екатеринбург, Российская Федерация

## РЕДАКТОР

### Сергеева Анна Сергеевна

канд. хим. наук, научный сотрудник  
ФГУП «УНИИМ»  
г. Екатеринбург, Российская Федерация

## ОТВЕТСТВЕННЫЙ СЕКРЕТАРЬ

### Когновицкая Елена Андреевна

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

## ТЕХНИЧЕСКИЙ СЕКРЕТАРЬ

### Тараева Наталия Сергеевна

ФГУП «УНИИМ»  
г. Екатеринбург, Российская Федерация

## КОРРЕКТОР

### Бортникова А. В.

## ПЕРЕВОДЧИК

### Квеглис Анна Викторовна

ФГУП «УНИИМ»  
г. Екатеринбург, Российская Федерация

## ВЕРСТКА, ЦВЕТКОРРЕКЦИЯ

### Таскаев В. В.

## РЕДАКЦИОННЫЙ СОВЕТ:

### Атанов А. Н.

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

### Барановская В. Б.

д. хим. наук, ФГБУН «Института общей и неорганической химии им. Н. С. Курнакова РАН», г. Москва, РФ

### Васильева И. Е.

д. техн. наук, ФГБУН Институт геохимии им. А. П. Виноградова Сибирского отделения Российской академии наук, г. Иркутск, РФ

### Волкова Р. А.

д. биол. наук, ФГБУ «Научный центр экспертизы средств медицинского применения Росздравнадзора» Минздрава России, г. Москва, РФ

### Дидик Ю. И.

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии», г. Екатеринбург, РФ

### Донбаева В. А.

РГП «Казахстанский институт метрологии» (КазИнМетр), г. Алматы, Казахстан

### Добровинский И. Е.

канд. техн. наук, г. Екатеринбург, РФ

### Казанцев В. В.

канд. хим. наук, ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии», г. Екатеринбург, РФ

### Катков А. С.

д. техн. наук, ФГУП «Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

### Конопелько Л. А.

д. техн. наук, ФГУП «Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

### Крылов А. И.

д. хим. наук, ФГУП «Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

### Кулев Д. Х.

д. техн. наук, ГНУ ФГБНУ «Всероссийского научно-исследовательского института пищевых добавок» Россельхозакадемии, г. Санкт-Петербург, РФ

### Кусельман И. И.

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

### Литвинов Б. Я.

д. техн. наук, ФГУП «Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

### Осинцева Е. В.

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

### Панева В. И.

канд. техн. наук, г. Екатеринбург, РФ

### Потапов А. И.

д. техн. наук, ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургского горного университета», С. Петербург, РФ

### Походун А. И.

д. техн. наук, ФГУП «Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

### Слаев В. А.

д. техн. наук, ФГУП «Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

### Степановских В. В.

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

### Сясько В. А.

д. техн. наук, ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургского горного университета», г. Санкт-Петербург, РФ

### Чуновкина А. Г.

д. техн. наук, ФГУП «Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

## CHIEF EDITOR

### **Sergei V. Medvedevskikh**

Ph. D. (Eng.), Director of Ural Research Institute for Metrology (UNIIM)  
Ekaterinburg, Russian Federation

## DEPUTY CHIEF EDITOR

### **Mikhail V. Okrepilov**

D. Sc. (Eng.), Associate Professor, Deputy Director for Quality and Educational Activities, Head of the Theoretical and Applied Metrology Department, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM)  
Saint Petersburg, Russian Federation

### **Egor P. Sobina**

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

### **Olga N. Kremleva**

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

## EDITOR

### **Anna S. Sergeeva**

Cand. Sci. (Chem.), research associate UNIIM  
Ekaterinburg, Russian Federation

## EXECUTIVE SECRETARY

### **Elena A. Kognovitskaya**

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

## TECHNICAL SECRETARY

### **Natalia S. Taraeva**

UNIIM  
Ekaterinburg, Russian Federation

## PROOF-READER

### **Alena V. Bortnikova**

## TRANSLATOR

### **Anna V. Kveglis**

UNIIM  
Ekaterinburg, Russian Federation

## LAYOUT, COLOUR CORRECTION

### **Vladislav V. Taskaev**

## EDITORIAL BOARD

### **Alexander N. Atanov**

Ph. D. (Chem.), Center of Reference Materials and High-Purity Substances, Saint Petersburg, Russian Federation

### **Vasilisa B. Baranovskaja**

D. Sc. (Chem.), Kurnakov Institute of General and Inorganic Chemistry of the Russian Academy of Sciences (IGIC RAS), Moscow, Russian Federation

### **Anna G. Chunovkina**

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

### **Yuriy I. Didik**

UNIIM, Ekaterinburg, Russian Federation

### **Igor E. Dobrovinskiy**

Ph. D. (Eng.), Ekaterinburg, Russian Federation

### **Vera A. Donbaeva**

Kazakhstan Institute of Metrology, Almaty, Kazakhstan

### **Aleksandr S. Katkov**

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

### **Vyacheslav V. Kazantsev**

Ph. D. (Chem.), UNIIM, corresponding member of the Russian Academy of Metrology, Ekaterinburg, Russian Federation

### **Leonid A. Konopelko**

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

### **Anatoliy I. Krylov**

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

### **Dmitriy Kh. Kulev**

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

### **Ilya Kuselman**

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

### **Boris Ya. Litvinov**

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

### **Elena V. Osintseva**

Ph. D. (Chem.), «Yugra-PGS, Surgut, Russian Federation

### **Vera I. Paneva**

Ph. D. (Eng.), Ekaterinburg, Russian Federation

### **Anatoliy I. Pokhodun**

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

### **Anatoliy I. Potapov**

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

### **Valeriy A. Slayev**

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

### **Valeriy V. Stepanovskikh**

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

### **Vladimir A. Syasko**

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

### **Irina E. Vasileva**

D. Sc. (Eng.), A. P. Vinogradov Institute of Geochemistry SB RAS, Irkutsk, Russian Federation

### **Rauza A. Volkova**

D. Sc. (Biol.), the Centre for Expert Evaluation and Control of Medical Immuno-biological Preparations, «Scientific Centre for expert evaluation of Medical Products», Russian Ministry of Health, Moscow, Russian Federation

### СПОСОБ ОЦЕНКИ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ АТТЕСТОВАННОГО ЗНАЧЕНИЯ МНОГОКОМПОНЕНТНОГО СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА

© П. В. Мигаль, С. В. Медведевских, В. А. Фирсанов

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

Поступила в редакцию 25 ноября 2018 г., после доработки – 11 февраля 2019 г.  
Принята к публикации – 19 февраля 2019 г.

*В статье представлены результаты проведенного исследования стандартного образца многокомпонентного раствора. Предложен алгоритм оценки неопределенности содержания химического элемента в стандартном образце с учетом массы элемента в каждой составляющей смеси. Результаты, полученные расчетным способом по процедуре приготовления с использованием предложенного алгоритма, подтверждены методом Монте-Карло, а содержания элементов в смеси подтверждены результатами измерений методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой. Показана возможность применимости средневзвешенных оценок для характеристики стандартного образца многокомпонентного раствора.*

**Ключевые слова:** многокомпонентный стандартный образец, неопределённость, чистые вещества, прослеживаемость

---

#### Ссылка при цитировании:

Мигаль П. В., Медведевских С. В., Фирсанов В. А. Способ оценки неопределенности аттестованного значения многокомпонентного стандартного образца // Стандартные образцы. 2019. Т. 15. № 1. С. 5–13. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-1-5-13.

#### For citation:

Migal P. V., Medvedevskikh S. V., Firsanov V. A. A method for estimating the certified value uncertainty of a multicomponent reference material. 2019; 15 (1): 5–13. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-1-5-13 (In Russ.).

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



# A METHOD FOR ESTIMATING THE CERTIFIED VALUE UNCERTAINTY OF A MULTICOMPONENT REFERENCE MATERIAL

© Pavel V. Migal, Sergei V. Medvedevskikh, Valery A. Firsanov

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

Received – 25 November, 2018. Revised – 11 February, 2019.

Accepted for publication – 19 February, 2019.

*This paper presents the results of a series of studies aimed at investigating the reference material (RM) of a multicomponent solution. An algorithm for estimating the uncertainty induced by the chemical element content in the RM is proposed taking into account the mass of the measurand in each component of the mixture. The results calculated according to the preparation procedure using the proposed algorithm were confirmed by the Monte Carlo method, while the elemental content in the mixture was confirmed via inductively coupled plasma optical emission spectroscopy. The applicability of weighted mean estimates for characterizing an RM of a multicomponent solution is shown.*

**Keywords:** multicomponent reference material, uncertainty, pure substances, traceability

## Используемые в статье сокращения:

CO – стандартный образец  
GUM – руководство по выражению неопределенности результатов измерений  
ICP MS – масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой  
CGHE – метод восстановительного плавления  
MMC – метод Монте-Карло  
ICP OES – атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой

## Abbreviations used in the article:

RM – reference material  
GUM – guide to the expression of uncertainty in measurement  
ICP MS – inductively coupled plasma mass spectrometry  
CGHE – carrier gas hot extraction  
MMC – Monte Carlo method  
ICP OES – inductively coupled plasma optical emission spectrometry

## Введение

Известно, что стандартные образцы (CO) выполняют роль эталонов в химии. CO растворов химических элементов получили широкое применение в современном количественном химическом анализе при построении калибровочных зависимостей выходных сигналов, например, спектральных средств измерений, от содержания определяемых компонентов. Удобство применения многоэлементных стандартных растворов характеризуется универсальностью современных инструментальных методов анализа, которая позволяет проводить калибровку средств измерений для одновременного определения нескольких элементов по одному или нескольким сигналам.

## Обзор литературы

Уральским институтом метрологии за последние 8 лет был накоплен банк чистых веществ, который

насчитывает более 70 соединений 55 индивидуальных элементов. Эти вещества являются кандидатами в эталоны сравнения [1] и становятся таковыми после полной оценки чистоты. Такие эталоны сравнения в международной практике называются *primary reference material* [2], *primary calibration substances (materials)* [3], *primary standards for elemental determination* [4] и т. п. В работе [5] показано что высокочистые материалы могут выступать в качестве материальной реализации единицы моля в Международной системе единиц величин (SI), а их гравиметрически приготовленные растворы являются первичными калибровочными растворами и могут применяться в множестве методов количественного химического анализа. Имея достаточно большую коллекцию чистых веществ разумно использовать их растворы (*primary calibration solution* по [5]) для



характеризации СО растворов элементов (*secondary calibration solution* по [5]) методом высокоэффективной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой ввиду высокой прецизионности [6]. При этом с учетом того, что относительная расширенная неопределенность массовой доли основного компонента в растворе эталона сравнения будет порядка 0,05 %, относительная расширенная неопределенность массовой доли этого компонента в СО будет порядка (0,1–0,5)% в зависимости от его стабильности или назначенного срока годности. Таким образом, может быть реализована схема обеспечения прослеживаемости СО моноэлементных растворов.

Что касается производства СО многоэлементного раствора, то очевидно, что самым простым способом является смешение моноэлементных растворов с известным содержанием аналита. Для оценки неопределенности от приготовления смеси предложен подход, изложенный в ISO Guide 35:2017, основанный на применении средневзвешенных оценок [7, 9.3.4], где содержание компонента в смеси определяется по формулам:

$$\bar{x}_i = \sum_{j=1}^N w_j \cdot x_{ij}, \quad (1)$$

$$w_j = m_j / \sum_{j=1}^N m_j, \quad (2)$$

где  $\bar{x}_i$  – средневзвешенная оценка содержания  $i$ -го компонента в смеси;  $x_{ij}$  – содержание  $i$ -го компонента в  $j$ -й составляющей смеси;  $w_j$  – весовые коэффициенты;  $m_j$  – масса  $j$ -ой составляющей смеси.

ISO Guide 35:2017 также предлагает формулу для оценки стандартной неопределенности от характеристики по процедуре гравиметрического приготовления бинарной смеси [7, (13)], для случая  $N=2$ .

Однако в рамках методологии GUM [8] в работе [9] показано, что квадрат суммарной стандартной неопределенности выходной величины  $x_j$  можно представить для произвольного количества компонентов ( $N < \infty$ ) в общем виде

$$u_{\bar{x}_i}^2 = \sum_{j=1}^N \left[ m_j^2 \cdot u_{x_{ij}}^2 + (x_{ij} - \bar{x}_i)^2 \cdot u_{m_j}^2 \right] / \left( \sum_{j=1}^N m_j \right)^2, \quad (3)$$

где  $u_{x_{ij}}$  – стандартная неопределенность содержания  $i$ -го компонента в  $j$ -ой составляющей смеси;  $u_{m_j}$  – стандартная неопределенность измерений массы  $j$ -й составляющей смеси.

## Материалы и методы

Для опробования предложенного подхода был приготовлен мультиэлементный СО, который представляет собой смесь растворов химических элементов (V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Cd) в матрице 5 % азотной кислоты (*blank*). Моноэлементные растворы приготовлены из чистых металлов гравиметрически с учетом поправки на выталкивающую силу воздуха при взвешивании навески металла и конечного раствора. Для приготовления растворов использовали тару из полиэтилена высокого давления, очищенные путем некипящей дистилляции азотную и плавиковую кислоты и деионизованную воду. Массовую долю основного компонента в исходном материале определяли по схеме «100 % минус сумма примесей» с использованием результатов измерений методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ICP MS, PerkinElmer Inc. NexION 300D) и для определения газообразующих примесей (N, O, H) методом восстановительного плавления (CGHE, Eltra GmbH ELEMENTRAC ONH-p). Оценка этого значения и связанной неопределенности рассчитывали по формулам:

$$w = 100 - \sum_{i=1}^n z_i - \sum_{j=1}^r \frac{y_j}{2}, \quad (4)$$

$$U(w) = 2 \cdot u_c(w) = 2 \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^n u(z_i)^2 + \sum_{j=1}^r u(y_j)^2}, \quad (5)$$

где  $u_c(w)$  – суммарная стандартная неопределенность содержания основного компонента в исходном материале;  $z_i$  – массовая доля  $i$ -й обнаруженной примеси;  $n$  – количество обнаруженных примесей;  $y_j$  – предел обнаружения установленный для  $j$ -й примеси по  $3\sigma$  критерию;  $r$  – количество пределов обнаружения;  $u(z_i)$  – стандартная неопределенность измерений  $j$ -й примеси;  $u(y_j) = y_j / 2 / \sqrt{3}$  – стандартная неопределенность установления предела обнаружения  $j$ -й примеси.

При  $n + r = 91$  достигается наиболее полная оценка чистоты при характеристике эталона сравнения.

Массовые доли целевых примесных компонентов в каждом растворе определяли так же с помощью ICP MS, а массовую долю основного компонента по формуле:

$$x = K_{stab} \cdot K_{homo} \cdot K_{evap} \cdot \left( w_0 + \frac{m_n \cdot w \cdot \left( \frac{\rho_a}{\rho_r} - 1 \right)}{m_r \cdot \left( \frac{\rho_a}{\rho_n} - 1 \right)} \right), \quad (6)$$

где  $K_{stab}$ ,  $K_{homo}$ ,  $K_{evap}$  – коэффициенты, связанные с временной стабильностью, с однородностью и с возможным испарением раствора в процессе приготовления соответственно (в расчетах принимаются равными 1, а их неопределенности устанавливаются экспериментально);  $w_0$  – массовая доля основного компонента в бланке (в примере ниже величина принята равной 0 с неопределенностью в виде предела обнаружения);  $m_n$  – масса навески исходного материала (чистого металла);  $m_r$  – масса раствора;  $w$  – массовая доля основного компонента в исходном материале;  $\rho_a$ ,  $\rho_r$ ,  $\rho_n$  – плотности воздуха, раствора и исходного материала соответственно.

Характерный бюджет неопределенности содержания аналита в таком растворе представлен в табл. 1, где видно, что относительная расширенная неопределенность массовой доли элемента в таком растворе не превышает значения 0,05 %.

Исходные данные при приготовлении смеси представлены в табл. 2.

Для оценки неопределенности массовой доли целевых компонентов в смеси по формуле (3) стандартная неопределенность измерений массы принята 0,0005 г

и использованы оценки стандартных неопределенностей массовых долей компонентов, приведенные в табл. 3. Значения стандартных неопределенностей массовых долей основных компонентов в каждом из растворов приняты равными 0,1 %, так как в подобных задачах планируется использовать не растворы эталонов сравнения, а так называемый *secondary calibration solution*.

### Результаты исследования

Для валидации предложенного подхода произведено моделирование методом Монте-Карло (ММС) [10]  $1 \cdot 10^6$  значений содержания каждого элемента с нормальным распределением входных величин со стандартным отклонением, численно равным их суммарной стандартной неопределенности. Выходная величина имеет распределение, близкое к нормальному, с коэффициентом охвата около 1,96 в зависимости от входных данных (рис. 1).

Результаты расчетов по формулам (1)–(3), усредненные данные полученных ММС и относительные отклонения этих оценок представлены в табл. 4.

Сравнение показало совместимость полученных оценок и, следовательно, корректность средневзвешенных

Таблица 1. Бюджет неопределенности приготовления раствора эталона сравнения

Table 1. Uncertainty budget of the primary calibration solution preparation

| Источник                                                |             | Значение | u                   | Единица величины  | c                                                       | u-c                 | u-c, % |
|---------------------------------------------------------|-------------|----------|---------------------|-------------------|---------------------------------------------------------|---------------------|--------|
| Описание                                                | Обозначение |          |                     |                   |                                                         |                     |        |
| Массовая доля основного компонента в исходном материале | $w$         | 999,940  | 0,060               | мг/г              | $1,0 \cdot 10^{-3}$                                     | $6,0 \cdot 10^{-5}$ | 12,7   |
| Масса навески                                           | $m_n$       | 1,0019   | 0,0002              | г                 | 1,0                                                     | $2,0 \cdot 10^{-4}$ | 42,1   |
| Масса раствора                                          | $m_r$       | 1000,901 | 0,002               | г                 | $-1,0 \cdot 10^{-3}$                                    | $1,5 \cdot 10^{-6}$ | 0,3    |
| Плотность воздуха                                       | $\rho_a$    | 1,1336   | 0,0079              | кг/м <sup>3</sup> | $-8,7 \cdot 10^{-4}$                                    | $6,9 \cdot 10^{-6}$ | 1,5    |
| Плотность исходного материала                           | $\rho_n$    | 8920     | 500                 | кг/м <sup>3</sup> | $-1,4 \cdot 10^{-8}$                                    | $7,1 \cdot 10^{-6}$ | 1,5    |
| Плотность раствора                                      | $\rho_r$    | 1017     | 5                   | кг/м <sup>3</sup> | $1,1 \cdot 10^{-6}$                                     | $5,5 \cdot 10^{-6}$ | 1,2    |
| Массовая доля компонента в бланке                       | $w_0$       | 0        | $5,0 \cdot 10^{-5}$ | мг/г              | 1,0                                                     | $5,0 \cdot 10^{-5}$ | 10,5   |
| Возможная неоднородность раствора                       | $K_{homo}$  | 1        | $1,0 \cdot 10^{-5}$ | мг/г              | 1,0                                                     | $1,0 \cdot 10^{-5}$ | 2,1    |
| Стабильность раствора*                                  | $K_{stab}$  | 1        | $3,3 \cdot 10^{-5}$ | мг/г              | 1,0                                                     | $3,3 \cdot 10^{-5}$ | 7,0    |
| Возможное испарение раствора                            | $K_{evap}$  | 1        | $1,0 \cdot 10^{-4}$ | мг/г              | 1,0                                                     | $1,0 \cdot 10^{-4}$ | 21,1   |
| Массовая доля в растворе                                | $x$         | 0,99995  |                     | мг/г              | *по потере массы в бутылках Nalgene 125 PEHD за 1 месяц |                     |        |
| Суммарная стандартная неопределенность                  | $u$         | 0,00024  |                     | мг/г              |                                                         |                     |        |
| Расширенная неопределенность (k=2, P=0.95)              | $U$         | 0,00048  |                     | мг/г              |                                                         |                     |        |

Таблица 2. Данные при приготовлении смеси  
Table 2. The data of the mixture preparation

| Массовая доля в растворе, мг/кг |                           |             |             |            |             |             |             |             |             |         |
|---------------------------------|---------------------------|-------------|-------------|------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|---------|
| Элемент                         | раствор эталона сравнения |             |             |            |             |             |             |             |             | Blank   |
|                                 | V                         | Cr          | Mn          | Fe         | Co          | Ni          | Cu          | Zn          | Cd          |         |
| V                               | <b>1001</b>               | 0,071       | 0,070       | 0,070      | 0,070       | 0,070       | 0,070       | 0,070       | 0,070       | 0,070   |
| Cr                              | 0,14                      | <b>1000</b> | 0,13        | 0,094      | 0,09        | 0,09        | 0,09        | 0,09        | 0,09        | 0,090   |
| Mn                              | 0,045                     | 0,045       | <b>1000</b> | 0,057      | 0,046       | 0,045       | 0,045       | 0,05        | 0,045       | 0,045   |
| Fe                              | 0,112                     | 0,111       | 0,167       | <b>999</b> | 0,108       | 0,218       | 0,102       | 0,30        | 0,102       | 0,102   |
| Co                              | 0,021                     | 0,021       | 0,0230      | 0,031      | <b>1000</b> | 0,024       | 0,021       | 0,021       | 0,021       | 0,021   |
| Ni                              | 0,135                     | 0,1360      | 0,1370      | 0,141      | 0,175       | <b>1000</b> | 0,135       | 0,138       | 0,135       | 0,135   |
| Cu                              | 0,062                     | 0,062       | 0,211       | 0,0631     | 0,066       | 0,062       | <b>1001</b> | 0,046       | 0,0010      | 0,062   |
| Zn                              | 0,005                     | 0,0020      | 0,109       | 0,035      | 0,0010      | 0,005       | 0,004       | <b>1000</b> | 0,1120      | 0,111   |
| Cd                              | 0,019                     | 0,019       | 0,019       | 0,019      | 0,019       | 0,019       | 0,019       | 0,199       | <b>1000</b> | 0,019   |
| Масса раствора, г               | 9,9894                    | 9,9998      | 10,0000     | 10,0011    | 10,0014     | 9,9938      | 9,9898      | 10,0004     | 10,0006     | 10,0754 |

Таблица 3. Сведения о неопределенности исходных данных  
Table 3. Background uncertainty information

| Суммарная стандартная неопределенность массовой доли в растворе, мг/кг |                           |         |         |         |         |         |         |         |         |       |
|------------------------------------------------------------------------|---------------------------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|-------|
| Элемент                                                                | раствор эталона сравнения |         |         |         |         |         |         |         |         | Blank |
|                                                                        | V                         | Cr      | Mn      | Fe      | Co      | Ni      | Cu      | Zn      | Cd      |       |
| V                                                                      | 1                         | 0,000   | 0,006   | 0,006   | 0,006   | 0,006   | 0,006   | 0,006   | 0,006   | 0,006 |
| Cr                                                                     | 0,01                      | 1       | 0,016   | 0,028   | 0,0045  | 0,0045  | 0,0045  | 0,0045  | 0,0045  | 0,005 |
| Mn                                                                     | 0,0036                    | 0,0036  | 1       | 0,011   | 0,0092  | 0,0036  | 0,0036  | 0,009   | 0,0036  | 0,004 |
| Fe                                                                     | 0,0056                    | 0,00555 | 0,008   | 1       | 0,016   | 0,013   | 0,0051  | 0,01    | 0,0051  | 0,005 |
| Co                                                                     | 0,00168                   | 0,00168 | 0,0046  | 0,005   | 1       | 0,004   | 0,00168 | 0,00168 | 0,00168 | 0,002 |
| Ni                                                                     | 0,00675                   | 0,0082  | 0,00685 | 0,00703 | 0,00875 | 1       | 0,00675 | 0,0069  | 0,00675 | 0,007 |
| Cu                                                                     | 0,00496                   | 0,00496 | 0,013   | 0,0050  | 0,006   | 0,00496 | 1       | 0,008   | 0,0002  | 0,005 |
| Zn                                                                     | 0,00555                   | 0,0003  | 0,007   | 0,010   | 0,0003  | 0,00555 | 0,00555 | 1       | 0,0067  | 0,006 |
| Cd                                                                     | 0,00152                   | 0,00152 | 0,00152 | 0,00152 | 0,00152 | 0,00152 | 0,00152 | 0,016   | 1       | 0,002 |

шенных значений содержания компонентов в смеси и расчетов их стандартной неопределенности по (1)–(3). Вместе с тем показано, что наиболее существенным вкладом в неопределенность аттестованных значений является неопределенность массовых долей аттесту-

емых компонентов в их исходных растворах (относительный вклад более 90 %), которая отличается композицией составляющих гравиметрического приготовления растворов из чистых веществ, охарактеризованных по схеме «100 % минус сумма примесей», стабильно-

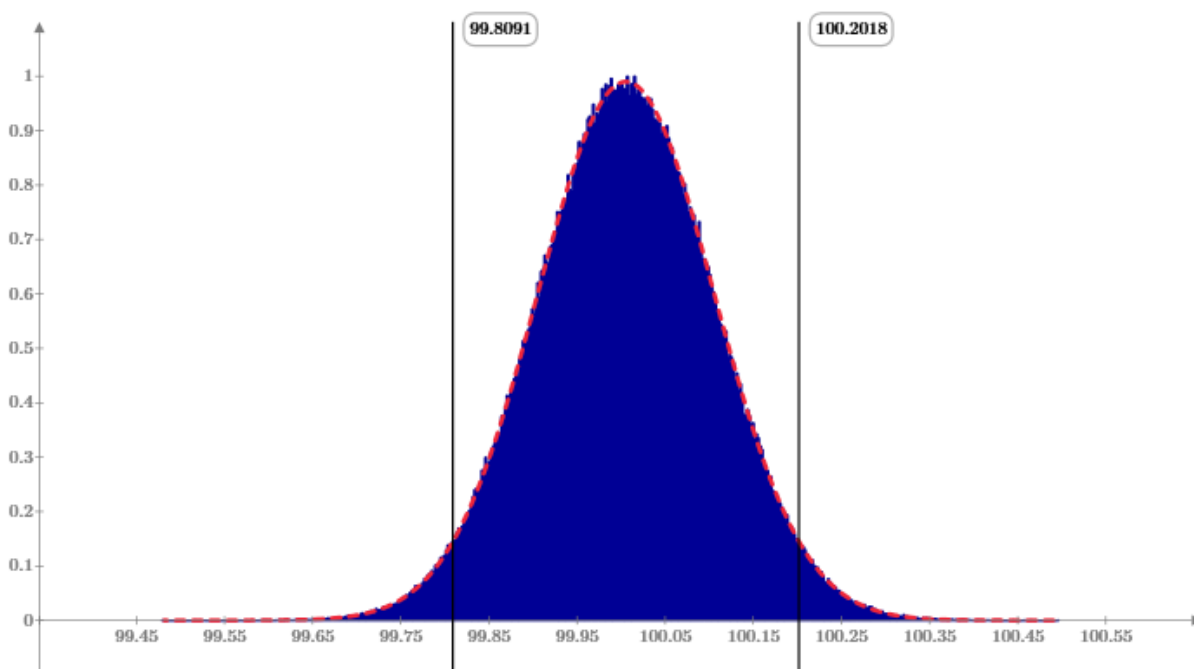


Рис. 1. Распределение выходной величины при моделировании MMC

Fig. 1. The distribution of the output value in the MMC simulation

Таблица 4. Результаты обработки

Table 4. Processing results

| Элемент | Оценка по (1)–(3) |          | Оценка MMC |          | Относительные отклонения результатов |                |
|---------|-------------------|----------|------------|----------|--------------------------------------|----------------|
|         | W, ppm            | U, ppm   | W, ppm     | U, ppm   | $\delta W, \%$                       | $\delta U, \%$ |
| V       | 100,005455        | 0,199945 | 100,005542 | 0,200302 | -0,000087                            | -0,178031      |
| Cr      | 100,036930        | 0,200243 | 100,036775 | 0,200779 | 0,000155                             | -0,266564      |
| Mn      | 99,990203         | 0,200158 | 99,990100  | 0,200806 | 0,000103                             | -0,322879      |
| Fe      | 99,991478         | 0,200215 | 99,991529  | 0,200642 | -0,000051                            | -0,212705      |
| Co      | 99,982404         | 0,200156 | 99,982267  | 0,200768 | 0,000137                             | -0,304828      |
| Ni      | 100,013154        | 0,200045 | 100,013079 | 0,200742 | 0,000075                             | -0,347546      |
| Cu      | 100,009858        | 0,199957 | 100,009841 | 0,200462 | 0,000017                             | -0,252042      |
| Zn      | 99,990878         | 0,200162 | 99,990814  | 0,200751 | 0,000064                             | -0,293814      |
| Cd      | 99,989536         | 0,200161 | 99,989526  | 0,200515 | 0,000009                             | -0,176464      |

стью этих растворов и результатов компаративных измерений методом высокочувствительной атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (ICP OES, PerkinElmer Inc. OPTIMA 7300DV).

Тогда, если масса компонентов смеси определяется достаточно точно, во избежание потери точности конечных результатов, сумма примесей целевого элемента

в компонентах смеси не должна значительно превышать значения стандартной неопределенности содержания целевого компонента в его основном растворе. При этом точность определения примесного состава является не существенной. В обратном случае, когда невозможно добиться минимального накопления примесей целевого компонента, необходимо чтобы неопределен-

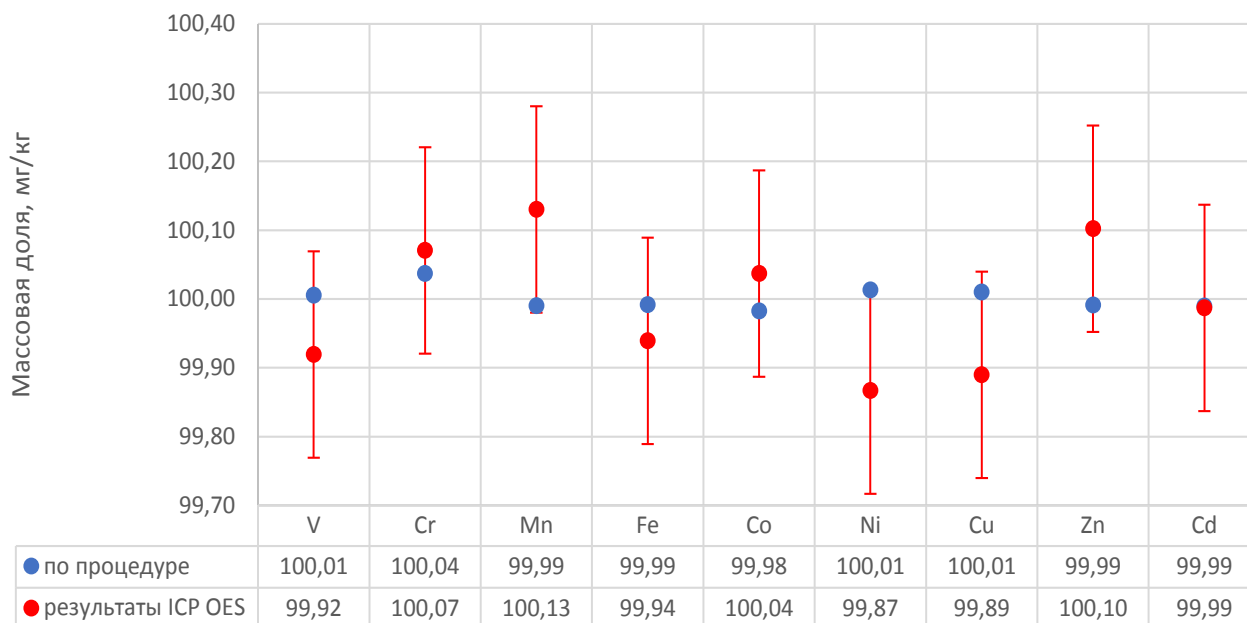


Рис. 2. Сравнение расчетных данных и результатов ICP OES

Fig. 2. Comparison of calculated data and ICP OES results

ность суммарного содержания примесей не превышала 1/2 значения стандартной неопределенности содержания целевого компонента в его основном растворе.

Оценки содержания компонентов, полученные по процедуре приготовления, подтверждены измерениями этих величин методом ICP OES ( $x_i$ ,  $L=2$ ).

### Обсуждение и заключения

Стоит отметить, что остается открытым вопрос, что же считать аттестованным значением стандартного образца: результаты полученные по процедуре приготовления; результаты измерений методом ICP OES; их среднее или средневзвешенное значение.

Бытует мнение, что неопределенность аттестованного значения СО не может быть лучше, чем неопределенность измерений этой величины, которую может продемонстрировать производитель этого СО. Авторы считают не вполне оправданной такую позицию, когда расчетные данные в конечном итоге не участвуют в расчетах, а используются только результаты непосредственных измерений, так как всякое дополнительное знание об измеряемой (аттестуемой) величине должно приближать нас к все более и более надежным оценкам и пренебрежение такой информацией кажется слишком расточительным.

Наверняка 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  $x_r$ , как составляющую неопределенности аттестованного значения СО от характеристики:

$$x_r = \sum_{l=1}^L \frac{x_l}{u_l^2} / \sum_{l=1}^L \frac{1}{u_l^2}, \quad (7)$$

$$u_{x_r}^2 = 1 / \sum_{l=1}^L \frac{1}{u_l^2}. \quad (8)$$

Этот подход в целом похож на тот, который используют при характеристике моноэлементных СО [11, 12], где аттестованное значение получено как среднее взвешенное результатов гравиметрического приготовления раствора из высокочистого соединения с установленным содержанием основного компонента и результатов анализа методом ICP OES с калибровкой по четырем независимо приготовленным «первичным стандартам» (в оригинале: *four primary standards*) из высокочистого соединения с установленным содержанием основного компонента.

### Благодарности

Выражаем благодарность Табатчиковой Татьяне Николаевне, ведущему инженеру ФГУП «УНИИМ», за предоставленные результаты измерений методом ICP MS.

**Вклад соавторов**

Мигаль П. В.: определение замысла и методологии статьи, анализ данных, сбор литературных данных, получение экспериментальных данных, подготовка первоначального варианта текста статьи, компьютерная работа с текстом.

Медведевских С. В.: концепция и инициация исследования, методическая поддержка, критический анализ и доработка текста.

Фирсанов В. А.: методическая и математическая поддержка работ, описанных в статье.

**Конфликт интересов**

Один из авторов статьи является членом редакционной коллегии.

*Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.*

**ЛИТЕРАТУРА**

1. База данных «Эталоны сравнения в виде высокочистых веществ»: Уральский научно-исследовательский институт метрологии [сайт]. URL: [https://uniim.ru/db\\_etalons\\_ref/](https://uniim.ru/db_etalons_ref/)
2. Медведевских С. В., Собина Е. П., Мигаль П. В., Горяева Л. И., Горбунова Е. М., Табатчикова Т. Н., Собина А. В., Фирсанов В. А., Медведевских М. Ю., Крашенинина М. П. К вопросу о применении чистых неорганических веществ в метрологии аналитических измерений // Стандартные образцы. 2014. № 3. С. 58–67.
3. Matschat R., Czerwensky M., Pattberg S., Heinrich H. J., Tutschku S. High Purity Metals as Primary Calibration Materials for Elemental Analysis-Their Importance and Their Certification // Materials transactions, 2002, vol. 43, Issue 2, pp. 90–97.
4. Kipphardt H., Matschat R., Vogl J., Gusarova T., Czerwensky M., Heinrich H. J., Hioki A., Konopelko L. A., Methven B., Miura T. et al. Purity determination as needed for the Realization of primary standards for elemental determination – status of international comparability // Accreditation and Quality Assurance, July 2010, no. 15, pp. 29–37.
5. Vogl J. et al. Establishing comparability and compatibility in the purity assessment of high purity zinc as demonstrated by the CCQM-P149 intercomparison// Metrologia, 2018. No 55, pp. 211–221.
6. Salit M. L., Turk G. C., Lindstrom A. P., Butler T. A., Beck II C. M., and Norman B. Single-Element Solution Comparisons with a High-Performance Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometric Method // Anal. Chem., 2001, no. 73, pp. 4821–4829.
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.
9. Медведевских С. В., Фирсанов В. А. Определение интегрального содержания компонентов в веществах промышленных объемов при контроле, учете и мониторинге производства, образования отходов, выбросов и сбросов // Измерительная техника. 2018. № 2. С. 66–72.

**REFERENCES**

1. Database «Reference standards in the form of high-purity substances». Ural Research Institute for Metrology, Ekaterinburg. [https://uniim.ru/db\\_etalons\\_ref/](https://uniim.ru/db_etalons_ref/).
2. Medvedevskikh S. V., Sobina E. P., Migal P. V., Goryaeva L. I., Gorbunova E. M., Tabatchikova T. N., Sobina A. V., Firsanov V. A., Medvedevskikh M. Yu., Krasheninina M. P. On the use of pure inorganic substances in metrology of analytical measurements. Reference materials. 2014;3:58–67 (In Russ).
3. Matschat R., Czerwensky M., Pattberg S., Heinrich H. J., Tutschku S. High purity metals as primary calibration materials for elemental analysis – their importance and their certification. Materials transactions. 2002;43(2):90–97. Doi:10.2320/matertrans.43.90.
4. Kipphardt H., Matschat R., Vogl J., Gusarova T., Czerwensky M., Heinrich H. J., Hioki A., Konopelko L. A., Methven B., Miura T. et al. Purity determination as needed for the realization of primary standards for elemental determination – status of international comparability. Accreditation and Quality Assurance. 2010;15(1):29–37. Doi:10.1007/s00769-009-0557-0.
5. Vogl J. et al. Establishing comparability and compatibility in the purity assessment of high purity zinc as demonstrated by the CCQM-P149 intercomparison. Metrologia 2018;55:211–221. Doi:10.1088/1681-7575/aaa677.
6. Salit M. L., Turk G. C., Lindstrom A. P., Butler T. A., Beck II C. M., Norman B. Single-element solution comparisons with a high-performance inductively coupled plasma optical emission spectrometric method. Anal. Chem. 2001;73:4821–4829. Doi:10.1021/ac0155097.
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.
9. Medvedevskikh S. V., Firsanov V. A. Determination of the integral content of the components of substances in the control, recording, and monitoring of production and generation of waste products in industrial quantities. Measurement Techniques 2018;61:182–191. Doi:10.1007/s11018-018-1407-4.

10. 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.

11. Standard reference materials. Spectrometry, Single Element Standard Solutions: NIST [сайт]. URL: <https://www.nist.gov/srmors/viewTable.cfm?tableid=39>

12. NIST Special Publication 260–136: NIST [сайт]. URL: <https://www.nist.gov/sites/default/files/documents/srm/SP260–136.PDF>

10. 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.

11. Standard reference materials. Spectrometry, Single Element Standard Solutions: NIST. <https://www.nist.gov/srmors/viewTable.cfm?tableid=39>

12. NIST Special Publication 2000:260–136. <https://www.nist.gov/sites/default/files/documents/srm/SP260–136.PDF>

#### ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

**Мигаль Павел Вячеславович** – заместитель заведующего лабораторией метрологического обеспечения наноиндустрии, спектральных методов анализа и стандартных образцов ФГУП «УНИИМ». Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4  
e-mail: [mig@uniim.ru](mailto:mig@uniim.ru).

**Медведевских Сергей Викторович** – канд. техн. наук, директор ФГУП «УНИИМ». Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4  
e-mail: [lab241@uniim.ru](mailto:lab241@uniim.ru)  
ORCID iD 0000-0003-3084-1612

**Фирсанов Валерий Александрович** – ведущий инженер ФГУП «УНИИМ». Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4  
e-mail: [firsanovva@uniim.ru](mailto:firsanovva@uniim.ru)

#### INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

**Pavel V. Migal** – deputy Head of the Laboratory 251 UNIIM. 4 Krasnoarmeyskaya st., Ekaterinburg, 620075, Russian Federation  
e-mail: [mig@uniim.ru](mailto:mig@uniim.ru)

**Sergei V. Medvedevskikh** – Ph. D. (Engineering), Director of UNIIM. 4 Krasnoarmeyskaya st., Ekaterinburg, 620075, Russian Federation  
e-mail: [msv@uniim.ru](mailto:msv@uniim.ru)  
ORCID iD 0000-0003-3084-1612

**Valery A. Firsanov** – leading engineer of UNIIM. 4 Krasnoarmeyskaya st., Ekaterinburg, 620075, Russian Federation  
e-mail: [firsanovva@uniim.ru](mailto:firsanovva@uniim.ru)





ЭТАЛОННАЯ БАЗА ФГУП «ВНИИМС» В ОБЛАСТИ ИЗМЕРЕНИЙ КОЛИЧЕСТВ  
И СВОЙСТВ ВЕЩЕСТВ – ИЗМЕРЕНИЙ В ХИМИИ И БИОЛОГИИ

© Е. В. Кулябина, С. В. Вихрова

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»),  
г. Москва, Российская Федерация  
E-mail: kuliabina@vniims.ru, svikhrova@vniims.ru  
ORCID 0000-0002-6076-4569

Поступила в редакцию – 27 декабря 2018 г., после доработки – 27 января 2019 г.  
Принята к публикации – 27 января 2019 г.

*В статье рассмотрена роль ФГУП «ВНИИМС» как головной научной организации в области законодательной метрологии и ведущего научно-практического центра метрологического обеспечения различных отраслей национальной экономики.*

*Представлена информация об оснащенности института эталонами в области физико-химических измерений. Приведены характеристики экспериментального образца Государственного первичного эталона единицы каталитической активности – катал, характеристики и области применения государственных эталонов единиц величин ФГУП «ВНИИМС» в области физико-химических измерений.*

*В статье отображены планы ФГУП «ВНИИМС» в соответствии с Перечнем критических технологий Российской Федерации, государственных программ развития отраслей промышленности.*

**Ключевые слова:** ведущий научно-практический центр метрологического обеспечения, экспериментальный образец государственного первичного эталона катал, государственные эталоны, газовая среда, каталитическая активность, каталитическая концентрация, лабораторная медицина, гетерогенные твердотельные катализаторы, иерархии калибровок

---

**Ссылка при цитировании:**

Кулябина Е. В., Вихрова С. В. Эталонная база ФГУП «ВНИИМС» в области измерений количеств и свойств веществ – измерений в химии и биологии // Стандартные образцы. 2019. Т. 15. № 1. С. 15–19. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-1-15-19.

**For citation:**

Kulyabina E. V., Vikhrova S. V. VNIIMS standard base of in the field of measuring the amount and properties of substance – measurements in chemistry and biology. Reference materials. 2019; 15 (1): 15–19. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-1-15-19 (In Russ.).

# VNIIMS STANDARD BASE OF IN THE FIELD OF MEASURING THE AMOUNT AND PROPERTIES OF SUBSTANCES – MEASUREMENTS IN CHEMISTRY AND BIOLOGY

©Elena V. Kulyabina, Svetlana V. Vikhrova

All-Russian Research Institute of Metrological Service (VNIIMS),  
Moscow, Russian Federation  
E-mail: kuliabina@vniims.ru, ORCID 0000-0002-6076-4569

Received – 27 December, 2018. Revised – 27 January, 2019.

Accepted for publication – 27 January, 2019.

*The issue of the role of VNIIMS as the leading scientific organization in the field of legal metrology and the leading scientific and practical centre for metrological support of various sectors of the national economy is considered. The paper provides information on the equipment of the institute with standards in the field of physical and chemical measurements. The characteristics of experimental sample of the State Primary Standard of the unit of catalytic activity – katal, characteristics and fields of application of state standards of units of the VNIIMS in the field of physical and chemical measurements are given. The describes the plans of VNNIMS in accordance with the List of Critical Technologies of the Russian Federation, state programs for the development of industries.*

**Keywords:** leading scientific and practical center for metrological assurance, state primary standard katal, state standards, gas environment, catalytic activity, catalytic concentration, laboratory medicine, heterogeneous solid-state catalysts, calibration hierarchies

В области физико-химических и биологических измерений свою роль ФГУП «ВНИИМС» видит в обеспечении условий для повышения качества получаемых результатов анализов, всесторонней метрологической поддержке клиничко-диагностических, химико-токсикологических лабораторий и лабораторий, проводящих измерения параметров организма человека, метрологическом обеспечении предприятий химической, нефте-химической, металлургической отраслей промышленности, связанных с контролем газовых сред.

## Краткая справка

ФГУП «ВНИИМС» является головной научной организацией в области законодательной метрологии и ведущим научно-практическим центром метрологического обеспечения различных отраслей национальной экономики, включая электроэнергетику, нефтегазовую промышленность, станкостроение, химико-технологический комплекс и др.

Огромный научный потенциал, собственная эталонная база, современное техническое оснащение и активное сотрудничество с ведущими международными организациями в области метрологии позволяют

институту осуществлять эффективную разработку нормативно-правовых документов по обеспечению единства измерений и проводить высокоточные прикладные исследования и измерения.

В области развития эталонной базы:

- разработки и исследования государственных первичных эталонов единиц величин (ГПЭ) и эталонов единиц величин;
- работы по содержанию 9 ГПЭ, международным сличениям и совершенствованию ГПЭ в области измерений геометрических параметров и электрических измерений;
- международные сличения в области биоанализа и анализа белков.

В области прикладной метрологии:

- разработка и аттестация методик измерений, в том числе первичных референтных методик измерений;
- подтверждение соответствия и обеспечения защиты программного обеспечения средств измерений и эталонов;
- разработка актуальных методов обеспечения единства измерений, разработка систем управления качеством;

- метрологическое обеспечение высокоточных средств измерений и информационно-измерительных систем, а также метрологическое сопровождение разработок и внедрения программных продуктов, автоматических измерительных систем;

В области перспективных направлений науки и техники:

- метрологическое обеспечение инновационных методов биохимических измерений;
- переход на цифровые подстанции в рамках направления «ЭнерджиНет» Национальной технологической инициативы;
- методы мониторинга и прогнозирования измерительных потребностей экономики, развивающейся по инновационному типу;
- переход на дистанционную поверку для мобильных координатно-измерительных систем и весоизмерительной техники.

Начиная с 2015 г. ФГУП «ВНИИМС» является активным участником международных работ в области биоанализа – международных сличений под эгидой Консультативного комитета по количеству вещества Международного бюро мер и весов (CCQM BIPM) – в 2015–2017 гг. по измерению каталитической концентрации альфа-амилазы в сыворотке крови (CCQM P137), в 2017–2019 гг. по измерению массовой доли гормона роста в сыворотке крови методом изотопно-меченной масс-спектрометрии (CCQM P164). Институт является первой организацией России, которая в октябре 2017 г. стала официальным членом Объединенного комитета по прослеживаемости в лабораторной медицине (JCTLM). Наш высокий уровень компетентности в области метрологического обеспечения анализа ферментов и белков подкрепляется международным опытом.

### Эталонная база ФГУП «ВНИИМС» в области измерений количества и свойства вещества – измерений в химии и биологии

Цель метрологического обеспечения контроля газовых сред и измерений в биоанализе достигается путем:

- применения и разработки государственных эталонов;
- участия в международных сличениях калибровочных и измерительных возможностей национальных метрологических институтов;
- разработки стандартных образцов (СО) газовых смесей, анализируемых субстанций в сыворотке, плазме крови (каталитической активности ферментов классов – оксидоредуктаз, трансфераз, гидролаз и др., гормонов, полипептидов в растворах и биологических жидкостях, витаминов, биомаркеров заболеваний, каталитической активности катализаторов гетерогенных процессов);
- аттестации первичных референтных и референтных методик измерений, методик измерений состава (массовой /молярной концентрации, массовой /молярной доли, чистоты) и свойств (каталитической активности и др.) фармацевтических препаратов, высокомолекулярных веществ, низкомолекулярных биологически-активных веществ, патогенных биологических объектов, биофармацевтических препаратов и конъюгатов;
- создания цифровой метрологии для лабораторной медицины.

Метрологические характеристики экспериментального образца Государственного первичного эталона единицы каталитической активности – катал\* приведены в табл. 1 [1], государственные эталоны единицы молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых смесях, молярной доли влаги и другие эта-

Таблица 1. Метрологические характеристики эталона Катал

Table 1. Metrological characteristics of the State Primary Special Measurement Standard for the unit of catalytic activity of biological and chemical substances (KATAL)

| Наименования метрологических характеристик                                                                            | Значения метрологических характеристик        |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------|
| Диапазон измерений каталитической активности (каталитической концентрации) биологических веществ, кат/дм <sup>3</sup> | 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                                   |

лоны в области физико-химических измерений приведены в табл. 2.

Экспериментальный образец Государственного первичного эталона единицы каталитической активности биологических и химических веществ – катал обеспечивает метрологическую прослеживаемость измерений биологически активных компонентов в растворах, жидкостях и тканях человека путем цепи калибровок с помощью государственных СО каталитической активности.

### ПЛАНЫ ФГУП «ВНИИМС»

В 2018 г. начата разработка и испытания СО каталитической активности ряда ферментов классов оксидоредуктаз и гидролаз, предназначенных для передачи единицы каталитической активности, калибровки и поверки биоаналитических средств измерений. Планируются испытания СО каталитической активности катализаторов гетерогенных процессов, которые применяются в том числе для осуществления процессов очистки выхлопных газов.

В 2019 г. планируется испытать СО алюмомагнийхромового катализатора ИК-12-72 и оксидного алюмомарганцевого катализатора ИКТ-12-40, разработанные Институтом катализа им. Г. К. Борескова СО РАН, каталитическая активность которых будет выражена в удельных единицах каталитической активности – в каталах, отнесенных к граммам катализатора.

В 2019 г. также будут завершены ОКР «Биоаналитика» и ОКР «Токсичность», результатом выполнения которых явятся 2 референтные методики измерений:

- референтная методика измерений состава (чистоты) исходных фармацевтических субстанций из ряда следующих: амфотерецин Б, доксорубицин, азитромицин, ванкомицин, оливомицин А, натамицин;
- референтная методика измерений массовой концентрации токсикантов (спиртов) в биологических объектах;
- СО утвержденных типов состава и свойств субстанций.

Таблица 2. Государственные эталоны единиц величин ФГУП «ВНИИМС» в области физико-химических измерений

Table 2. State standards of units of the FSUE «VNIIMS» in the physical and chemical measurements field

| Наименование эталона                                                                                                                                                                                                                                                    | Область применения                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Государственный вторичный эталон единицы молярной (объемной) доли компонентов в газовых смесях (ГВЭТ 154-0-1-2009) (диапазон молярной (объемной) доли от 0,00025 до 99 % 1-го разряда)                                                                                  | Предназначен для передачи единицы молярной (объемной) доли компонентов средствам измерения состава газовых сред, применяемых при экологическом мониторинге и в различных областях промышленности для обеспечения единства измерений в соответствии с ГОСТ 8.578-2014 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых средах». Передача единицы производится в процессе приготовления и аттестации Государственных СО состава газовых смесей |
| Государственный эталон единицы молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых смесях ГГС-03-03                                                                                                                                                             | Применяется для решения газоаналитических задач как общегосударственного значения, так и межотраслевого характера, связанного с контролем газовых сред, широко распространенных в промышленности, также как и для решения локальных газоаналитических задач                                                                                                                                                                                                                               |
| Государственный эталон единицы молярной (объемной) доли влаги, температуры точки росы 1-го разряда в диапазоне молярной (объемной) доли влаги от $1 \cdot 10^{-2}$ до $12 \cdot 10^3$ млн <sup>-1</sup> , температуры точки росы от минус 100 °С до 10 °С, 1-го разряда | Предназначен для передачи единицы молярной (объемной) доли влаги, температуры точки росы средствам измерения влажности газовых сред: гигрометрам и анализаторам влажности                                                                                                                                                                                                                                                                                                                 |
| Рабочий эталон показателя pH активности ионов водорода в водных растворах 2-го разряда, диапазон воспроизведенный pH от 1 до 14                                                                                                                                         | Предназначен для передачи показателя pH активности ионов водорода и применяется для испытаний и поверки таких средств измерений как pH-метры                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              |

В планах участие /организация международных сличений по измерению каталитической активности ферментов, из ряда следующих –  $\gamma$ -глутамилтрансферазы, аланин аминотрансферазы, лактат дегидрогеназы, креатин киназы, алкогольдегидрогеназы, щелочной фосфатазы; по измерению чистоты фармацевтических субстанций.

Планируется и продолжается постоянное совершенствование эталонной базы института, расширение номенклатуры анализируемых субстанций, применение современных цифровых подходов к реализуемым институтом метрологическим услугам.

В результате проводимых и планируемых работ будут созданы необходимые условия для выполнения

всего спектра метрологических услуг, в том числе построения 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».

---

\* На момент публикации статьи авторами принято решение о целесообразности использования эталонного комплекса, созданного в результате выполнения НИР Катар, для реализации первичной референтной методики измерений каталитической активности биологического катализатора – фермента  $\alpha$ -амилазы.

## ЛИТЕРАТУРА

1. 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: отчет о НИР (заключ.). ФГУП «ВНИИМС». 2016. Том 1. С. 4.

## REFERENCES

1. The final report on the implementation of scientific research work «Conducting fundamental research in the field of measurements of the physicochemical composition and properties of substances with the aim of creating a State Primary Special Measurement Standard for the unit of catalytic activity of biological and chemical substances – KATAL». VNIIMS. 2016, vol. 1, p. 4.

## ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

**Кулябина Елена Валериевна** – канд. техн. наук, начальник лаборатории метрологического обеспечения биологических и информационных технологий ФГУП «ВНИИМС». Российская Федерация, 119361, г. Москва, ул. Озерная, 46  
e-mail: kuliabina@vniims.ru  
ORCID 0000-0002-6076-4569

**Вихрова Светлана Владимировна** – начальник отдела метрологического обеспечения физико-химических измерений ФГУП «ВНИИМС». Российская Федерация, 119361, г. Москва, ул. Озерная, 46  
e-mail: svikhrova@vniims.ru

## INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

**Elena V. Kulyabina** – Ph. D. (Engineering), head of the laboratory of metrological support of biological and information technologies VNIIMS. 46 Ozernaya St., Moscow, 119361  
e-mail: kuliabina@vniims.ru  
ORCID 0000-0002-6076-4569

**Svetlana V. Vikhrova** – head of the metrological support department for physical and chemical measurements of FSUE «VNIIMS». 46 Ozernaya St., Moscow, 119361  
e-mail: svikhrova@vniims.ru





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

DOI: 10.20915/2077-1177-2019-15-1-21-27

УДК 621.318.12

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

© Е. А. Волегова<sup>a, b</sup>, Т. И. Маслова<sup>a</sup>, В. О. Васьковский<sup>b</sup>, А. С. Волегов<sup>a, b</sup><sup>a</sup> ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»),  
г. Екатеринбург, Российская Федерация<sup>b</sup> ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России (УрФУ) Б. Н. Ельцина»,  
г. Екатеринбург, Российская Федерация  
E-mail: Ekaterina.Volegova@gmail.com  
ORCID: 0000-0002-3754-0743

Поступила в редакцию – 9 октября 2018 г., после доработки – 15 ноября 2018 г.

Принята к публикации – 20 ноября 2018 г.

**Введение.** Во введении рассматривается необходимость применения постоянных магнитов в различных областях техники. Анализируется необходимость выполнения измерений предельной петли магнитного гистерезиса для корректного расчета магнитных систем. Приводятся основные источники погрешности при измерениях предельных петельных гистерезиса. Отмечается практическая невозможность поэлементной проверки блоков магнитоизмерительных установок. Статья посвящена разработке стандартных образцов (СО) магнитных свойств магнитотвердых материалов на основе высокоанизотропного интерметаллида Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B. **Материалы и методы измерений.** В качестве материалов для стандартных образцов выбраны постоянные магниты на основе системы Nd-Fe-B. 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 1·10<sup>-5</sup> до 3·10<sup>-2</sup> Вб ГЭТ 198-2017.

**Результаты и их обсуждение.** Экспериментально получены предельные петли магнитного гистерезиса, по результатам которых оценены магнитные характеристики, установлен интервал допускаемых аттестованных значений, оценена неопределенность результатов измерений аттестованных значений, установлен срок годности СО, выпущена первая партия СО.

**Заключение.** По результатам исследований утвержден тип СО магнитных свойств магнитотвердых материалов на основе сплава системы Nd-Fe-B (набор МС NdFeB). Разработанный набор СО получил номера ГСО 11059–2018 / ГСО 11062–2018 в Государственном реестре стандартных образцов Российской Федерации.

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

#### Ссылка при цитировании:

Разработка набора стандартных образцов магнитных свойств магнитотвердых материалов на основе сплава NdFeB / Е. А. Волегова [и др.] // Стандартные образцы. 2019. Т. 15. № 1. С. 21–27. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-1-21-27.

#### For citation:

Volegova E. A., Maslova T. I., Vas'kovskiy V. O., Volegov A. S. Developing a reference material set for the magnetic properties of NdFeB alloy-based hard magnetic materials. Reference materials. 2019; 15 (1): 21–27. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-1-21-27 (In Russ.).

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

# DEVELOPING A REFERENCE MATERIAL SET FOR THE MAGNETIC PROPERTIES OF NdFeB ALLOY-BASED HARD MAGNETIC MATERIALS

© Ekaterina A. Volegova<sup>a, b</sup>, Tatiana I. Maslova<sup>a, b</sup>, Vladimir O. Vas'kovskiy<sup>b</sup>, Aleksey S. Volegov<sup>a, b</sup>

<sup>a</sup>Ural Scientific Research Institute for Metrology, Yekaterinburg, Russian Federation

<sup>b</sup>Ural Federal University named after the first President of Russia B. N. Yeltsin, Yekaterinburg, Russian Federation

E-mail: Ekaterina.Volegova@gmail.com

ORCID: 0000-0002-3754-0743

Received – 9 October, 2018. Revised – 15 November, 2018.

Accepted for publication – 20 November, 2018.

**Introduction** The introduction indicates the need for the use of permanent magnets in various technology fields. The necessity of measuring the limit magnetic hysteresis loop for the correct calculation of magnetic system parameters is considered. The main sources of error when measuring boundary hysteresis loops are given. The practical impossibility of verifying blocks of magnetic measuring systems element-by-element is noted. This paper is devoted to the development of reference materials (RMs) for the magnetic properties of hard magnetic materials based on Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B, a highly anisotropic intermetallic compound.

**Materials and measuring methods** Nd-Fe-B permanent magnets were selected as the material for developing the RMs. RM certified values were established using a CYCLE-3 apparatus included in the GET 198-2017 State Primary Measurement Standard for units of magnetic loss power, magnetic induction of constant magnetic field in a range from 0.1 to 2.5 T and magnetic flux in a range from  $1 \cdot 10^{-5}$  to  $3 \cdot 10^{-2}$  Wb.

**Results and its discussion** Based on the experimentally obtained boundary hysteresis loops, the magnetic characteristics were evaluated, the interval of permitted certified values was set, the measurement result uncertainty of certified values was estimated, the RM validity period was established and the first RM batch was released.

**Conclusion** On the basis of conducted studies, the RM type for magnetic properties of NdFeB alloy-based hard magnetic materials was approved (MS NdFeB set). The developed RM set was registered under the numbers GSO 11059–2018 / GSO 11062–2018 in the State RM Register of the Russian Federation.

**Keywords:** type approved reference material, residual induction, remanent magnetization, coercive force, hard magnetic materials, state primary measurement standard

## Используемые в статье сокращения:

ГЭТ – Государственный первичный эталон  
СО – стандартный образец

## Abbreviations used in the article:

SPS – state primary standard  
RM – reference material

## Введение

Уровень технического и технологического развития общества во многом определяется функциональными и конструкционными свойствами используемых материалов. Важное место среди них занимают магнитотвердые материалы, изделия из которых (постоянные магниты) представляют собой источники постоянных магнитных полей, не требующих затрат энергии. Наибольшее распространение магнитотвердые материалы нашли в области взаимного преобразования механической и электрической энергии, также они

используются для создания магнитных полей определенных конфигураций. Существенный рост объемов производства вентильных электродвигателей и электрических генераторов с возбуждением постоянными магнитами (как в России, так и за рубежом) диктует необходимость контроля свойств постоянных магнитов, входящих в состав таких электрических машин. Измерение гистерезисных магнитных свойств изделий из магнитотвердых материалов должно осуществляться в замкнутой магнитной цепи с использованием магнитоизмерительных установок высокой точности.

Полная информация о предельной петле магнитного гистерезиса магнитов позволяет на этапе разработки магнитных систем и электрических машин с высокой точностью рассчитать их выходные параметры и при необходимости выполнить селективную сборку магнитной системы с учетом разброса гистерезисных свойств магнитов в партии.

Для большинства постоянных магнитов достаточно указать лишь точечные характеристики петли магнитного гистерезиса: остаточную магнитную индукцию,  $B_r$ , Тл; остаточную намагниченность,  $M_r$ , кА/м; коэрцитивную силу по индукции,  $H_{CB}$ , кА/м; коэрцитивную силу по намагниченности,  $H_{CM}$ , кА/м; максимальное энергетическое произведение,  $(BH)_{\max}$ , кДж/м<sup>3</sup>.

Измерения магнитных свойств постоянных магнитов, как правило, выполняются в замкнутой магнитной цепи с применением компенсированных катушек и электромагнита в качестве намагничивающего и замыкающего устройства. Испытания в целях утверждения типа, поверка и калибровка таких средств измерений весьма затруднительны ввиду уникальности распределения магнитных полей в каждом электромагните при различных значениях силы электрического тока и величины межполюсного зазора, а также из-за отличий в геометрических параметрах компенсированных катушек разных производителей. В настоящее время метрологическое обеспечение измерений магнитных характеристик постоянных магнитов осуществляется в основном поэлементной проверкой блоков магнитоизмерительных установок. В этом случае необходимо учитывать целый ряд факторов, оказывающих влияние на результаты измерений: неоднородность магнитного поля в рабочей области, непараллельность торцевых поверхностей полюсных наконечников, несовершенство магнитной цепи, включая возникающие в процессе измерений царапины на поверхности полюсных наконечников, магнитную вязкость образца, степень компенсации катушек, нелинейность флюксметров и многое другое. Это весьма трудоемко и требует значительных временных затрат на выявление и учет подобных факторов для каждой конкретной установки. Более эффективным способом решения данной проблемы является разработка и использование СО магнитных свойств магнитотвердых материалов утвержденного типа. Применение СО утвержденного типа позволяет в несколько раз сократить временные и экономические затраты на испытания в целях утверждения типа и поверку и калибровку СИ, что, в свою очередь, увеличивает эффективность труда.

Цель настоящей работы заключается в проведении исследований для разработки набора СО магнитных

свойств магнитотвердых материалов на основе сплава неодим-железо-бор (NdFeB).

### Материалы и методы измерений

СО представляют собой цилиндры из сплава Nd-Fe-B с добавками тяжелых редкоземельных металлов. Образцы синтезированы по металлокерамической технологии, включающей выплавку сплавов, трехступенчатый размол, прессование полученного порошка сплава в осевом магнитном поле с последующим спеканием в вакууме или среде инертного газа и низкотемпературными отжигами. Номинальная длина СО – 10 мм, номинальные диаметры – 7, 12, 22, 36 мм. Керамические изделия обладают высокой хрупкостью. Поэтому для предотвращения их от разрушения в процессе измерения под действием сжимающих напряжений со стороны полюсных наконечников электромагнита выполнено их укрепление внешним кольцом из аустенитной нержавеющей стали той же высоты, что и магнитотвердый материал.

Измерения магнитных свойств СО и определение аттестованных характеристик выполнены в замкнутой магнитной цепи на эталонной установке ЦИКЛ-3 из состава ГЭТ 198-2017 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, схема и метрологические характеристики которой представлены в работе [1]. Магнитный поток, пронизывающий образец, измерялся посредством охватывающей катушки. Значение магнитного потока, сцепленного со всеми витками измерительной катушки,  $\Psi$ , Вб, выражается как:

$$\Psi = \Phi W = W \iint_S B dS, \quad (1)$$

где  $\Phi$  – магнитный поток, Вб;  $W$  – количество витков катушки;  $B = \mu_0 (H + M)$  – магнитная индукция, Тл;  $H$  – напряженность магнитного поля; А/м;  $M$  – намагниченность; А/м;  $\mu_0$  – магнитная постоянная, Гн/м;  $dS$  – элемент площади, м<sup>2</sup>.

Напряженность магнитного поля в образце определена в соответствии с граничными условиями для электромагнитного поля  $H_{\tau 1} = H_{\tau 2}$  (тангенциальная составляющая напряженности магнитного поля при переходе через границу раздела двух сред в отсутствие электрических токов непрерывна). Ввиду малости магнитной восприимчивости воздуха  $\chi \sim 10^{-6}$ ,  $\mu_0 H = B$ . Тогда формула для расчета намагниченности,  $M$ , А / м:

$$M = 4 \frac{\Psi - \mu_0 H K_{\text{катушки}}}{\mu_0 \pi d_{\text{обр}}^2 W}, \quad (2)$$

где  $K_{\text{катушки}}$  – постоянная измерительной катушки, м<sup>2</sup>;  $d_{\text{обр}}$  – диаметр образца, м.

Расчет значений магнитной индукции в образце,  $B_{\text{обр}}$ , Тл, выполнен в соответствии с соотношением:

$$B_{\text{обр}} = \mu_0 (H_{\text{обр}} + M_{\text{обр}}) \quad (3)$$

где  $B_{\text{обр}}$  – магнитная индукция в образце, Тл;  $H_{\text{обр}}$  – напряженность магнитного поля в образце, А/м;  $M_{\text{обр}}$  – намагниченность образца, А/м.

Магнитные характеристики образцов получены из анализа предельной кривой размагничивания образца по намагниченности и индукции.

Остаточная намагниченность определена из предельной кривой размагничивания по намагниченности как величина намагниченности образца после предварительного намагничивания до состояния технического насыщения и уменьшения магнитного поля в нем до нуля.

Остаточная магнитная индукция определена из предельной кривой размагничивания по индукции как величина индукции в образце после предварительного намагничивания до состояния технического насыщения и уменьшения магнитного поля в нем до нуля.

Коэрцитивная сила по намагниченности определена из предельной кривой размагничивания по намагниченности как величина, равная напряженности магнитного поля, необходимого для изменения намагниченности от остаточной намагниченности до нуля.

Коэрцитивная сила по индукции определена из предельной кривой размагничивания по индукции как величина, равная напряженности магнитного поля, необходимого для изменения магнитной индукции от остаточной индукции до нуля.

Максимальное энергетическое произведение определено из предельной кривой размагничивания по индукции как наибольшее значение из произведения значений магнитной индукции и напряженности магнитного поля во втором  $B$ - $H$  координатном квадранте.

## Результаты и их обсуждение

На рис. 1 для примера приведена предельная кривая размагничивания образца МС NdFeB-12 из партии № 001. Аналогичные кривые получены на всех образцах, входящих в набор СО. На основе полученных кривых определены аттестованные значения характеристик СО. Их оценивали как среднее арифметическое всех результатов измерений каждой величины.

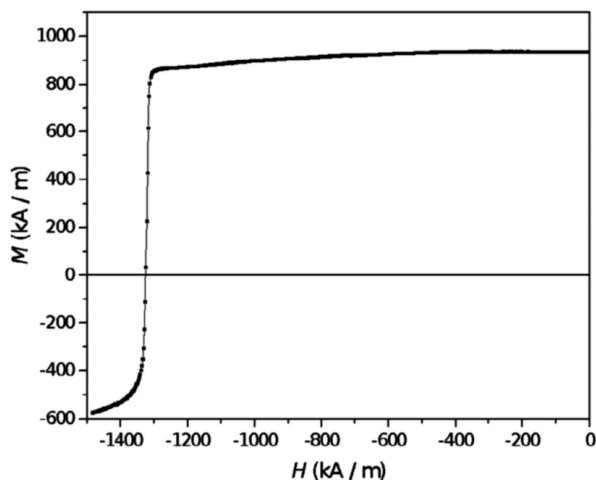


Рис. 1. Предельная кривая размагничивания по намагниченности образца МС NdFeB-12 из партии № 001

Fig. 1. Magnetization-based RM demagnetization limit curve (MS NdFeB-12 from batch No. 001)

Исследование неоднородности СО не проводилось, поскольку при установлении аттестованных значений характеристик СО измерительный сигнал снимался со всего образца и аттестованное значение приписывалось всему образцу. Исследования межэкземплярной однородности не выполнялись, так как проводилась по-экземплярная аттестация СО.

Проводилось исследование стабильности, определение срока годности СО и оценивание неопределенности от долговременной нестабильности,  $u_{\text{stab}}$ , магнитных свойств материала СО на основе сплава NdFeB. Эти исследования проводились классическим методом согласно алгоритмам, приведенным в [2]. Для исследований были отобраны два экземпляра СО из опытной партии, которые хранились при температуре  $(22 \pm 5)^\circ\text{C}$ .

При расчетах расширенной неопределенности аттестованных значений СО учтены следующие составляющие: неопределенность от способа характеристики СО и неопределенность от долговременной нестабильности материала СО. Расширенную неопределенность каждого аттестованного значения оценивали как:

$$U = 2\sqrt{u_{\text{char}}^2 + u_{\text{stab}}^2}, \quad (4)$$

где  $u_{\text{char}}$  – стандартная неопределенность от способа характеристики СО;  $u_{\text{stab}}$  – стандартная неопределенность, обусловленная временной нестабильностью образца.

Основные требования к метрологическим характеристикам СО, установленные в описании типа СО, приведены в табл. 1.

Таблица 1. Основные требования к метрологическим характеристикам ГСО 11059–2018 / ГСО 11062–2018  
 Table 1. Basic requirements for the metrological characteristics of GSO 11059–2018 / GSO 11062–2018

| Аттестуемая характеристика СО, единица величины                             | Интервал допускаемых аттестованных значений СО | Границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО ( $P=0,95$ ), $\pm \delta$ , % | Допускаемые значения относительной расширенной неопределенности аттестованного значения СО при $P=0,95$ и $k=2$ , не более, % |
|-----------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Остаточная магнитная индукция, $B_r$ , Тл                                   | от 0,900 до 1,500                              | 2                                                                                                                | 2                                                                                                                             |
| Остаточная намагниченность, $M_r$ , кА/м                                    | от 715,0 до 1200,0                             | 2                                                                                                                | 2                                                                                                                             |
| Коэрцитивная сила по индукции, $H_{cB}$ , кА/м                              | от 680,0 до 990,0                              | 3                                                                                                                | 3                                                                                                                             |
| Коэрцитивная сила по намагниченности, $H_{cM}$ , кА/м                       | от 800,0 до 3500,0                             | 3                                                                                                                | 3                                                                                                                             |
| Максимальное энергетическое произведение, $(BH)_{max}$ , кДж/м <sup>3</sup> | от 150,0 до 400,0                              | 4                                                                                                                | 4                                                                                                                             |

Достаточно широкие диапазоны допускаемых значений позволяют выпускать партии СО данного типа, несколько различающиеся по значениям каждой аттестованной характеристики СО.

При разработке СО установлено, что при соблюдении требований технического задания на разработку СО и программы испытаний при их серийном выпуске расширенная неопределенность и границы абсолютной погрешности аттестованных значений магнитных свойств материала любой партии не превышают значений, установленных в описании типа СО.

Аттестованные значения остаточной магнитной индукции, остаточной намагниченности, коэрцитивной силы по индукции, коэрцитивной силы по намагниченности, максимального энергетического произведения прослеживаются:

- к единице длины (м) посредством применения при определении метрологических характеристик СО микрометра, поверенного через неразрывную цепь поверок, в соответствии с [3];

- к единице магнитной индукции (Тл) и единице магнитного потока (Вб) посредством прямых измерений на Государственном первичном эталоне 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.

Документы на разработанный набор СО оформлены в соответствии с [2, 4].

Для оценки пригодности СО были проведены измерения гистерезисных магнитных свойств ГСО из партии № 001 на гистерезисграфе Permagraph L (номер СИ № 59000–14 по Государственному реестру средств измерений утвержденных типов). Проведенные испытания показали пригодность разработанного набора СО для метрологического обеспечения магнитоизмерительных установок подобного типа.

### Заключение

В результате проведенных исследований разработан и утвержден набор стандартных образцов магнитных свойств магнитотвердого материала на основе сплава NdFeB (набор МС NdFeB). Разработанные СО магнитных свойств магнитотвердых материалов на основе сплава NdFeB (набор МС NdFeB) внесены в Государственный реестр стандартных образцов утвержденных типов Российской Федерации под номерами ГСО 11059–2018 / ГСО 11062–2018. Сведения о разработке ГСО 11059–2018 / ГСО 11062–2018 представлены в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

СО предназначены для калибровки, испытаний средств измерений магнитных свойств магнитотвердых материалов (МТМ), в том числе в целях утверждения ти-



па; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений магнитных свойств магнитотвердых материалов; других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

СО могут быть использованы для поверки средств измерений магнитных свойств МТМ при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в методиках поверки соответствующих средств измерений.

СО магнитных свойств МТМ на основе сплава NdFeB имеют прямую прослеживаемость к ГЭТ 198-2017.

В настоящее время ведутся работы по выпуску новых партий и типов СО магнитных свойств МТМ на основе сплава NdFeB, исследованию других видов магнитотвердых материалов с целью разработки новых СО утвержденного типа.

## 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 1·10<sup>-5</sup> to 3·10<sup>-2</sup> Wb // Measurement Techniques. 2018. V. 61, I. 3. P. 199–202 DOI: 10.1007/s11018-018-1409-2
2. ГОСТ ISO Guide 35–2015 Стандартные образцы – Общие и статистические принципы сертификации (аттестации). М.: Стандартиформ, 2016. 61 с.
3. ГОСТ Р 8.763–2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений длины в диапазоне от 1·10<sup>-9</sup> до 50 м и длин волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм. М.: Стандартиформ, 2013. 7 с.
4. ГОСТ Р 54500.3–2011 Неопределенность измерения. Ч. 3. Руководство по выражению неопределенности измерения. (Руководство ISO 98–3:2008 IDT). М.: Стандартиформ, 2012. 107 с

## ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

**Волегова Екатерина Александровна** – младший научный сотрудник лаборатории магнитных измерений и неразрушающего контроля ФГУП «УНИИМ»; аспирант УрФУ.  
Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, д. 4;  
Российская Федерация, 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19  
e-mail: Ekaterina.Volegova@gmail.com  
ORCID: 0000-0002-3754-0743

## Вклад соавторов

Волегова Е. А.: измерения, обработка результатов измерений, подготовка первоначального варианта текста статьи, компьютерная работа с текстом.

Маслова Т. И.: научное руководство, определение замысла и методологии статьи.

Васьковский В. О.: научное руководство, критический анализ и доработка текста.

Волегов А. С.: измерения, концепция и инициация исследования; критический анализ и доработка текста; компьютерная работа с текстом; формализованный анализ данных.

*Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.*

## REFERENCES

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 1·10<sup>-5</sup> to 3·10<sup>-2</sup> Wb. Measurement Techniques. 2018;61(3):199–202. Doi:10.1007/s11018-018-1409-2
2. GOST ISO Guide 35–2015 Reference materials. General and statistical principles for certification. Moscow, Standartinform Publ., 2016, 61 p. (In Russ.)
3. GOST R 8.763–2011 State system for ensuring the uniformity of measurements. State verification schedule for measuring instruments of length in the range from 1 · 10<sup>-9</sup> to 50 m and wavelengths in the range Moscow, Standartinform Publ., 2013, 7 p. (In Russ.)
4. GOST R 54500.3–2011 Uncertainty of measurement. Part 3. Guide to the expression of uncertainty in measurement (ISO/IEC Guide 98–3:2008 Uncertainty of measurement. Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)). Moscow, Standartinform Publ., 2012, 107 p. (In Russ.)

## INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

**Ekaterina A. Volegova** – Junior Researcher UNIM; Postgraduate student UrFU.  
4 Krasnoarmeyskaya st., Ekaterinburg, 620075, Russian Federation;  
19 Mira St., Ekaterinburg 620002, Russian Federation  
e-mail: Ekaterina.Volegova@gmail.com ORCID: 0000-0002-3754-0743

**Маслова Татьяна Ивановна** – заместитель заведующего лаборатории магнитных измерений и неразрушающего контроля ФГУП «УНИИМ».  
Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, д. 4

**Владимир Олегович Васьковский** – д. физ.-мат. наук, профессор, заведующий кафедрой магнетизма и магнитных наноматериалов УрФУ.  
Российская Федерация, 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19  
e-mail: Vladimir.Vaskovskiy@urfu.ru

**Алексей Сергеевич Волегов** – канд. физ.-мат. наук, доцент кафедры магнетизма и магнитных наноматериалов УрФУ; инженер ФГУП «УНИИМ».  
Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19;  
Российская Федерация, 620002, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, д. 4  
e-mail: Alexey.Volegov@urfu.ru  
ORCID: 0000-0002-0902-0636

**Tatiana I. Maslova** – deputy head of the laboratory of magnetic measurements and non-destructive testing UNIIM.  
4 Krasnoarmeyskaya st., Ekaterinburg, 620075, Russian Federation

**Vladimir O. Vaskovskiy** – D. Sc. (Phys.-Math.), professor, head of the department of magnetism and magnetic nanomaterials UrFU  
19 Mira St., Ekaterinburg 620002, Russian Federation  
e-mail: Vladimir.Vaskovskiy@urfu.ru

**Aleksey S. Volegov** – Ph. D. (Phys.-Math.), docent, associate professor UrFU; UNIIM.  
19 Mira St., Ekaterinburg 620002, Russian Federation;  
4 Krasnoarmeyskaya st., Ekaterinburg, 620075, Russian Federation  
e-mail: Alexey.Volegov@urfu.ru ORCID: 0000-0002-0902-0636





## ■ ПРИМЕНЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ / USE OF REFERENCE MATERIALS

DOI: 10.20915/2077-1177-2019-15-1-29-38

УДК 006.9:546.87:546.273:543.426

# ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ВИСМУТСОДЕРЖАЩИХ СТЕКЛОВИДНЫХ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕРЕХОДНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫМ МЕТОДОМ

© В. В. Борисова, В. А. Кутвицкий, Е. В. Миронова, И. А. Романова, О. И. Останина

ФГБОУ ВО «МИРЭА – Российский технологический университет» (РТУ МИРЭА),  
г. Москва, Российская Федерация  
E-mail: vv\_borisova@mail.ru  
ORCID: 0000-0003-4701-5288

Поступила в редакцию 13 декабря 2018 г., после доработки – 20 января 2019 г.

Принята к публикации – 02 февраля 2019 г.

**Введение.** 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. Наибольший интерес представляют стеклообразные образцы висмутборатных систем. Ранее висмутатно-боратные стеклообразные образцы были использованы в качестве образцов сравнения для определения состава сложных оксидных систем рентгенофлуоресцентным методом (РФА). **Цель работы.** Рассмотрены проблемы синтеза и применения висмутатно-боратных стеклообразных образцов сравнения для определения содержания переходных элементов в составе оксидных соединений и смесей методом люминесцентного анализа.

Методы исследования. В качестве метода исследования применяли люминесцентный метод анализа, обладающий большой селективностью и низкими пределами обнаружения элемента-примеси в контролируемых объектах (обычно составляют  $1 \cdot 10^{-6}$ – $1 \cdot 10^{-4}$  % масс.).

**Результаты.** Показано, что висмутатно-боратные стеклообразные образцы обладают способностью к люминесценции под действием ультрафиолетового излучения в видимом диапазоне при температуре 77 К. Установлено, что введение в состав образцов оксидов переходных и редкоземельных элементов приводит к тушению экситонной полосы излучения стекол при температуре 77 К и появлению полос характеристического излучения ионов РЗЭ как при температуре 77 К, так и при температуре 298 К. Обнаружено, что стекловидные образцы, легированные оксидами переходных элементов, тушат люминесценции как ионов висмута, так и ионов РЗЭ при температуре 77 К. По результатам исследования разработаны методики определения содержания элементов тушителя в оксидных материалах и оценены их метрологические характеристики.

### Ссылка при цитировании:

Борисова В. В., Кутвицкий В. А., Миронова Е. В., Романова И. А., Останина О. И. Использование висмутсодержащих стеклообразных образцов для определения переходных элементов люминесцентным методом // Стандартные образцы. 2019. Т. 15. № 1. С. 29–38. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-1-29-38.

### For citation:

Borisova V. V., Kutvitsky V. A., Mironova E. V., Romanova I. A., Ostanina O. I. Bismuth-Containing Glassy Reference Materials for Establishing the Content of Transition Elements using Luminescent-based Methods. Reference materials. 2019; 15 (1): 29–38. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-1-29-38. (In Russ.).

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

**Ключевые слова:** висмутатно-боратные стекловидные образцы, люминесценция, спектры люминесценции, ионы редкоземельных элементов, тушение люминесценции, переходные элементы, градуировочная зависимость, метрологические характеристики

DOI: 10.20915/2077-1177-2019-15-1-29-38

## BISMUTH-CONTAINING GLASSY REFERENCE MATERIALS FOR ESTABLISHING THE CONTENT OF TRANSITION ELEMENTS USING LUMINESCENT-BASED METHODS

©Valentina V. Borisova, Valentin A. Kutvitsky, Elena V. Mironova, Inna A. Romanova, Olga I. Ostanina

MIREA – Russian Technological University (RTU MIREA),  
Moscow, Russian Federation  
E-mail: vv\_borisova@mail.ru  
ORCID: 0000-0003-4701-5288

Received – 13 December, 2018; Revised – 20 January, 2019

Accepted for publication – 02 February, 2019

*Modern express methods of analytical control are widely used for monitoring the quality of oxide materials. However, the possibilities of these methods are currently limited by the lack of versatile homogeneous reference materials (RMs). Such RMs can be produced most effectively by vitrification methods. In this connection, glassy RMs based on bismuth-borate systems are of great interest. In the earlier research, bismuth-borate RMs were used for comparison purposes in determining the composition of complex oxide systems using the X-ray fluorescence method.*

*This work considers issues associated with the synthesis and application of bismuth-borate glassy RMs for determining the content of transition elements in oxide compounds and mixtures using luminescence analysis.*

*Luminescence analysis was used as a research method due to its high selectivity and low detection limits with respect to elemental impurities in controlled objects (usually constituting  $1 \cdot 10^{-6}$ – $1 \cdot 10^{-4}$  wt %).*

*Bismuth-borate glassy RMs are shown to be capable of luminescence under UV radiation in the visible range at the temperature of 77 K. It is established that the introduction of the oxides of transition and rare earth elements (REE) into the RM composition leads to the quenching of the exciton emission band in the glasses studied at 77 K, as well as to the appearance of bands typical of REE ion radiation both at 77 K and at 298 K. Glassy RMs doped with transition-element oxides are found to quench the luminescence of both bismuth and REE ions at the temperature of 77 K. On the basis of the results obtained, procedures for determining the content of quenching elements in oxide materials have been developed. The metrological characteristics of these procedures have been evaluated.*

**Keywords:** bismuth-borate glassy reference materials, luminescence, luminescence spectra, rare-earth ions, luminescence quenching, transition elements, calibration dependency, metrological characteristics

### Используемые в статье сокращения:

РФА – рентгенофлуоресцентный анализ

РЗЭ – редкоземельные элементы

Ос. ч – особо чистый

ААА – атомно-абсорбционный анализ

ОС – образец сравнения

РЗИ – редкоземельный ион

ВТСП – высокотемпературный сверхпроводник

ЛюмА – люминесцентный анализ

### Abbreviations used in the article:

XRFA – X-ray fluorescence method

REE – rare earth elements

Ex. c – extra clean

AAA – atomic absorption analysis

RS – reference sample

REI – rare earth ion

HTSC – high temperature superconductor

## Введение

Интенсивное развитие производства новых материалов для современной техники требует разработки и совершенствования методов контроля их качества и, прежде всего, создания эффективных стандартных образцов состава для их использования в инструментальных методах анализа.

Перспективным способом синтеза стандартных образцов состава является получение их путем стеклования из расплавленного состояния. Эффективной смесью при проведении стеклования является смесь оксидов висмута и бора. Образцы, полученные на основе этой стеклообразующей матрицы, успешно используются в рентгенофлуоресцентном анализе элементов в составе сложных оксидных материалов [1].

Для висмутатно-боратных стекол характерно явление люминесценции при криогенных температурах. Введение примесных элементов переходных металлов может привести к изменению характера спектра собственной люминесценции стекла и позволит количественно определить содержание этих элементов.

## Материалы и методы

Для получения стеклообразной матрицы оксиды висмута, бора (ос. ч) и другие компоненты оксидной смеси тщательно смешивали в агатовой ступке, переносили в платиновый тигель, который потом помещали в муфельную печь, где подвергали ступенчатому нагреву до температуры плавления ( $T_{пл.} = 1273\text{--}1373\text{K}$ ) с последующей выдержкой расплава в течение 1 часа. Затем расплав выливали в тигель и после завершения процесса стеклования помещали в закалочную печь, где при температуре 673K проводили послезакалочный отжиг в течение 12 часов с последующим охлаждением в печи до комнатной температуры. По описанной технологии были получены стандартные образцы, содержащие 70 % масс.  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ , (30-X-Y) % масс.  $\text{B}_2\text{O}_3$ , X (0–2 %) % масс.  $\text{Ln}_2\text{O}_3$  (Ln = Sm, Eu, Tb, Dy, Tm), Y (0–1 %) % масс. (Y = CuO,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Co}_2\text{O}_3$ ). Качество полученных образцов сравнения оценивали по результатам рентгенофазового анализа (дифрактометр ДРОН-3М, Буревестник, Россия) и по измерению величины микротвердости (микротвердомер ПМТ-3М, АО «ЛОМО», Россия). Однородность стеклообразных образцов проводили по алгоритму, установленному в ГОСТ 8.531 [2], по результатам измерения микротвердости методом Виккерса.

Для определения содержания контролируемых элементов в оксидных материалах использовали люминесцентный метод анализа.

Измерения проводили на установке, где источником возбуждения служила ртутная лампа СВД-120А, помещенная в светонепроницаемый кожух. На выходе источника после диафрагмы располагался широкополосный стеклянный светофильтр УФС-2 (ООО «Арли», Россия) для выделения ультрафиолетового участка спектра (границы пропускания: 250–400 нм). Преобразование возбуждающего потока осуществляли кварцевыми линзами (материал линзы КУ 1) и зеркалом, в результате чего на поверхности образца получали уменьшенное изображение диафрагмы источника (около 10 мм). После этого возбуждающий поток проходил через оптический модулятор, который осуществлял его 100 % модуляцию и вырабатывал синхроимпульсы для запуска задающего генератора. Люминесцентное излучение собиралось световодом и поступало на щель призматического монохроматора SPM-2 («Карл Цейс Йена», Германия). Монохроматор дополнили системой развертки спектра и блоком фотоэлектрической регистрации. Для повышения чувствительности в данной установке использовали метод фазочувствительного усиления с синхронным детектированием. Запись спектров проводили на самопишущем потенциометре КСП-4 (ООО «Манометр», Россия). Конструкция кюветного отделения позволяла проводить люминесцентные исследования при охлаждении кюветы жидким азотом и при комнатной температуре.

В качестве альтернативных методов для определения содержания переходных элементов в составе образцов (в частности, меди) использовали методы рентгенофлуоресцентного (РФА) и атомно-абсорбционного анализа (ААА). РФА проводили на рентгеновском спектрометре VRA-33 («Карл Цейс Йена», Германия). Первичное излучение формировалось в рентгеновской трубке с хромовым или медным анодом (напряжение и ток накала рентгеновской трубки: 40 кВ и 35 мА соответственно). Детекторами служили сцинтиляционный и пропорциональный проточный счетчики, используемые в tandem. В качестве кристаллов-анализаторов использовали кристаллы LiF или графит.

Для проведения атомно-абсорбционного метода анализа использовали атомно-абсорбционный спектрометр с термической активацией пробы в кювете Львова в атмосфере аргона «Квант – Z.ЭТА» (ООО «КОРТЭК», РФ).

Устойчивость к воздействию окружающей среды была оценена по Р 50.2.031 [3]. В качестве аттестуемой характеристики использовали величину интенсивности люминесцентного излучения стеклообразного образца. Значение аттестованной характеристики образца

сравнения (ОС) изменялась в пределах погрешности ОС при соблюдении условий хранения и применения в течение 3 лет.

### Результаты исследования и их обсуждение

До настоящего времени не проводились люминесцентные исследования возможности применения висмутатно-боратных стеклообразных образцов для определения переходных элементов и редкоземельных ионов (РЗИ) в составе сложных оксидных систем с использованием эффекта тушения собственной полосы люминесценции РЗИ и экситонной полосы излучения ионов  $\text{Bi}^{3+}$  при температуре 77K.

Спектр люминесценции стеклообразного образца состава 70 % масс.  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ –30 % масс.  $\text{B}_2\text{O}_3$ , образующийся при его облучении светом с длиной волны, соответствующей краю полосы поглощения, при  $T=77\text{K}$  представляет собой широкую ассиметричную полосу в области 400–600 нм с максимумом, соответствующим 520 нм (рис. 1). Ширина полосы люминесценции связана с процессами электрон-фононного взаимодействия, и форма спектра люминесценции зависит от значения параметра Хуана-Риса [4].

$I_{\text{lum}}$ , усл. ед.

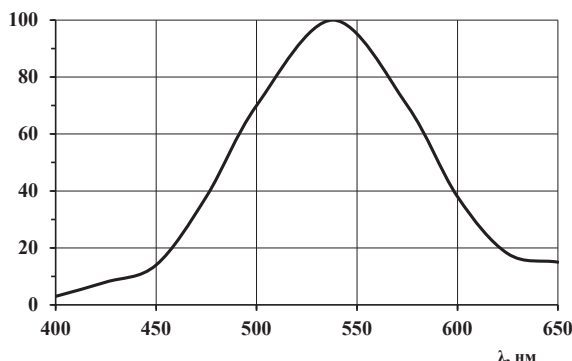


Рис. 1. Спектр люминесценции висмутатно-боратного стеклообразного образца при  $T=77\text{K}$

Fig. 1. Luminescence spectrum of a bismuth-borate glassy RM at  $T=77\text{K}$

Спектр люминесценции висмутатно-боратных стеклообразных образцов по своей форме и положению максимума идентичен спектрам люминесценции кристаллов со структурой эвлитина. Это объясняется тем, что ион  $\text{Bi}^{3+}$  представляет собой ртутеподобный катион с электронной конфигурацией  $5d^{10}6s^2$  и энергетическая схема уровней  $\text{Bi}^{3+}$  соответствует общей схеме других ртутеподобных ионов ( $\text{Tl}^+$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ) [5]. Основное состояние иона висмута –  $^1\text{S}_0$ . Возбужденные уровни

соответствуют конфигурации  $6s6p$ : триплетные  $^3\text{P}_0$ ,  $^3\text{P}_1$ ,  $^3\text{P}_2$  и синглетный  $^1\text{P}_1$ . В полосах оптического поглощения и возбуждения фотолюминесценции реализуются переходы  $^1\text{S}_0 \rightarrow ^3\text{P}_1$  и  $^1\text{S}_0 \rightarrow ^1\text{P}_1$ , первый из которых является более длинноволновым. Характерным свойством висмутсодержащих кристаллов является широкополосная люминесценция, связанная с самым нижним разрешенным переходом  $^3\text{P}_1 \rightarrow ^1\text{S}_0$ . Следовательно, излучательный процесс в висмутатно-боратных стеклообразных образцах можно отнести к  $^3\text{P}_1 \rightarrow ^1\text{S}_0$  переходу иона  $\text{Bi}^{3+}$ . Можно предположить, что в стеклообразных образцах есть такие же кластеры типа  $[\text{BiO}_6]^{9-}$ , как в германоэвлитине, участвующие в процессе излучения. На основании чего можно говорить об экситонном механизме переноса заряда.

Люминесцентные свойства висмутатно-боратных стекол успешно использованы для фазового анализа висмутсодержащих систем и могут в элементном анализе применяться для аналитического определения элементов-тушителей люминесценции, которые подавляют излучение активаторов. Тушители люминесценции подавляют излучение активаторов за счет наличия у них полосы переноса заряда, максимумы которых находятся в ультрафиолетовой области спектра, но интенсивность их настолько велика, что хвост этих полос простирается в видимую и даже в ближнюю инфракрасную область ( $\text{Fe}^{3+}$ ). Полоса переноса заряда тушит свечение всех активаторов, полосы испускания которых перекрываются ею [7]. Тушение того или иного вида обычно вызывают ионы переменной степени окисления, ионы металлов переходной группы, в особенности Fe, Co, Ni.

При введении в состав висмутатно-боратной матрицы индивидуальных оксидов переходных элементов ( $\text{CuO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Co}_2\text{O}_3$ ) установлен эффект тушения интенсивности экситонной полосы люминесценции  $\text{Bi}^{3+}$  ( $\lambda_{\text{max}}=520\text{ nm}$ ). Зависимости интенсивности люминесценции висмутатно-боратных стеклообразных образцов, легированных оксидами некоторых переходных элементов, представлены на рис. 2.

Установлено, что зависимость относительной интенсивности люминесценции ионов  $\text{Bi}^{3+}$  от концентрации переходного элемента в висмутатно-боратных стеклообразных образцах имеет сложный характер. Анализ экспериментальных результатов позволил предположить, что уменьшение интенсивности излучения ионов  $\text{Bi}^{3+}$  происходит по гиперболическому закону и предложить для описания зависимости величины относительной люминесценции от содержания иона переходного элемента уравнение Штерна-Фольмера:

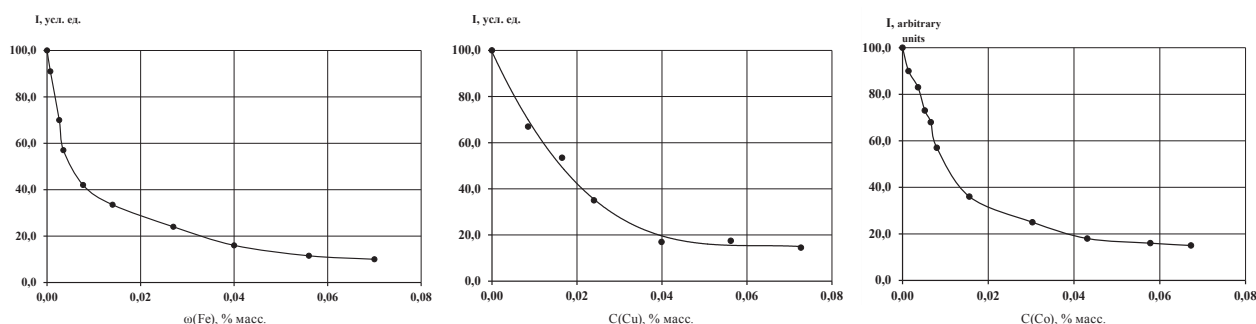


Рис. 2. Зависимость интенсивности люминесценции висмутатно-боратных стекловидных образцов, легированных оксидами Fe (III), Co (III), Cu (II)

Fig. 2. Dependence of the luminescence intensity of bismuth-borate glassy RMs doped with Fe (III), Co (III), Cu (II) oxides

$$\frac{I_0}{I} = 1 + a \cdot C^b, \quad (1)$$

где:  $I_0$  – интенсивность собственной люминесценции стекловидного образца состава 70 % масс.  $B_2O_3$ –30 % масс.  $B_2O_3$ ;  $I$  – интенсивность люминесценции стекловидных образцов состава 70 % масс.  $B_2O_3$ –30 % масс.  $B_2O_3$ , легированных оксидами переходных металлов;  $a$  – константа тушения;  $C$  – содержание иона переходного металла в стекловидном образце;  $b$  – параметр, учитывающий механизм взаимодействия (указывает на различные способы механизма тушения).

Построены градуировочные зависимости в координатах  $\ln[(I_0/I)-1] = f(\ln C)$  (где  $I_0$  и  $I$  – интенсивность люминесценции иона  $Bi^{3+}$  в образце, не содержащем и содержащем ионы переходного элемента соответственно,  $C$  – концентрация иона переходного элемента в образце). Данные представлены на рис. 3 и в табл. 1.

Наибольший эффект тушения собственной люминесценции ионов 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 висму-

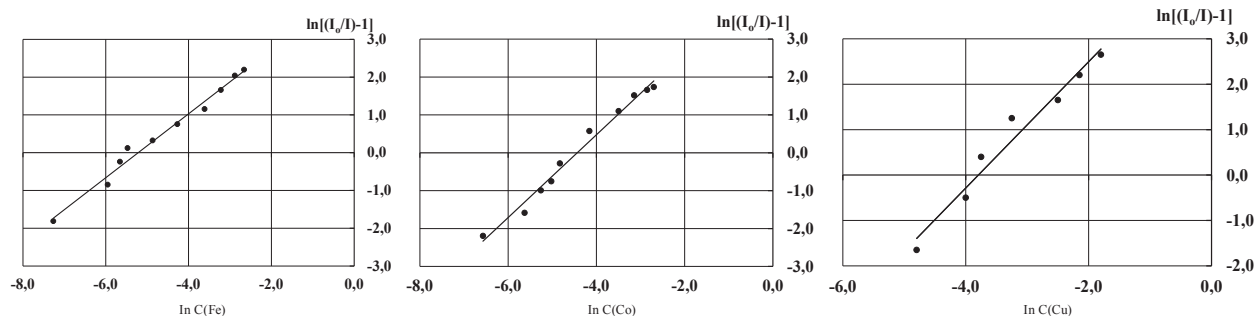


Рис. 3. Градуировочные зависимости для люминесцентного определения Fe, Co, Cu

Fig. 3. Calibration dependencies for the luminescence determination of Fe, Co, Cu

Таблица 1. Уравнения градуировочных зависимостей тушения люминесценции ионов  $Bi^{3+}$  в висмутатно-боратных стеклах, легированных ионами переходных элементов при  $T=77K$  ( $P=0,95$ ,  $n=5$ )

Table 1. Calibration dependence equations for luminescence quenching of  $Bi^{3+}$  ions in bismuth-borate glasses doped with transition element ions at  $T = 77K$  ( $P = 0.95$ ,  $n = 5$ )

| Объект анализа | Анализируемый компонент | Уравнение градуировочной зависимости вида $\ln[(I_0/I)-1]=a+b \cdot \ln C$ | $R^2$ | $C_{min}$ , % масс. |
|----------------|-------------------------|----------------------------------------------------------------------------|-------|---------------------|
| $Fe_2O_3$      | Fe                      | $\ln[I_0/I-1] = 4,41 + 0,85 \cdot \ln C(Fe)$                               | 0,97  | 0,001               |
| $Co_2O_3$      | Co                      | $\ln[I_0/I-1] = 4,85 + 1,09 \cdot \ln C(Co)$                               | 0,99  | 0,001               |
| $CuO$          | Cu                      | $\ln[I_0/I-1] = 5,22 + 1,25 \cdot \ln C(Cu)$                               | 0,97  | 0,003               |



татно-боратных стеклообразных образцах разработана методика низкотемпературного люминесцентного определения содержания меди в висмутсодержащих высокотемпературных сверхпроводниках (Bi–ВТСП), имеющих большое практическое значение ввиду достаточной пластичности, отсутствия сильно летучих (Hg, Tl–ВТСП), токсичных (Hg, Tl–ВТСП) и дорогостоящих элементов (Y, PЗЭ–ВТСП). ВТСП – это фазы переменного состава. Их реальный химический состав отличается от состава, отраженного химической формулой. Содержание атомов висмута, стронция и кальция обычно взаимозависимы [7]. Были приготовлены стеклообразные образцы, легированные CuO и Bi–ВТСП состава  $\text{Bi}_{2+x+z}\text{Sr}_{2-x-y}\text{Ca}_{n-1-z+y}\text{Cu}_{n-y}\text{O}_{4+2n+\delta}$ , и изучены их люминесцентные свойства. На основании полученных экспериментальных данных построены уравнения градуировочных зависимостей, представленные в табл. 2.

Границы доверительных интервалов для коэффициентов «а» и «b» оценили при заданном уровне значимости  $\beta=0,01$  по функции Лапласа. В этом случае натуральный логарифм коэффициента «а» может иметь значения  $3,65 < \ln a < 5,12$ , а коэффициента «b» –  $1,19 < \ln b < 1,47$ . Сопоставление уравнений, описывающих эти градуировочные зависимости, показало их совпадение в пределах доверительного интервала. Следовательно, для определения меди в составе Bi–ВТСП, содержащих на ряду с медью элементы, не участвующие в тушении ионов  $\text{Bi}^{3+}$ , можно использовать образцы сравнения, легированные только CuO.

Так как показатель степени в уравнении (1) больше единицы, можно предположить, что ионы меди одновременно участвуют в процессах тушения по различным механизмам (миграционный и мультипольный). Поскольку величина «b» незначительно больше единицы, то вкладом в тушение за счет мультипольного взаимодействия можно пренебречь [8].

Были оценены метрологические характеристики методики определения меди низкотемпературным люминесцентным методом в Bi–ВТСП состава  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_6$  (табл. 3) по РМГ 61–2010 [9]. Погрешность люминесцентного определения меди в ВТСП не превышает 0,05 в относительных единицах, предел определения – 0,001 % масс.

Правильность методики низкотемпературного люминесцентного метода определения меди установили также путем сопоставления ее результатов с результатами, полученными рентгенофлуоресцентным и атомно-абсорбционным методами (табл. 3).

Появление новых высокотемпературных сверхпроводящих фаз в системах Sr–Ln–Cu–O, Hg–Ce–Sr–Ca–Ln–Cu (Ln=La–Lu) вызывает необходимость контроля содержания элементов, входящих в их состав. Установлено, что введение в висмутатно-боратную стеклообразную матрицу оксидов редкоземельных ионов (РЗИ) (Sm, Eu, Tb, Dy, Tm) приводит к уменьшению интенсивности люминесцентного излучения ионов  $\text{Bi}^{3+}$  с увеличением содержания РЗИ при 77K (рис. 4а), которая (как и в случае присутствия в стеклообразных образцах переходных элементов) подчиняется закону Штерна-Фольмера. Наименьшее влияние на люминесценцию ионов  $\text{Bi}^{3+}$  оказывали ионы  $\text{Dy}^{3+}$ . При комнатной температуре в спектре висмутатно-боратного образца, легированного диспрозием, наблюдали две узкие полосы излучения с максимумом при 485 нм, соответствующую  $^4\text{F}_{9/2} \rightarrow ^6\text{H}_{15/2}$  переходу, и с максимумом 580 нм, соответствующую  $^4\text{F}_{9/2} \rightarrow ^6\text{H}_{13/2}$  переходу (рис. 4б).

Для изучения совместного влияния РЗИ и иона переходного элемента на собственную люминесценцию стеклообразных образцов были приготовлены висмутатно-боратные образцы, в матрицу которых вводили 0,5 % масс.  $\text{Dy}_2\text{O}_3$  и CuO в концентрации от 0,001 до 0,25 % масс. Содержание  $\text{Dy}_2\text{O}_3$ , равное 0,5 % масс.,

Таблица 2. Уравнения градуировочных зависимостей люминесценции висмутатно-боратных стекол при  $T=77\text{K}$  от содержания меди ( $n=5$ ,  $P=0,95$ )

Table 2. Equations for the calibration dependencies of the luminescence of bismuth-borate glasses at  $T=77\text{K}$  on the copper content ( $n=5$ ,  $P=0,95$ )

| Объект анализа                                              | Уравнение градуировочной зависимости вида $\ln[(I_0/I)-1]=a+b \cdot \ln C$ | $R^2$ | $C_{\min}$ , % масс. |
|-------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------|-------|----------------------|
| CuO                                                         | $\ln[I_0/I-1]=4,88+1,25 \cdot \ln C(\text{Cu})$                            | 0,997 | 0,001                |
| $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_6$                        | $\ln[I_0/I-1]=4,91+1,33 \cdot \ln C(\text{Cu})$                            | 0,996 | 0,001                |
| $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$             | $\ln[I_0/I-1]=4,12+1,31 \cdot \ln C(\text{Cu})$                            | 0,995 | 0,003                |
| $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ | $\ln[I_0/I-1]=4,25+1,34 \cdot \ln C(\text{Cu})$                            | 0,996 | 0,001                |

Таблица 3. Метрологические характеристики определения содержания меди в  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_6$ , с использованием различных инструментальных методов анализа ( $P=0,95$ ,  $n=5$ )

Table 3. Metrological characteristics of the determination of copper content in  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_6$ , using various instrumental methods of analysis ( $P=0.95$ ,  $n=5$ )

| Метод анализа | Принятое опорное значение $C(\text{Cu})$ , % масс. | Среднее арифм. значение результатов анализа $C(\text{Cu})$ , % масс. | Оценка СКО повторяемости $\sigma_r$ , % масс. | Оценка СКО внутрилаб. прецизионности $\sigma_R$ , % масс. | Оценка показателя правильности $\pm \Delta c$ , % масс. | Оценка показателя точности $\pm \Delta$ , % масс. |
|---------------|----------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------|-----------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------|---------------------------------------------------|
| Люма          | 0,13                                               | 0,14                                                                 | 0,0024                                        | 0,0024                                                    | 0,0053                                                  | 0,0071                                            |
|               | 0,17                                               | 0,17                                                                 | 0,0029                                        | 0,0029                                                    | 0,0065                                                  | 0,0086                                            |
|               | 0,28                                               | 0,27                                                                 | 0,0041                                        | 0,0041                                                    | 0,0094                                                  | 0,012                                             |
|               | 0,34                                               | 0,34                                                                 | 0,0051                                        | 0,0051                                                    | 0,012                                                   | 0,015                                             |
| РФЛА          | 0,13                                               | 0,14                                                                 | 0,0014                                        | 0,0014                                                    | 0,0035                                                  | 0,0045                                            |
|               | 0,17                                               | 0,16                                                                 | 0,0016                                        | 0,0016                                                    | 0,0043                                                  | 0,0053                                            |
|               | 0,28                                               | 0,29                                                                 | 0,0029                                        | 0,0029                                                    | 0,0074                                                  | 0,0094                                            |
|               | 0,34                                               | 0,33                                                                 | 0,0033                                        | 0,0033                                                    | 0,0086                                                  | 0,011                                             |
| ААА           | 0,13                                               | 0,14                                                                 | 0,0028                                        | 0,0028                                                    | 0,0059                                                  | 0,0080                                            |
|               | 0,17                                               | 0,16                                                                 | 0,0032                                        | 0,0032                                                    | 0,0069                                                  | 0,0093                                            |
|               | 0,28                                               | 0,29                                                                 | 0,0058                                        | 0,0058                                                    | 0,012                                                   | 0,017                                             |
|               | 0,34                                               | 0,33                                                                 | 0,0066                                        | 0,0066                                                    | 0,014                                                   | 0,019                                             |

соответствовало максимально возможному его содержанию в диапазоне линейной зависимости собственной люминесценции  $\text{Dy}^{3+}$  от его концентрации при комнатной температуре. Исследовали люминесцентные свойства полученных стеклообразных образцов при температурах 77К и 298К (рис. 4).

Установлено, что 90% уменьшение интенсивности люминесценции при температуре 298К достигается

при содержании  $\text{Dy}^{3+}$  в образцах, равном 0,06% масс. Построена градуировочная зависимость в логарифмических координатах  $\ln[(I_0/I)-1] = f(\ln C)$  для определения содержания меди в диапазоне от 0,001 до 0,06% масс. (где  $I_0$  – интенсивность люминесценции  $\text{Dy}^{3+}$  в образце, не содержащем ионы  $\text{Cu}^{2+}$ ;  $I$  – интенсивность люминесценции  $\text{Dy}^{3+}$  в образце, содержащем ионы  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $C$  – концентрация ионов  $\text{Cu}^{2+}$ ), представленная в табл. 4.

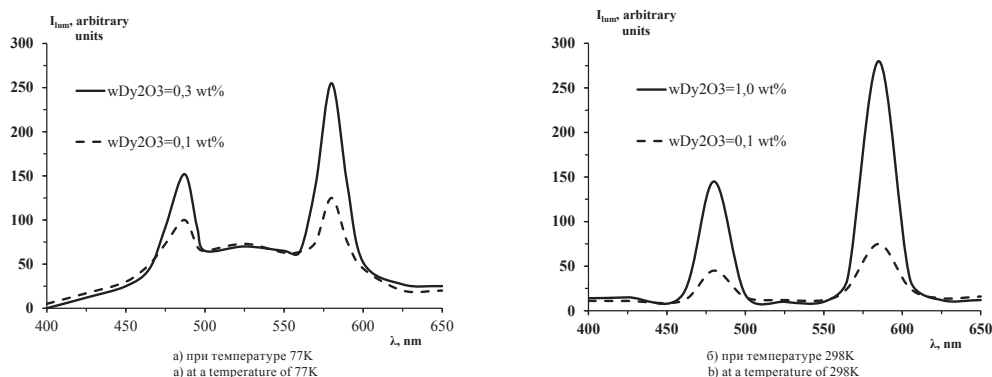


Рис. 4. Спектры люминесценции висмутатно-боратных стекол, легированных  $\text{Dy}_2\text{O}_3$

Fig. 4. Luminescence spectra of bismuth-borate glasses doped with  $\text{Dy}_2\text{O}_3$

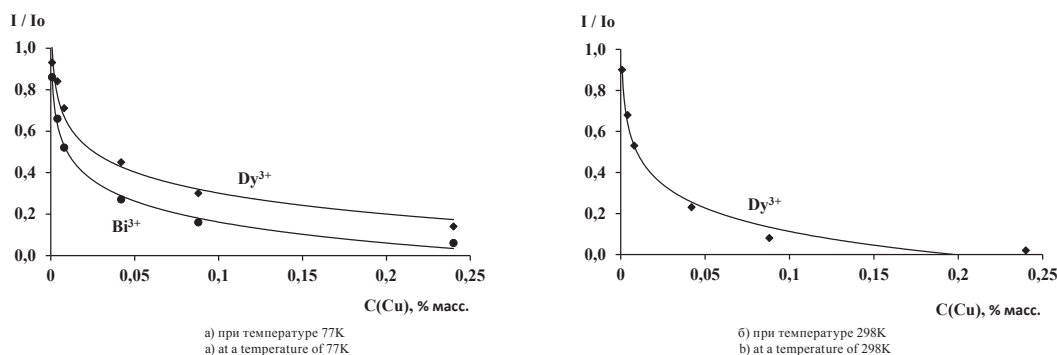


Рис. 5. Зависимости интенсивности люминесценции  $\text{Bi}^{3+}$  и  $\text{Dy}^{3+}$  в висмутатно-боратных стеклообразных образцах от содержания меди

Fig. 5. Dependencies of the luminescence intensity of  $\text{Bi}^{3+}$  and  $\text{Dy}^{3+}$  in bismuth-borate glassy RMs on the copper content

Таблица 4. Уравнение градуировочной зависимости люминесцентного определения содержания меди с использованием висмутатно-боратных стекол на основе 70 % масс.  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ –29,5 % масс.  $\text{B}_2\text{O}_3$ –0,5 % масс.  $\text{Dy}_2\text{O}_3$  при  $T=298\text{K}$  ( $P=0,95$ ,  $n=5$ )

Table 4. Calibration dependence equation for the luminescent determination of copper content using bismuth-borate glasses based on 70 wt%  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ –29.5 wt %  $\text{B}_2\text{O}_3$ –0.5 wt %  $\text{Dy}_2\text{O}_3$  at  $T=298\text{K}$  ( $P=0.95$ ,  $n=5$ )

| Объект анализа | Анализируемый компонент | Уравнение градуировочной зависимости вида $\ln[(I_0/I) - 1] = a + b \cdot \ln C(\text{Cu})$ <sup>1)</sup> | $R^2$ | $C(\text{Cu})_{\min}$ , % масс. |
|----------------|-------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|---------------------------------|
| CuO            | Cu                      | $\ln[I_0/I - 1] = 5,01 + 1,03 \cdot \ln C(\text{Cu})$                                                     | 0,992 | 0,001                           |

<sup>1)</sup>  $I_0$  – интенсивность люминесцентного излучения  $\text{Dy}^{3+}$  в стекловидном образце состава 70 % масс.  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ –29,5 % масс.  $\text{B}_2\text{O}_3$ –0,5 % масс.  $\text{Dy}_2\text{O}_3$

Полученные результаты показывают, что практически полное тушение люминесценции диспрозия наступает при содержании меди 0,06 % масс. (рис. 5б). Поэтому его люминесцентное определение невозможно при высоких концентрациях тушителей. Разработана методика люминесцентного определения содержания меди при комнатной температуре с использованием висмутатно-боратных стеклообразных образцов, легированных  $\text{Dy}_2\text{O}_3$ .

Анализ спектров люминесценции висмутатно-боратных стеклообразных образцов при температуре 77K показал, что имеет место одновременное тушение ионами  $\text{Cu}^{2+}$  как люминесцентного излучения иона  $\text{Bi}^{3+}$ , так и иона редкоземельного элемента, что затрудняет возможность использования количественных характеристик процесса тушения люминесценции для определения элемента-тушителя. В связи с этим целесообразно для люминесцентного анализа элемента-тушителя с применением висмутатно-боратных стеклообразных образцов использовать комнатные температуры, при которых экситонные переходы ионов  $\text{Bi}^{3+}$  в процессе люминесценции играют очень малую роль.

### Заключение

1. Висмутатно-боратные стеклообразные образцы люминесцируют при температуре 77K по экситонному механизму (так же, как и кристаллы германоэвлитина). Излучательный процесс характеризуется наличием широкой спектральной полосы люминесценции, связанной с самым нижним разрешенным переходом  $^3P_1 \rightarrow ^1S_0$  ионов  $\text{Bi}^{3+}$ . При комнатной температуре люминесцентное излучение ионов  $\text{Bi}^{3+}$  в образцах отсутствует.

2. Исследован процесс фотолюминесценции висмутатно-боратных стеклообразных образцов, легированных оксидами переходных и редкоземельных элементов, при температурах 77K и 298K. Установлено, что наличие в составе висмутсодержащих стеклообразных образцов ионов элементов-гасителей люминесценции (Cu, Co, Fe) приводит к тушению экситонной полосы собственного излучения ионов  $\text{Bi}^{3+}$  при температуре 77K. В ряду изученных элементов-гасителей люминесценции Cu–Co–Fe наибольший эффект тушения собственной люминесценции ионов висмута (примерно в 1,5 раза) наблюдали для образцов, содержащих ионы  $\text{Cu}^{2+}$ . Полученные зависимости интенсивности люминесцентного излучения ионов  $\text{Bi}^{3+}$  от содержания иона переходного элемента



описываются уравнением Штерна-Фольмера. В этих уравнениях коэффициенты для изученных переходных элементов различаются, что может быть использовано для определения содержания элементов-гасителей люминесценции в случае присутствия разных ионов переходных элементов.

3. Установлено, что люминесценция висмутатно-боратных стеклообразных образцов, активированных ионами редкоземельных элементов, при температуре 77К характеризуется наличием собственной экситонной люминесценцией стекол ( $\text{Bi}^{3+}$ ) и линиями излучения иона элемента-активатора, обусловленных f-f-переходами между термами ионов редкоземельных элементов.

4. Установлено, что при совместном присутствии РЗИ (Dy) и ионов переходных элементов (Cu) в составе висмутатно-боратных стеклообразных образцов при

температуре 77К происходит тушение люминесценции лантаноида и собственного экситонного излучения стекол ( $\text{Bi}^{3+}$ ) ионами переходного элемента.

5. Разработана методика низкотемпературного люминесцентного определения меди в Bi-ВТСП состава  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_6$  с относительной погрешностью не более 0,05 и пределом определения 0,001 % масс. Установлено, что для определения меди в составе Bi-ВТСП, содержащих наряду с медью элементы, не участвующие в тушении ионов  $\text{Bi}^{3+}$ , можно использовать образцы сравнения, легированные только оксидом меди. Правильность разработанной методики была проверена рентгенофлуоресцентным и атомно-абсорбционным методами анализа.

*Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Кутвицкий В. А., Борисова В. В., Миронова Е. В., Маруф М. Разработка способа синтеза многофункциональных стекловидных образцов на основе стеклообразующих флюсов системы  $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{--B}_2\text{O}_3$  // Стандартные образцы. 2015. № 4. С. 34–45.
2. 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.
3. 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. 7 с.
4. Пустоваров В. А. Спектроскопия редкоземельных ионов. Учебно-электронное текстовое издание, 2016. Екатеринбург: УрФУ. 69 с.; <https://study.urfu.ru>
5. Шульгин Б. В., Полупанова Т. И., Кружалов А. В. и др. Ортогерманат висмута. Свердловск: Уральское отд. В/О «Внешторгиздат», 1992. 170 с.
6. Марфунин А. С. Спектроскопия, люминесценция и радиационные центры в минералах. М.: Недра, 1985. 320 с.
7. Кравченко В. С. Химические и материаловедческие аспекты исследования поликристаллических висмутсодержащих высокотемпературных сверхпроводников // Успехи химии, 2008. Т. 77, № 6. С. 585–614.
8. Полуэктов Н. С. Спектроскопия в координационной и аналитической химии. Киев: Наукова Думка, 1990. 119 с.
9. РМГ 61–2010 ГСИ. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки. М.: Стандартинформ, 2012. 58 с.

## REFERENCES

1. Kutivitskij V. A., Borisova V. V., Mironova E. V., Maruf M. Development of the method of synthesis for polyfunctional vitreous samples on the basis of glassy flux in  $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{--B}_2\text{O}_3$  system. Reference materials. 2015;4:34–45 (In Russ.).
2. GOST 8.531-2002. State system for ensuring the uniformity of measurements. Reference materials of composition of solid and disperse materials. Ways of homogeneity assessment. IPK Izdatelstvo standartov, Moscow, 2002, 12 p. (In Russ.).
3. R 50.2.031-2003. State system for ensuring the uniformity of measurements. Reference materials for the composition and properties of substances and materials. Procedure for assessing stability characteristics. IPK Izdatelstvo standartov, Moscow, 2003, 7 p. (In Russ.).
4. Pustovarov V. A. Rare-earth ion spectroscopy. Electronic publication. UrFU, Ekaterinburg. 2016. 69 p. <https://www.study.urfu.ru>
5. Shulgin B. V., Polupanova T. I., Kruzhalov A. V. et al. Bismuth Orthogermanate. Sverdlovsk, Vneshtorgizdat, 1992, 170 p. (In Russ.).
6. Marfunin A. S. Spectroscopy, luminescence and radiation centers in minerals. Moscow, Nedra, 1985, 320 p. (In Russ.).
7. Kravchenko V. S. Chemical and materials science aspects of the studies of polycrystalline bismuth-based high-temperature superconductors. Russian Chemical Reviews, 2008;77(6): 585–614 (In Russ.).
8. Poluektov N. S. Spectroscopy in coordination and analytical chemistry. Kiev, Naukova Dumka, 1990, 119 p (In Russ.).
9. RMG 61–2010 Accuracy, trueness and precision measures of the procedures for quantitative chemical analysis. Methods of evaluation. Standartinform, Moscow, 2012, 58 p (In Russ.).

## ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

**Борисова Валентина Васильевна** – доцент кафедры метрологии и стандартизации Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «МИРЭА – Российский технологический университет» (РТУ МИРЭА).  
Российская Федерация, 119454, Москва, проспект Вернадского, д. 78  
e-mail: vv\_borisova@mail.ru  
ORCID: 0000-0003-4701-5288

**Кутвицкий Валентин Александрович** – профессор, профессор кафедры метрологии и стандартизации Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «МИРЭА – Российский технологический университет» (РТУ МИРЭА).  
Российская Федерация, 119454, Москва, проспект Вернадского, д. 78  
e-mail: kutvolga@yandex.ru

**Миронова Елена Валерьевна** – старший преподаватель кафедры аналитической химии имени Алимарина И. П. Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «МИРЭА – Российский технологический университета» (РТУ МИРЭА).  
Российская Федерация, 119454, Москва, проспект Вернадского, д. 78  
e-mail: mironova\_ev@mitht.ru

**Романова Инна Алексеевна** – аспирантка кафедры метрологии и стандартизации Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «МИРЭА – Российский технологический университет» (РТУ МИРЭА).  
Российская Федерация, 119454, Москва, проспект Вернадского, д. 78  
e-mail: romanova\_i@mirea.ru

**Останина Ольга Ивановна** – доцент кафедры метрологии и стандартизации Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «МИРЭА – Российский технологический университет» (РТУ МИРЭА).  
Российская Федерация, 119454, Москва, проспект Вернадского, д. 78  
e-mail: ostanina@mirea.ru

## INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

**Valentina V. Borisova** – associate professor of the Department of metrology and standardization of Federal State Budget Educational Institution of Higher Education «MIREA – Russian Technological University» (RTU MIREA).  
78, Vernadskogo ave., Moscow, 119454, Russian Federation  
e-mail: vv\_borisova@mail.ru  
ORCID: 0000-0003-4701-5288

**Valentin A. Kutvitsky** – professor, professor of the metrology and standardization Department of Federal State Budget Educational Institution of Higher Education «MIREA – Russian Technological University» (RTU MIREA).  
78, Vernadskogo ave., Moscow, 119454, Russian Federation  
e-mail: kutvolga@yandex.ru

**Elena V. Mironova** – teacher, Department of Analytical Chemistry named Alimarin I. P. Federal State Budget Educational Institution of Higher Education «MIREA – Russian Technological University» (RTU MIREA).  
78, Vernadskogo ave., Moscow, 119454, Russian Federation  
e-mail: mironova\_ev@mitht.ru

**Inna A. Romanova** – post-graduate student of the Metrology and Standardization Department of Federal State Budget Educational Institution of Higher Education «MIREA – Russian Technological University» (RTU MIREA).  
78, Vernadskogo ave., Moscow, 119454, Russian Federation  
e-mail: romanova\_i@mirea.ru

**Olga I. Ostanina** – associate professor of the Department of metrology and standardization of Federal State Budget Educational Institution of Higher Education «MIREA – Russian Technological University» (RTU MIREA).  
78, Vernadskogo ave., Moscow, 119454, Russian Federation  
e-mail: ostanina@mirea.ru

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

© М. П. Крашенинина<sup>а</sup>, М. Ю. Медведевских<sup>а</sup>, Е. В. Галеева<sup>б</sup>, Р. Р. Галеев<sup>б</sup>

<sup>а</sup> ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»),  
г. Екатеринбург, Российская Федерация  
Resercher ID: B-8302–2019, e-mail: krasheninina\_m@uniim.ru

<sup>б</sup> ФГБУ «Информационно-методический центр по экспертизе, учету и анализу обращения средств медицинского применения» Росздравнадзора (ФГБУ «ИМЦЭУАОСМП» Росздравнадзора),  
г. Москва, Российская Федерация  
ORCID: 0000–0003–4588–675X, e-mail: miniram532@gmail.com

Поступила в редакцию – 3 ноября 2018 г., после доработки – 30 ноября 2018 г.

Принята к публикации – 30 ноября 2018 г.

**Введение.** В статье представлены результаты аттестации методики идентификации и последующего количественного определения основных компонентов в инъекционных лекарственных средствах двухкомпонентного состава (действующее вещество и растворитель) методом спектрометрии комбинационного рассеяния света. Основная задача исследования заключалась в подборе подходов для оценки метрологических характеристик методики измерений, включающих учет методических параметров, а также обеспечивающих метрологическую прослеживаемость результатов измерений до единиц СИ.

**Материалы и методы.** С этой целью в работе использован Государственный вторичный эталон единиц массовой доли, массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе объемного титриметрического анализа ГВЭТ 176-1-2010. В качестве объектов исследования для оценки метрологических характеристик методики измерений были использованы: аскорбиновая кислота, новокаин и тиосульфат натрия.

**Результаты исследования:** Авторами работы продемонстрированы результаты аттестации методики измерений, корректность установления которых подтверждена результатами межлабораторных сличительных испытаний.

**Обсуждение и заключения:** Полученные результаты подтвердили показатели точности методики идентификации и последующего количественного определения, следовательно, ее применимость для определения содержания основных компонентов в инъекционных лекарственных средствах двухкомпонентного состава, кроме того показана возможность разработки стандартных образцов на основе исследуемых лекарственных препаратов. Дальнейшее развитие данного исследования может быть направлено на разработку и аттестацию методики идентификации и последующего количественного определения основных компонентов в инъекционных лекарственных средствах трёхкомпонентного и более сложного состава.

## Ссылка при цитировании:

Крашенинина М. П., Медведевских М. Ю., Галеева Е. В., Галеев Р. Р. Применение спектрометрии комбинационного рассеяния света с целью контроля качества лекарственных средств, находящихся в инъекционной форме // Стандартные образцы. 2019. Т. 15. № 1. С. 39–53. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-1-39-53.

## For citation:

Krasheninina M. P., Medvedevskikh M. Yu., Galeeva E. V., Galeev R. R. Application of Raman spectroscopy in the quality control of injectable medicines. Reference materials. 2019; 15 (1): 39–53. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-1-39-53 (In Russ.).

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

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

DOI: 10.20915/2077-1177-2019-15-1-39-53

## APPLICATION OF RAMAN SPECTROSCOPY IN THE QUALITY CONTROL OF INJECTABLE MEDICINES

© Maria P. Krasheninina<sup>a</sup>, Maria Yu. Medvedevskikh<sup>a</sup>, Ekaterina V. Galeeva<sup>b</sup>, Roman R. Galeev<sup>b</sup>

<sup>a</sup>Ural Research Institute for Metrology (UNIIM),  
Ekaterinburg, Russian Federation  
Resercher ID: B-8302–2019, e-mail: krasheninina\_m@uniim.ru

<sup>b</sup>Information and Methodological Center for Expert Evaluation, Recording  
and Analysis of Circulation of Medical Products of Roszdravnadzor,  
Moscow, Russian Federation  
ORCID: 0000–0003–4588–675X, e-mail: miniram532@gmail.com

Received – 3 November, 2018. Revised – 30 November, 2018.

Accepted for publication – 30 November, 2018.

*This paper presents the results of the identification procedure certification and subsequent quantitative determination of the active ingredients of two-component injectable medicines (active ingredient and solvent) using Raman spectroscopy. The main objective of the research was to select approaches for estimating the metrological characteristics of the measurement procedure, which include consideration of the methodological parameters and provide the metrological traceability of measurement results to SI units. According to this purpose, the GVET 176-1-2010 State Secondary Measurement Standard for units of mass fraction, mass (molar) concentration of components in solid and liquid substances and materials based on volumetric titration was used. The following substances were chosen as the research objects for estimating the metrological characteristics of the measurement procedure: ascorbic acid, novocaine and sodium thiosulphate. The authors of the work have demonstrated the measurement-procedure certification results, whose accurate determination was confirmed by the results of interlaboratory comparisons. The obtained results confirmed the accuracy of the identification procedure and subsequent quantitative determination, which proves its applicability for the determination of the active ingredients in two-component injectable medicines. In addition, the possibility of developing reference materials based on the medicines under study is indicated. Further development of this study may be directed at the development of an identification procedure and its certification, with subsequent quantitative determination of the active ingredients of injectable medicines having three components as well as those having a more complex composition.*

**Keywords:** Raman spectroscopy, identification and authentication of medicines, measurement procedure certification

### Введение

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 (метод КРС) при проведении рутинных измерений об-

ладает 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]. Например, применение метода КРС описано в работе [2] для характеристики водно-этанольных растворов, а в работе [3] представлено одновременное количественное определение глицерина и ацетата калия в водном растворе. Метод КРС применяется для качественного и количественного определения основных компонентов лекарственных препаратов [4–12].

Спектр комбинационного рассеяния (далее – Рамановский спектр) возникает при облучении вещества монохроматическим лазерным излучением ультрафиолетового или видимого диапазона (диапазон длин волн от ультрафиолетовой до ближней инфракрасной области). Под действием излучения молекулы вещества поляризуются и рассеивают свет в интервале от 2 до 4000 см<sup>-1</sup> волновых чисел. Если взаимодействие кванта падающего излучения с молекулой, находящейся в основном или возбужденном колебательном состоянии, является упругим, то энергетическое состояние молекулы не меняется и частота рассеянного излучения будет такая же, как падающего (релеевская полоса Рамановского спектра). В случае неупругого взаимодействия происходит обмен энергией между квантом излучения и молекулой, за счет чего возникает рассеянное излучение, которое может быть большей или меньшей частоты (антистоксова и стоксова полосы соответственно). Таким образом, формируется Рамановский спектр. Спектры комбинационного рассеяния очень чувствительны к природе химических связей как в органических молекулах и полимерных материалах, так и в кристаллических решетках и кластерах, что обуславливает индивидуальность спектра конкретного вещества [13]. Схема переходов при комбинационном рассеянии света представлена на рис. 1.

Целью настоящей работы являлась аттестация методики идентификации и последующего количественного определения содержания основных компонентов методом КРС для лекарственных препаратов, находящихся в инъекционной форме, разработанная ФГБУ «ИМЦЭУАОСМП» Росздравнадзора, и подтверждение характеристик методики путем проведения межлабораторных сличительных испытаний (МСИ).

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

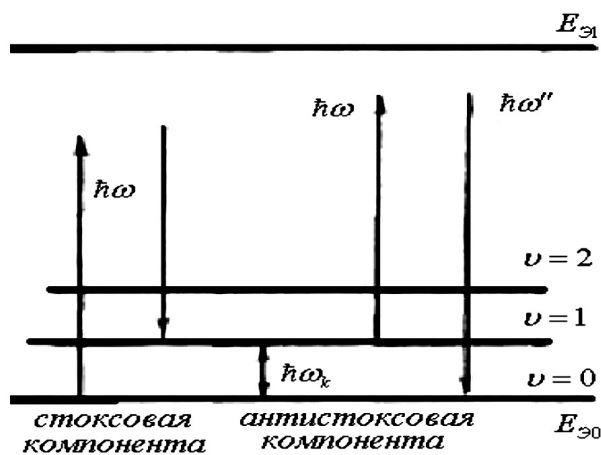


Рис. 1. Схема переходов при комбинационном рассеянии [14]

Fig. 1. Scheme showing transitions involved in Raman scattering [14]

### Аттестация методики измерений

Методика идентификации и последующего количественного определения содержания основных компонентов методом КРС для лекарственных препаратов распространяется на двухкомпонентные инъекционные лекарственные средства, состоящие из растворителя и действующего (основного) компонента. Разработка методики представлена в работе [15].

Спектры комбинационного рассеяния были получены с помощью программно-аппаратного комплекса (ПАК) «Мини-Рам 532» (рис. 2), в состав которого входит портативный раман-люминесцентный спектрометр Enspectr R532<sup>++</sup> со спектральным диапазоном 200–4000 см<sup>-1</sup>, источником излучения – лазером с длиной волны 532 нм. Анализ проводили при использовании программного обеспечения и базы данных спектров UniQue-lab, входящих в состав ПАК (рис. 3). Программное обеспечение разработано ФГБУ «ИМЦЭУАОСМП» Росздравнадзора для проведения скрининга качества лекарственных средств в рамках государственного контроля. Оно включает уникальные математические алгоритмы обработки сигнала, идентификации и количественного анализа для инъекционных лекарственных форм [15].

Методика идентификации 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.



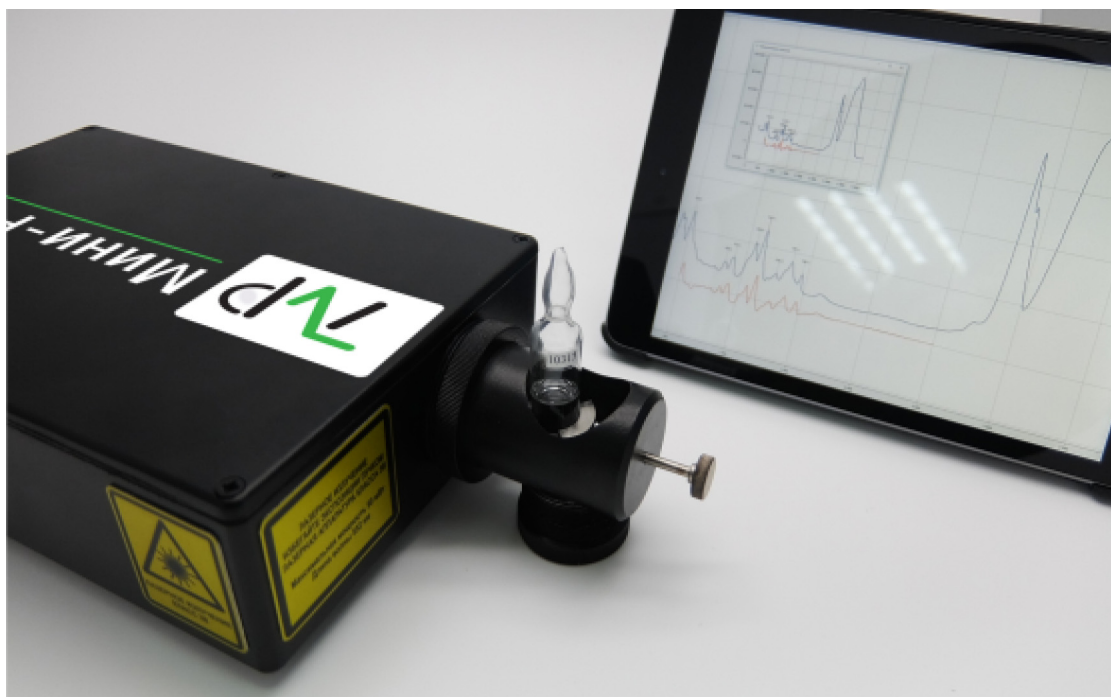


Рис. 2. Общий вид ПАК «Мини-Рам 532

Fig. 2. General view of the Mini-Ram 532 Raman Spectrometer System

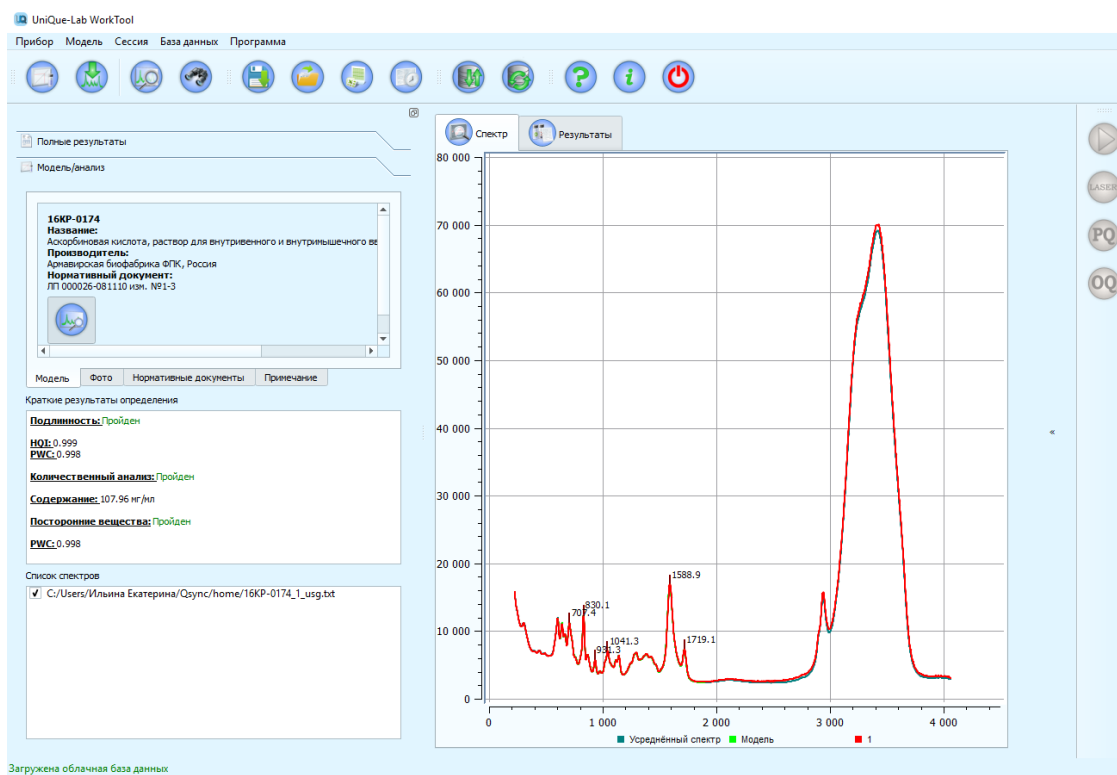


Рис. 3. Интерфейс программного обеспечения UniQue-lab

Fig. 3. The UniQue-Lab software interface

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.

Проверка статистических данных при измерении коэффициента корреляции на подчинение закону нормального распределения проведена в соответствии с [16].

Показатели точности оценены в виде показателей прецизионности, которые рассчитаны в соответствии с [17] по данным квазимежлабораторного эксперимента с участием пяти лабораторий. Метрологические характеристики приведены в табл. 1.

Количественная методика измерений содержания 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 величина для применяемого средства измерений.

В ходе аттестации методики измерений в качестве образцов для оценивания использовали лекарственные препараты: аскорбиновую кислоту, 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 CCQM-K130 [18] и CCQM-K149 [19], обеспечивает современное требование о прослеживаемости результатов измерений до единиц СИ [20].

Примеры спектров комбинационного рассеяния для аскорбиновой кислоты, новокаина и тиосульфата натрия представлены на рис. 4.

Оценка показателей прецизионности проведена в соответствии с [17]. 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 [21]. Факторы, подвергшиеся изучению: содержание основного компонента, вариант упаковки (объем ампулы), производитель, температура окружающей среды. Данные обрабатывали регрессионным анализом с помощью пакета Microsoft Excel.

Пределы варьирования факторов и план многофакторного эксперимента приведены в табл. 2 и 3 соответственно.

В ходе обработки данных многофакторного эксперимента получены следующее значение смещения:

– для новокаина с содержанием 5 мг/см<sup>3</sup>

$$\Delta P = 0,253(C - C_0) + 0,426(V - V_0) + 0,0001(P - P_0) + 0,108(T - T_0); \quad (2)$$

– для новокаина с содержанием 20 мг/см<sup>3</sup>

$$\Delta P = 1,010(C - C_0) - 0,005(V - V_0) - 1,320(P - P_0) + 0,092(T - T_0); \quad (3)$$

– для аскорбиновой кислоты с содержанием 50 мг/см<sup>3</sup>

$$\Delta P = 0,200(C - C_0) - 4,765(V - V_0) - 0,0001(P - P_0) + 1,083(T - T_0); \quad (4)$$

– для аскорбиновой кислоты с содержанием 100 мг/см<sup>3</sup>

$$\Delta P = 0,186(C - C_0) - 9,446(V - V_0) - 0,0001(P - P_0) + 2,172(T - T_0); \quad (5)$$

– для тиосульфата натрия с содержанием 300 мг/см<sup>3</sup>

$$\Delta P = 0,161(C - C_0) - 2,995(V - V_0) - 0,0005(P - P_0) + 3,588(T - T_0); \quad (6)$$

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

Table 1. Measurement range, repeatability and reproducibility, in fractions

| Диапазон измерений коэффициентов корреляции | Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение повторяемости единичного измерения), $\sigma_r$ | Показатель воспроизводимости (среднее квадратическое отклонение воспроизводимости единичного измерения), $\sigma_R$ |
|---------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| от 0 до 1,0                                 | 0,008                                                                                                       | 0,013                                                                                                               |



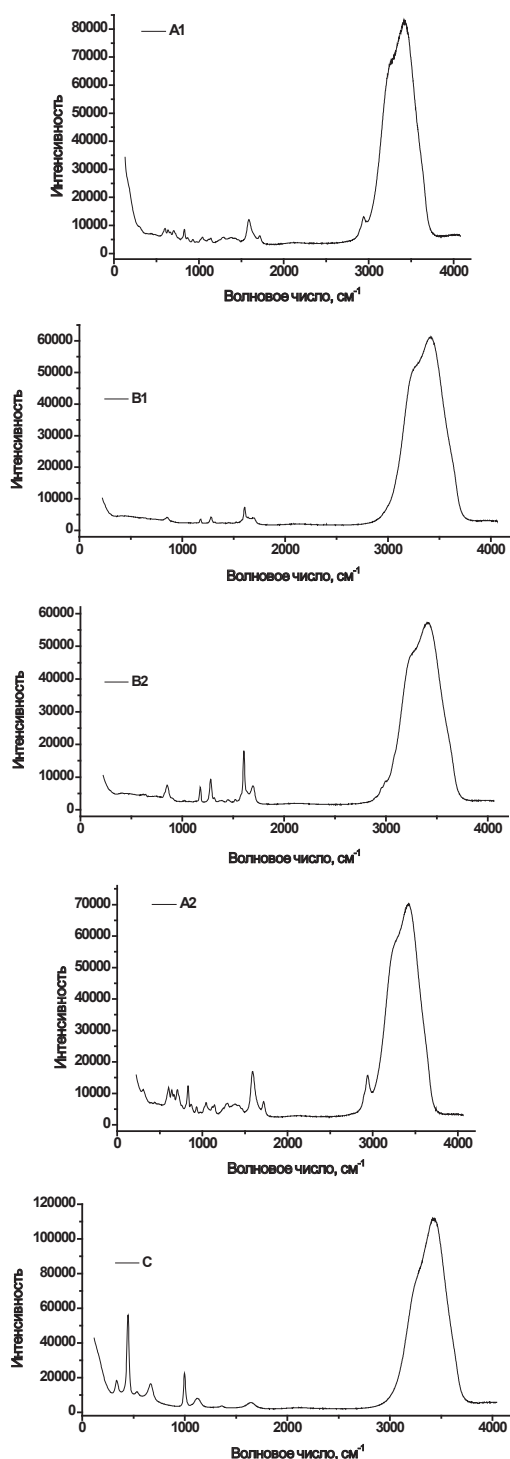


Рис. 4. Спектры КРС для аскорбиновой кислоты 50 мг/см³ (A1), аскорбиновой кислоты 100 мг/см³ (A2), новокаина 5 мг/см³ (B1), новокаина 20 мг/см³ (B2) и тиосульфата натрия 300 мг/см³ (C)

Fig. 4. Raman spectra for ascorbic acid 50 mg/cm³ (A1), ascorbic acid 100 mg/cm³ (A2), novocaine 5 mg/cm³ (B1), novocaine 20 mg/cm³ (B2) and sodium thiosulphate 300 mg/cm³ (C)

Влияние методических параметров рассчитывали по формулам:

– для новокаина с содержанием 5 мг/см³

$$\sum_{\xi=1}^P \left( \frac{\partial C_i}{\partial \Delta \Pi_{\xi}} \right)^2 \cdot \Delta^2(\Delta \Pi_{\xi}) = \sqrt{\left( 0,253 \frac{\Delta C}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( 0,426 \frac{\Delta V}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( 0,0001 \frac{\Delta P}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( 0,108 \frac{\Delta T}{\sqrt{3}} \right)^2}; \quad (7)$$

– для новокаина с содержанием 20 мг/см³

$$\sum_{\xi=1}^P \left( \frac{\partial C_i}{\partial \Delta \Pi_{\xi}} \right)^2 \cdot \Delta^2(\Delta \Pi_{\xi}) = \sqrt{\left( 1,010 \frac{\Delta C}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( 0,005 \frac{\Delta V}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( 1,320 \frac{\Delta P}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( 0,092 \frac{\Delta T}{\sqrt{3}} \right)^2}; \quad (8)$$

– для аскорбиновой кислоты с содержанием 50 мг/см³

$$\sum_{\xi=1}^P \left( \frac{\partial C_i}{\partial \Delta \Pi_{\xi}} \right)^2 \cdot \Delta^2(\Delta \Pi_{\xi}) = \sqrt{\left( 0,200 \frac{\Delta C}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( 4,465 \frac{\Delta V}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( 0,0001 \frac{\Delta P}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( 1,083 \frac{\Delta T}{\sqrt{3}} \right)^2}; \quad (9)$$

– для аскорбиновой кислоты с содержанием 100 мг/см³

$$\sum_{\xi=1}^P \left( \frac{\partial C_i}{\partial \Delta \Pi_{\xi}} \right)^2 \cdot \Delta^2(\Delta \Pi_{\xi}) = \sqrt{\left( 0,186 \frac{\Delta C}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( 9,45 + \frac{\Delta V}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( 0,0001 \frac{\Delta P}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( 2,172 \frac{\Delta T}{\sqrt{3}} \right)^2}; \quad (10)$$

– для тиосульфата натрия с содержанием 300 мг/см³

$$\sum_{\xi=1}^P \left( \frac{\partial C_i}{\partial \Delta \Pi_{\xi}} \right)^2 \cdot \Delta^2(\Delta \Pi_{\xi}) = \sqrt{\left( 0,161 \frac{\Delta C}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( 9,45 + \frac{\Delta V}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( 0,0001 \frac{\Delta P}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( 2,172 \frac{\Delta T}{\sqrt{3}} \right)^2};$$

$$+ \left( 2,995 + \frac{\Delta V}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( 0,0005 \frac{\Delta P}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( 3,558 \frac{\Delta T}{\sqrt{3}} \right)^2; \quad (11)$$

где  $\Delta C$  – содержание основного компонента, мг/см<sup>3</sup>;  
 $\Delta V$  – варианты упаковки (объем ампулы), см<sup>3</sup>;  
 $\Delta P$  – производитель лекарственного средства;  
 $\Delta T$  – температура окружающей среды.

Результаты измерений содержания основного компонента, полученные на ГВЭТ 176-1-2010, приведены в табл. 4.

Таблица 2. Пределы варьирования факторов многофакторного эксперимента

Table 2. Factor variation limits of a multi-factor experiment

| Номер фактора влияния | Фактор влияния                    | Наименование препарата            | X <sub>0</sub>         | Величина варьирования | X <sub>+</sub>         | X <sub>-</sub>         |
|-----------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|------------------------|-----------------------|------------------------|------------------------|
| 1                     | Содержание действующего препарата | Новокаин                          | 5 мг/см <sup>3</sup>   | 1 мг/см <sup>3</sup>  | 6 мг/см <sup>3</sup>   | 4 мг/см <sup>3</sup>   |
|                       |                                   |                                   | 20 мг/см <sup>3</sup>  | 4 мг/см <sup>3</sup>  | 24 мг/см <sup>3</sup>  | 16 мг/см <sup>3</sup>  |
|                       |                                   | Аскорбиновая кислота              | 50 мг/см <sup>3</sup>  | 10 мг/см <sup>3</sup> | 60 мг/см <sup>3</sup>  | 40 мг/см <sup>3</sup>  |
|                       |                                   |                                   | 100 мг/см <sup>3</sup> | 20 мг/см <sup>3</sup> | 120 мг/см <sup>3</sup> | 80 мг/см <sup>3</sup>  |
|                       |                                   | Тиосульфат натрия                 | 300 мг/см <sup>3</sup> | 60 мг/см <sup>3</sup> | 360 мг/см <sup>3</sup> | 240 мг/см <sup>3</sup> |
| 2                     | Варианты упаковки                 | Для всех лекарственных препаратов | 3 см <sup>3</sup>      | 1 см <sup>3</sup>     | 4 см <sup>3</sup>      | 2 см <sup>3</sup>      |
| 3                     | Производитель                     |                                   | 0                      | 1                     | Производитель 2 (1)    | Производитель 3 (-1)   |
| 4                     | Температура                       |                                   | 24 °C                  | 3 °C                  | 27 °C                  | 21 °C                  |

Таблица 3. План многофакторного эксперимента

Table 3. Multi-factor experiment design

| Номер опыта | Номер фактора                        |                      |                  |                |
|-------------|--------------------------------------|----------------------|------------------|----------------|
|             | 1                                    | 2                    | 3                | 4              |
|             | Содержание действующего препарата, С | Варианты упаковки, V | Производитель, Р | Температура, Т |
| 1           | X <sub>+</sub>                       | X <sub>+</sub>       | X <sub>+</sub>   | X <sub>+</sub> |
| 2           | X <sub>-</sub>                       | X <sub>-</sub>       | X <sub>+</sub>   | X <sub>+</sub> |
| 3           | X <sub>+</sub>                       | X <sub>-</sub>       | X <sub>+</sub>   | X <sub>+</sub> |
| 4           | X <sub>-</sub>                       | X <sub>+</sub>       | X <sub>+</sub>   | X <sub>+</sub> |
| 5           | X <sub>+</sub>                       | X <sub>+</sub>       | X <sub>-</sub>   | X <sub>+</sub> |
| 6           | X <sub>-</sub>                       | X <sub>-</sub>       | X <sub>-</sub>   | X <sub>+</sub> |
| 7           | X <sub>+</sub>                       | X <sub>-</sub>       | X <sub>-</sub>   | X <sub>+</sub> |
| 8           | X <sub>-</sub>                       | X <sub>+</sub>       | X <sub>-</sub>   | X <sub>+</sub> |
| 9           | X <sub>+</sub>                       | X <sub>+</sub>       | X <sub>+</sub>   | X <sub>-</sub> |
| 10          | X <sub>-</sub>                       | X <sub>-</sub>       | X <sub>+</sub>   | X <sub>-</sub> |
| 11          | X <sub>+</sub>                       | X <sub>-</sub>       | X <sub>+</sub>   | X <sub>-</sub> |
| 12          | X <sub>-</sub>                       | X <sub>+</sub>       | X <sub>+</sub>   | X <sub>-</sub> |
| 13          | X <sub>+</sub>                       | X <sub>+</sub>       | X <sub>-</sub>   | X <sub>-</sub> |
| 14          | X <sub>-</sub>                       | X <sub>-</sub>       | X <sub>-</sub>   | X <sub>-</sub> |
| 15          | X <sub>+</sub>                       | X <sub>-</sub>       | X <sub>-</sub>   | X <sub>-</sub> |
| 16          | X <sub>-</sub>                       | X <sub>+</sub>       | X <sub>-</sub>   | X <sub>-</sub> |

Таблица 4. Результаты измерений содержания основного компонента, полученные на ГВЭТ 176-1-2010  
Table 4. Measurement results for the active ingredient content obtained using GVET 176-1-2010

| Наименование лекарственного препарата | Содержание основного компонента, мг/см <sup>3</sup> | Показатель точности (границы, в которых находится абсолютная погрешность измерения с вероятностью P=0,95), $\pm \Delta_{ГВЭТ}$ , % |
|---------------------------------------|-----------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Аскорбиновая кислота                  | 50,9                                                | 2,3                                                                                                                                |
|                                       | 99,5                                                | 4,0                                                                                                                                |
| Новокаин                              | 4,89                                                | 0,20                                                                                                                               |
|                                       | 21,47                                               | 0,60                                                                                                                               |
| Тиосульфат натрия                     | 306,3                                               | 4,9                                                                                                                                |

Проверка значимости смещения результатов измерений, полученных по аттестуемой методике от результатов измерений, полученных на ГВЭТ 176-1-2010, проведена в соответствии с [17] с помощью t-критерия. Установлена незначимость смещения.

При незначимости смещения показатель правильности методики рассчитывали по формуле:

$$\Delta_{c,m} = 1,96 \sqrt{\frac{S_m^2}{L} + \frac{\Delta_{ГВЭТ}^2}{3} + \sum_{\xi=1}^P \left( \frac{\partial C_i}{\partial \Delta P_{\xi}} \right)^2} \cdot \Delta^2(\Delta P_{\xi}) = 1,96 \cdot \sigma_{c,m}, \quad (12)$$

где  $S_m^2$  – дисперсия, характеризующая разброс результатов измерений в условиях воспроизводимости, мг/см<sup>3</sup>;

$L$  – число результатов измерений, см<sup>3</sup>;

$\Delta_{ГВЭТ}^2$  – погрешность результата измерений, полученного на ГВЭТ 176-1-2010, мг/см<sup>3</sup>;

Полученные показатели точности методики измерений представлены в табл. 5.

### Организация и проведение МСИ

Следующим шагом в обеспечении качества лекарственных средств является участие испытательных ла-

бораторий в межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаниях для подтверждения надлежащего внедрения методики в лабораторную практику [22].

В 2018 г. ФГУП «УНИИМ» провел специальные МСИ для лабораторий Росздравнадзора в области количественного определения основных компонентов лекарственных препаратов методом КРС раунд: МСИ 241-Л2(КР)-1/2018, в области подтверждения подлинности (идентификации) инъекционных лекарственных препаратов методом КРС раунд: МСИ 241-Л1(КР)-1/2018.

В качестве объектов исследования в данном раунде МСИ были выбраны инъекционные лекарственные препараты со следующими основными компонентами:

- 2,3-Димеркаптопропансульфонат натрия (синоним: (RS)-2,3-бис(сульфанил)пропан-1-сульфонат; унитиол) обозначен как образец для проведения МСИ, Л(КР)№ 1 (см. рис. 5). Наименование лекарственного препарата – унитиол-ферейн [23].

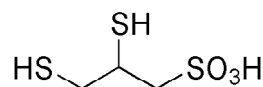


Рис. 5. Образец для проведения МСИ Л(КР) № 1

Таблица 5. Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости  
Table 5. Measurement range, accuracy, measurement repeatability and measurement reproducibility

| Диапазон измерений, мг/см <sup>3</sup> | Показатель повторяемости (относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости единичного измерения), $\sigma_r$ , % | Показатель воспроизводимости (относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости единичного измерения), $\sigma_R$ , % | Показатель точности (границы, в которых находится относительная погрешность измерения с вероятностью P=0,95), $\pm \delta$ , % |
|----------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| от 1 до 350                            | 5                                                                                                                             | 8                                                                                                                                     | 20                                                                                                                             |

- 2-(2-Карбоксилатозтил)-1,1,1-триметилгидразиний (синоним: 3-(2,2,2-триметилгидразиний пропионата дигидрат; мельдоний) обозначен как образец для проведения МСИ, Л(КР) № 2 (см. рис. 6). Наименование лекарственного препарата – мельдоний [24].

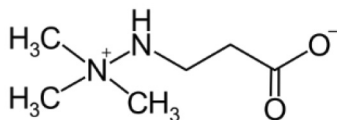


Рис. 6. Образец для проведения МСИ Л(КР) № 2

- Сульфат магния обозначен как образец для проведения МСИ, Л(КР) № 3 (см. рис. 7). Наименование лекарственного препарата – магния сульфат [25].

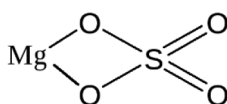


Рис. 7. Образец для проведения МСИ Л(КР) № 3

Использованные лекарственные препараты выпущены в объеме одной партии. Дополнительной подготовке не подвергались.

В качестве приписанных значений определяемых показателей использованы значения, полученные

на Государственном вторичном эталоне единиц массовой доли, массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе объемного титриметрического метода анализа ГВЭТ 176-1-2010. Схема передачи единицы представлена на рис. 8.

Исследование однородности и стабильности приписанных значений проводили с учетом [26]. Оценку неоднородности проводили методом однофакторного дисперсионного анализа ANOVA. Для этого отбирали шесть образцов, в каждом из которых провели пять параллельных измерений на ГВЭТ 176-1-2010. Результаты расчета приведены в табл. 7.

Выводы о соответствии требованиям неоднородности образцов для проведения МСИ приведены в табл. 8.

Оценку стандартного отклонения от долговременной нестабильности проводили методом классического старения с учетом [26].

Для исследования отобрали шесть образцов для МСИ, проводили измерения через равные промежутки времени, затем проводили проверку наличия тренда данных во времени с помощью линейной аппроксимации полученных данных.

Результаты измерений представлены на рисунках 9–11. Результаты оценки стандартного отклонения от нестабильности представлены в табл. 9.

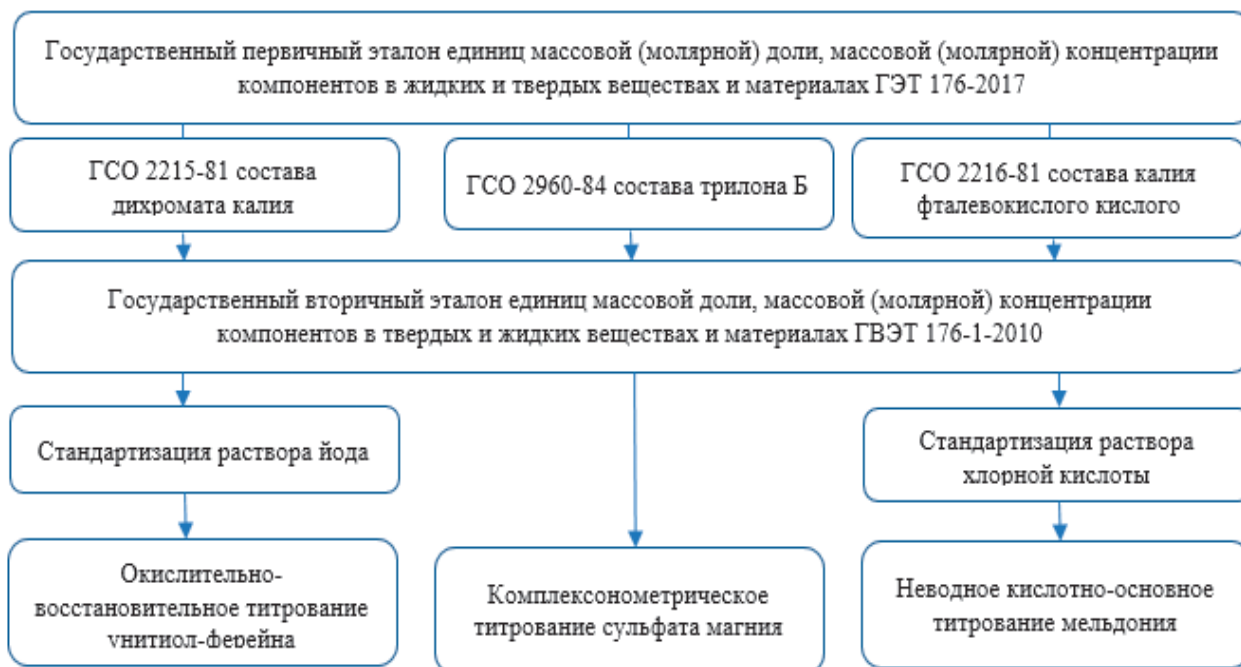


Рис. 8. Схема метрологической прослеживаемости с помощью ГВЭТ 176-1-2010

Fig. 8. Metrological traceability chain up to the GET 176-1-2010 State Primary Measurement Standard

Таблица 6. Значения приписанных значений и стандартных отклонений компетентности для показателя – содержание основного компонента

Table 6. Assigned values and standard deviation for professional assessment for the active ingredient content

| Образец для проведения МСИ | Приписанное значение образцов, установленное на ГВЗТ 176-1-2010, С, мг/см <sup>3</sup> | $\sigma_{r0}$ , % | $\sigma_{R0}$ , % | $\sigma_{L0}$ , % | $\hat{\sigma}_0$ , % | $\hat{\sigma}$ , мг/см <sup>3</sup> |
|----------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------|-------------------|-------------------|-------------------|----------------------|-------------------------------------|
| Унитиол-ферейн Л(КР) № 1   | 49,8                                                                                   | 5                 | 8                 | 6,2               | 7,2                  | 3,6                                 |
| Мельдоний Л(КР) № 2        | 100,1                                                                                  | 5                 | 8                 | 6,2               | 7,2                  | 7,2                                 |
| Сульфат магния Л(КР) № 3   | 264,7                                                                                  | 5                 | 8                 | 6,2               | 7,2                  | 19,0                                |

Таблица 7. Результаты расчета стандартного отклонения от неоднородности

Table 7. Results of standard deviation due to inhomogeneity calculations

| Образец для проведения МСИ | Сумма квадратов отклонений внутри одного образца, $MS_{within}$ , (мг/см <sup>3</sup> ) <sup>2</sup> | Сумма квадратов отклонений между образцами, $MS_{among}$ , (мг/см <sup>3</sup> ) <sup>2</sup> | Стандартное отклонение от неоднородности, $(\sigma_H)$ , мг/см <sup>3</sup> |
|----------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------|
| Унитиол-ферейн Л(КР) № 1   | 9,41                                                                                                 | 11,39                                                                                         | 0,61                                                                        |
| Мельдоний Л(КР) № 2        | 7,85                                                                                                 | 76,43                                                                                         | 1,73                                                                        |
| Сульфат магния Л(КР) № 3   | 11,09                                                                                                | 95,8                                                                                          | 4,12                                                                        |

Таблица 8. Выводы по неоднородности образцов

Table 8. Homogeneity estimation

| Образец для проведения МСИ | $\sigma_H$ | $\hat{\sigma}$ | $0.3 \cdot \hat{\sigma}$ | Оценка    |
|----------------------------|------------|----------------|--------------------------|-----------|
| Унитиол-ферейн Л(КР) № 1   | 0,61       | 3,6            | 1,07                     | однороден |
| Мельдоний Л(КР) № 2        | 1,73       | 7,2            | 2,2                      | однороден |
| Магния сульфат Л(КР) № 3   | 4,12       | 19             | 5,7                      | однороден |

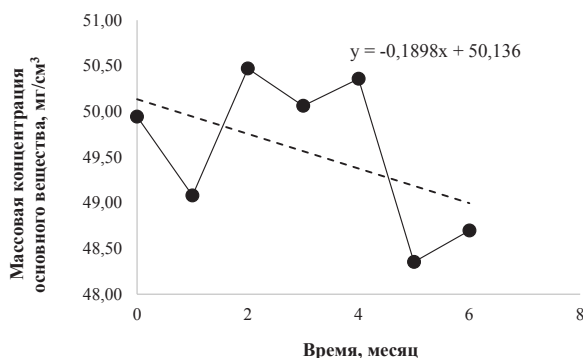


Рис. 9. Результаты измерений содержания основного компонента в образце унитиол-ферейна Л(КР) № 1 при исследовании нестабильности

Fig. 9. Measurement results of the active ingredient content for the Unithiol-Ferein sample (RS) No.1 when studying instability

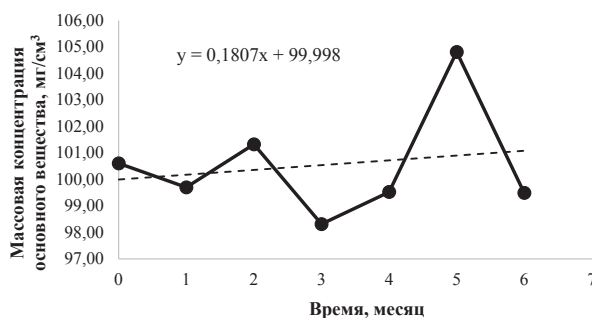


Рис. 10. Результаты измерений содержания основного компонента в образце мельдония Л(КР) № 2 при исследовании нестабильности

Fig. 10. Measurement results of the active ingredient content for the meldonium sample (RS) No. 2 when studying instability

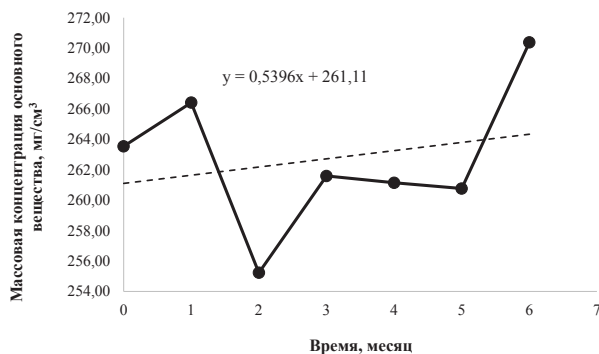


Рис. 11. Результаты измерений содержания основного компонента в образце сульфата магния Л(КР) № 3 при исследовании нестабильности

Fig. 11. Measurement results of the active ingredient content for the magnesium sulphate sample (RS) No. 3 when studying instability

Как видно из табл. 9, для образцов выполняются условия  $|b_1| < t_{0,05;(n-2)} \cdot s(b_1)$ , что указывает на незначимость наклонов линейных аппроксимаций и на отсутствие тренда аттестованного значения в период исследования нестабильности образцов для поведения МСИ.

Качество результатов измерений оценивали в соответствии с ГОСТ ISO/IEC 17043 [27] и ГОСТ Р ИСО 13528 [28] 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 подтвердили удовлетворительные результаты. Результаты расчета z-индексов представлены в графическом виде на рис. 12, 13 в виде графиков Юдена, где цифрами обозначены номера лабораторий [28].

Таблица 9. Результаты оценки стандартной неопределенности от долговременной нестабильности  
Table 9. The results of evaluating the standard uncertainty due to long-term instability

| Образец для проведения МСИ | Отрезок, отсекаемый на оси ординат, $b_0$ | Наклон, $b_1$ | $s(b_1)$ | $t_{0,05;(n-2)} \cdot s(b_1)$ | $\sigma_{its}$ |
|----------------------------|-------------------------------------------|---------------|----------|-------------------------------|----------------|
| Унитиол-ферейн Л(КР) № 1   | 50,14                                     | -0,19         | 0,21     | 0,49                          | 1,24           |
| Мельдоний Л(КР) № 2        | 100,00                                    | 0,18          | 0,58     | 1,37                          | 3,47           |
| Магния сульфат Л(КР) № 3   | 261,11                                    | 0,54          | 1,27     | 3,01                          | 7,61           |

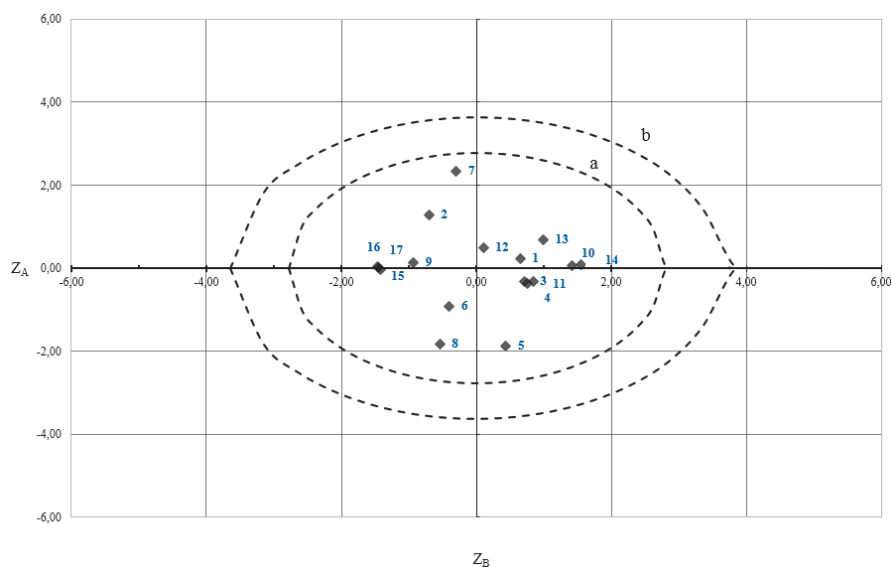


Рис. 12. График Юдена для z-индексов по данным МСИ, где  $Z_A$  – значения z-индексов лабораторий, полученных для унитиол-ферейна;  $Z_B$  – значения z-индексов лабораторий, полученных для мельдония; а – уровень значимости 95%; б – уровень значимости 99%

Fig. 12. Youden-plot for z-scores according to interlaboratory comparison results where  $Z_A$  denotes values of z-scores of laboratories obtained for Unithiol-Ferein;  $Z_B$  denotes values of z-scores of laboratories obtained for meldonium

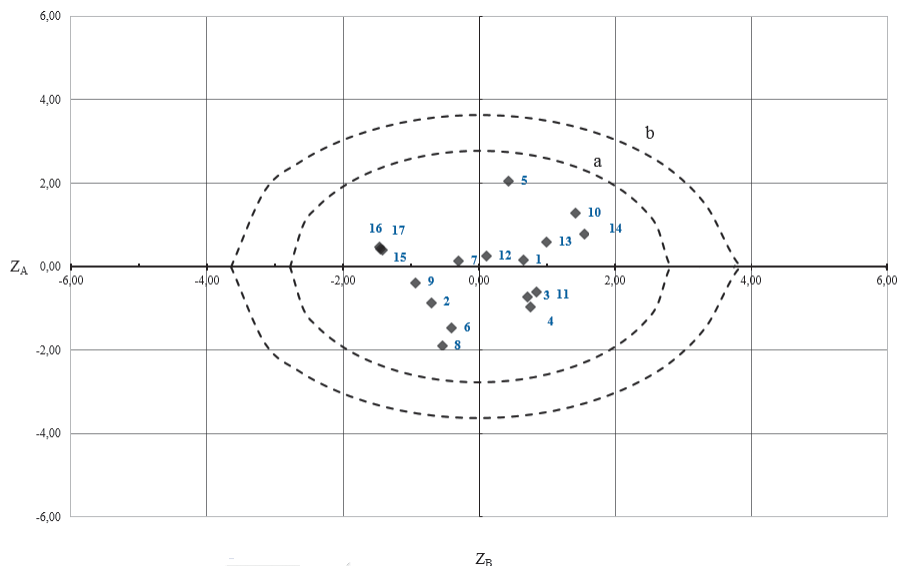


Рис. 13. График Юдена для z-индексов по данным МСИ, где  $Z_A$  – значения z-индексов лабораторий, полученных для унитиол-ферейна;  $Z_B$  – значения z-индексов лабораторий, полученных для сульфат магния; а – уровень значимости 95 %; б – уровень значимости 99 %

Fig. 13. Youden-plot for z-scores according to interlaboratory comparison results where  $Z_A$  are values of z-scores of laboratories obtained for Unithiol-Ferein;  $Z_B$  – values of z-scores of laboratories obtained for magnesium sulphate; a – confidence probability of 95 %; b – confidence probability of 99 %

Как видно из графиков Юдена, отсутствуют результаты измерений, заметно отличающиеся от остальных данных. Кроме того, все результаты измерений находятся внутри эллипса с доверительной вероятностью 95 %, что указывает на отсутствие смещения результатов измерений относительно приписанного значения, а также адекватность выбранного метода анализа.

### Выводы

Проведена аттестация методики идентификации и последующего количественного определения основных компонентов в инъекционных лекарственных средствах методом спектрометрии комбинационного рассеяния света.

В рамках аттестации методики измерений проведен многофакторный эксперимент по оценке влияния методических факторов. Установлены значения величин коэффициентов влияния, с помощью которых проведен расчет показателя правильности методики измерений.

Организованы и проведены МСИ для лабораторий Росздравнадзора в области подтверждения подлинности (идентификации) и при определении показателя «содержание основного компонента» в инъекционных лекарственных средствах методом спектрометрии комбинационного рассеяния света.

Прослеживаемость результатов приписанных значений при проведении МСИ обеспечена путем проведения измерений на Государственном вторичном эталоне единиц массовой доли, массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе объемного титриметрического метода анализа ГВЭТ 176-1-2010.

Результатами МСИ подтверждены метрологические характеристики методики идентификации и последующего количественного определения содержания основных компонентов методом КРС для лекарственных препаратов, находящихся в инъекционной форме.

Результаты исследования, полученные в ходе исследования образцов для проведения МСИ, могут быть использованы для создания стандартных образцов содержания основных компонентов в инъекционных лекарственных препаратах унитиол-ферейна, мельдония и сульфата магния.

*Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.*



## 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. Диагностика водно-этанольных растворов методом спектроскопии комбинационного рассеяния света / С. А. Буриков [и др.] // Оптика атмосферы и океана, 2009. № 11. С. 1–7.
3. Аграфенин А. В. Одновременное количественное определение глицерина и ацетата калия в водном растворе методом КРС // Микроэлементы в медицине. 2014. Т. 15. № 3. С. 48–51.
4. Tondepu C., Toth R., Navin C. V., Lawson L. S., Rodriguez J. D. Screening of unapproved drugs using portable Raman spectroscopy // Anal. Chim. Acta. 2017. Vol. 973. P. 75–81.
5. Carron K., Cox R. Qualitative analysis and the answer box: a perspective on portable Raman spectroscopy // Anal. Chem. 2010. Vol. 82. P. 3419–3425.
6. Buckley K., Matousek P. Recent advances in the application of transmission Raman spectroscopy to pharmaceutical analysis // Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis. 2011. Vol. 55. P. 645–652.
7. Strachan C. J., Rades T., Gordon K. C., Rantanen J. Raman spectroscopy for quantitative analysis of pharmaceutical solids // Journal of Pharmacy and Pharmacology. 2007. Vol. 59. P. 179–192.
8. Vankeirsblick T., Vercauteren A., Baeyens W., Van der Weken G., Verpoort F., Vergote G., Remon J. P. Applications of Raman spectroscopy in pharmaceutical analysis // TrAC Trends in analytical Chemistry. 2002. Vol. 21. P. 869–877.
9. Connie M., Gryniewicz-Ruzicka, Rodriguez J. D., Arzhantsev S., Buhse L. F., Kauffman J. F. A Comparison of chemometric methods for the analysis of Raman Spectra of contaminated pharmaceutical materials // Journal of pharmaceutical and biomedical analysis. – 2012. Vol. 61. P. 191–198.
10. Hennigan M. C., Rydes A. G., Gordon K. C., Rantanen J. Raman spectroscopy for quantitative analysis of pharmaceutical solids // Journal of Pharmacy and Pharmacology. – 2007. Vol. 59. P. 179–192.
11. Matero S., Den Berg F. V., Poutiainen S., Rantanen J., Pajander J. Towards better process understanding: Chemometrics and multivariate measurements in manufacturing of solid dosage forms // Journal of Pharmaceutical Sciences. 2013. Vol. 102. P. 1358–1403.
12. Rantanen J. Process analytical application of Raman spectroscopy // Journal of Pharmacy and Pharmacology. 2007. Vol. 59. P. 171–177.

## REFERENCES

1. Grishanov V. N. Raman spectroscopy in medical diagnostics. CD-ROM, SGAU, Samara, 2015. (In Russ.).
2. Burikov S. A. et al. Diagnostics of water-ethanol solutions using Raman spectroscopy. Atmospheric and Oceanic optics 2009;11:1–7 (In Russ.).
3. Agrafenin A. V. Simultaneous quantitative determination of glycerol and potassium acetate in aqueous solution by Raman spectroscopy. Trace elements in medicine 2014;15(3):48–51 (In Russ.).
4. Tondepu C., Toth R., Navin C. V., Lawson L. S., Rodriguez J. D. Screening of unapproved drugs using portable Raman spectroscopy. Anal. Chim. Acta. 2017; 973:75–81.
5. Carron K., Cox R. Qualitative analysis and the answer box: a perspective on portable Raman spectroscopy. Anal. Chim. Acta. 2010;(82):3419–3425.
6. Buckley K., Matousek P. Recent advances in the application of transmission Raman spectroscopy to pharmaceutical analysis. Journal of pharmaceutical and biomedical analysis 2011;55: 645–652.
7. Strachan C. J., Rades T., Gordon K. C., Rantanen J. Raman spectroscopy for quantitative analysis of pharmaceutical solids. Journal of Pharmacy and Pharmacology 2007;59:179–192.
8. Vankeirsblick T., Vercauteren A., Baeyens W., van der Weken G., Verpoort F., Vergote G., Remon J. P. Applications of Raman spectroscopy in pharmaceutical analysis. TrAC Trends in analytical Chemistry 2002;21: 869–877.
9. Connie M., Gryniewicz-Ruzicka, Rodriguez J. D., Arzhantsev S., Buhse L. F., Kauffman J. F. A comparison of chemometric methods for the analysis of Raman Spectra of contaminated pharmaceutical materials. Journal of pharmaceutical and biomedical analysis 2012;61:191–198.
10. Hennigan M. C., Rydes A. G., Gordon K. C., Rantanen J. Raman spectroscopy for quantitative analysis of pharmaceutical solids. Journal of pharmacy and pharmacology 2007;59: 179–192.
11. Matero S., Den Berg F. V., Poutiainen S., Rantanen J., Pajander J. Towards better process understanding: Chemometrics and multivariate measurements in manufacturing of solid dosage forms. Journal of Pharmaceutical Sciences 2013;102: 1358–1403.
12. Rantanen J. Process analytical application of Raman spectroscopy. Journal of Pharmaceutical Sciences 2007;59:171–177.

13. ОФС.1.2.1.1.0009.15 Рамановская спектроскопия // Фармакопoeия.рф. URL: [www.pharmacopoeia.ru/wp-content/uploads/2016/10/OFS.1.2.1.1.0009.15-Ramanovskaya-spektrometriya.pdf](http://www.pharmacopoeia.ru/wp-content/uploads/2016/10/OFS.1.2.1.1.0009.15-Ramanovskaya-spektrometriya.pdf).
14. Galeev R., Ma B., Saveliev A., Ilishat A. Quantitative analysis of injectable drug products using non-invasive wideband Raman Technology // American Pharmaceutical review. 2015. Vol. 18. № 6.
15. Лемешко Б. Ю. Критерии проверки отклонения распределения от нормального закона. Руководство по применению: монография. М.: ИНФРА-М, 2018. 160 с.
16. РМГ 61–2010 ГСИ. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного анализа.
17. CCQM-K130 (2018) The international key comparison database // BIPM. URL: [www.kcdb.bipm.org/appendixB/KCDB\\_ApB\\_info.asp?cmp\\_idy=1472&cmp\\_cod=CCQM-K130&prov=exalead](http://www.kcdb.bipm.org/appendixB/KCDB_ApB_info.asp?cmp_idy=1472&cmp_cod=CCQM-K130&prov=exalead)
18. CCQM-K149 International Key comparisons // BIPM. URL: [www.kcdb.bipm.org/appendixB/KCDB\\_ApB\\_info.asp?cmp\\_idy=2625&cmp\\_cod=CCQM-K149&prov=exalead](http://www.kcdb.bipm.org/appendixB/KCDB_ApB_info.asp?cmp_idy=2625&cmp_cod=CCQM-K149&prov=exalead)
19. Key comparison Final report of CCQM-K130 nitrogen mass fraction measurements in glycine / M. Medvedevskikh et al. // Metrologia, Vol. 54, Technical Supplement 2017. doi:10.1088/0026–1394/54/1A/08004
20. Дерффель К. Статистика в аналитической химии. Пер. с нем. М.: Мир, 1994. 268 с.
21. ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: Стандартинформ, 2018. 28 с.
22. PN002691/01 Фармакопейная статья предприятия. Раствор для внутримышечного и подкожного введения 5%. Унитиол-ферейн.
23. ЛСР-000864/10–100210 Стандарт качества лекарственного средства. Фармакопейная статья предприятия. Вульбнol, раствор для внутривенного и парабубарного введения 100 мг/мл. Мельдоний.
24. НД 8570–03 Магния сульфат. Раствор для внутривенного и внутримышечного введения 200 и 250 мг/мл.
25. ГОСТ ISO Guide 35–2015 Стандартные образцы. Общие статистические принципы сертификации (аттестации). М.: Стандартинформ, 2016. 61 с.
26. ГОСТ ISO/IEC 17043–2013 Основные требования к проведению проверки квалификации. М.: Стандартинформ, 2014. 34 с.
27. ГОСТ Р ИСО 13528–2010 Статистические методы. Применение при экспериментальной проверке компетентности посредством межлабораторных сравнительных испытаний. М.: Стандартинформ, 2012. 56 с.
13. OFS.1.2.1.1.0009.15 Raman spectroscopy. A general pharmacopoeial monograph, Ministry of Health of the Russian Federation. <http://pharmacopoeia.ru/wp-content/uploads/2016/10/OFS.1.2.1.1.0009.15-Ramanovskaya-spektrometriya.pdf>. (In Russ.).
14. Galeev R., Ma B., Saveliev A., Ilishat A. Quantitative analysis of injectable drug products using non-invasive wideband Raman Technology. American Pharmaceutical review. 2015;18(6).
15. Lemeshko B. Yu. Criteria for Testing the Distribution Deviation from the Normal Law: Application Guide. Moscow, INFRA-M, 2018 (In Russ.).
16. RMG 61–2010 State system for ensuring the uniformity of measurements. Accuracy, trueness and precision measures of the procedures for quantitative chemical analysis. Methods of evaluation, Standartinform, Moscow (In Russ.).
17. CCQM-K130 (2018) The international key comparison database. BIPM, France. [https://kcdb.bipm.org/appendixB/KCDB\\_ApB\\_info.asp?cmp\\_idy=1472&cmp\\_cod=CCQM-K130&prov=exalead](https://kcdb.bipm.org/appendixB/KCDB_ApB_info.asp?cmp_idy=1472&cmp_cod=CCQM-K130&prov=exalead).
18. CCQM-K149 International Key comparisons (2018) BIPM, France [https://kcdb.bipm.org/appendixB/KCDB\\_ApB\\_info.asp?cmp\\_idy=2625&cmp\\_cod=CCQM-K149&prov=exalead](https://kcdb.bipm.org/appendixB/KCDB_ApB_info.asp?cmp_idy=2625&cmp_cod=CCQM-K149&prov=exalead) Accessed 30 October 2018.
19. Medvedevskikh M et al. Key comparison Final report of CCQM-K130 nitrogen mass fraction measurements in glycine. Metrologia 2017;54:08004. doi:10.1088/0026–1394/54/1A/08004
20. Derffel K. Statistics in Analytical Chemistry. Moscow, Mir, 1994. (In Russ.).
21. GOST ISO/IEC 17025–2009 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. Standartinform, Moscow, 2018, 28 p. (In Russ.).
22. PN002691 / 01 Manufacturer's pharmacopoeial monograph. Solution for intramuscular and subcutaneous injection 5%. Unithiol-Ferein. (In Russ.).
23. LSR-000864 / 10–100210 The quality standard of pharmaceutical products. Manufacturer's pharmacopoeial monograph. Idrinol, a solution for intravenous and parabolbar injection of 100 mg / ml. Meldonium. (In Russ.).
24. ND 8570–03 Magnesium sulphate. Solution for intravenous and intramuscular injection 200 and 250 mg / ml. (In Russ.).
25. GOST ISO Guide 35–2015 Reference materials. General and statistical principles for certification. Standartinform, Moscow, 2016, 61 p. (In Russ.).
26. GOST ISO/IEC 17043–2013 Conformity assessment. General requirements for proficiency testing. Standartinform, Moscow, 2014, 34 p. (In Russ.).
27. GOST R ISO 13528–2010 Statistical methods for application in proficiency testing using interlaboratory comparisons. Standartinform, Moscow, 2012, 56 p. (In Russ.).

## ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

**Медведевских Мария Юрьевна** – канд. техн. наук, заведующий лабораторией метрологии влагометрии и стандартных образцов ФГУП «УНИИМ».

Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, д. 4

e-mail: lab241@uniim.ru

ResearcherID: G-6171–2017

**Крашенинина Мария Павловна** – канд. техн. наук, старший научный сотрудник лаборатории метрологии влагометрии и стандартных образцов, ФГУП «УНИИМ».

Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, д. 4

e-mail: krasheninina\_m@uniim.ru

Researcher ID: B-8302–2019

**Галеева Екатерина Владимировна** – руководитель группы РАМАН-спектроскопии и перспективных разработок ФГБУ «ИМЦЭУАОСМП» Росздравнадзора.

Российская Федерация, г. Москва, Славянская площадь, д. 4, стр. 1

e-mail: miniram532@gmail.com

ORCID:0000–0003–4588–675X

**Галеев Роман Рашитович** – директор Ярославской лаборатории, ФГБУ «ИМЦЭУАОСМП» Росздравнадзора. Российская Федерация, г. Москва, Славянская площадь, д. 4, стр.1

e-mail: galeev.roman.r@gmail.com

ORCID: 0000-0003-0284-4963

## INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

**Maria Yu. Medvedevskikh** – Ph. D. (Engineering), Head of Laboratory for Moisture Measurement and Certified Reference Materials, Ural Research Institute for Metrology.

4 Krasnoarmeyskaia St., Ekaterinburg, 620075, Russian Federation

e-mail: lab241@uniim.ru

Researcher ID: G-6171–2017

**Maria P. Krasheninina** – Ph. D. (Engineering), Deputy Head of the Laboratory for Moisture Measurement and Certified Reference Materials, Ural Research Institute for Metrology.

4 Krasnoarmeyskaia St., Ekaterinburg, 620075, Russian Federation

e-mail: lab241@uniim.ru

Researcher ID: B-8302–2019

**Ekaterina V. Galeeva** – Information and Methodological Center for Expert Evaluation, Recording and Analysis of Circulation of Medical Products of Roszdravnadzor.

4 str. 1 Slavyanskaya ploshchad' St., Moscow, Russian Federation

e-mail: miniram532@gmail.com

ORCID: 0000–0003–4588–675X

**Roman R. Galeev** – Information and Methodological Center for Expert Evaluation, Recording and Analysis of Circulation of Medical Products of Roszdravnadzor.

4 str. 1 Slavyanskaya ploshchad' St., Moscow, Russian Federation

e-mail: galeev.roman.r@gmail.com

ORCID: 0000-0003-0284-4963



# ИНФОРМАЦИЯ. НОВОСТИ. СОБЫТИЯ

## СЕМИНАР IUPAC / CITAC

### «КАЧЕСТВО РЕЗУЛЬТАТОВ ХИМИЧЕСКИХ АНАЛИТИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ ДЛЯ ОЦЕНКИ СООТВЕТСТВИЯ МАТЕРИАЛА ИЛИ ОБЪЕКТА – ЧТО ТАКОЕ ХОРОШО И ЧТО ТАКОЕ ПЛОХО?»

Тель-Авив, Израиль, 21 января 2019 г.

Семинар был организован IUPAC и CITAC как этап проекта IUPAC 2018-004-1-500 «Руководство IUPAC / CITAC по анализу рисков оценки соответствия многокомпонентного материала или объекта из-за неопределенности измерений». В подготовке этого семинара приняли участие Израильское общество аналитической химии и Управление аккредитации лабораторий Израиля (ISRAC), его поддержали компании Merck и Bioforum.

После приветствия доктора Ilya Kuselman, независимого консультанта по метрологии (Израиль) и председателя Международного консультативного комитета семинара; профессора Érico Flores, Университет Санта-Мария (Бразилия), вице-президента Отделения аналитической химии IUPAC; и доктора Michela Sega, Национальный институт исследований в области метрологии (INRIM, Италия), председателя CITAC; семинар начал работу с пленарного доклада почетного профессора доктора Brynn Hibbert, UNSW Сидней, Австралия. Эта лекция была посвящена оцениванию и использованию «больших данных» в химии. «Большие данные» могут быть многомерным выходным сигналом в газовой хроматографии и tandem-ной масс-спектропии (GC–MS–MS) для калибровки прибора при решении многомерной задачи. Для химика-фармацевта или химика-органика, объединяющего метод ядерно-магнитного резонанса (NMR) с поиском целевого компонента в базе данных веществ, которые могут иметь биологическую активность, использование «больших данных» теперь почти обычное дело. Для относительно новой отрасли «хемоинформатики», возможно, придется «перелистывать клики» по опубликованным статьям по всему миру, чтобы решить, какие области химии являются наиболее интересными на этой неделе. Фактически данные становятся «большими», когда один человек не может понять их все с одного взгляда. Если химик должен обратиться

за помощью к компьютеру для обработки потока информации от прибора, то данные уже «большие», будь то несколько килобайт, мегабайт или терабайт. IUPAC является «мировым авторитетом в... атомных весах и многих других критически оцениваемых данных» (<https://iupac.org/what-we-do/>). Когда оцениваемые данные поступают из огромного количества рецензируемой (и квазирецензируемой) литературы, нам нужны новые инструменты для обработки, визуализации и извлечения из нее полезной информации.

Следующий доклад был представлен господином Steve Sidney, Национальная ассоциация лабораторий, Южная Африка, председателем Комитета лабораторий при Международном сотрудничестве по аккредитации лабораторий (ILAC), о предоставлении результатов испытаний по контролю качества веществ и материалов. Этот доклад был посвящен тому, как работает сотрудничество, как оцениваются различные подходы и какую пользу в конечном итоге получили экономики, представленные в ILAC.

В своем докладе о стандартах по оценке соответствия доктор Ilya Kuselman рассказал о Комитете по оценке соответствия ISO / CASCO и его стандартах, наиболее актуальных для химической аналитической лаборатории: ISO / IEC 17000:2004 (словарь и общие принципы), ISO / IEC 17025:2017 (требования к испытательным и калибровочным лабораториям), ISO 17034: 2016 (требования к производителям стандартных образцов) и ISO / IEC 17043: 2010 (требования к проверке квалификации лабораторий). В этом докладе также обсуждался проект Руководства ILAC G8 и некоторые другие международные документы по принятию решений при оценке соответствия с учетом неопределенности измерений (JCGM 106, Eurachem / CITAC, EURAMET, IUPAC), важные в данной области.

Доктор Francesca Pennecchi, INRIM, Италия, выступила с докладом о рисках ложных решений при оцен-

ке соответствия. При расчете таких рисков основная идея, лежащая в основе Руководства ISO / IEC 98–4: 2012 (JCGM 106), состоит в применении теории вероятностей: знание об измеряемой величине может быть выражено через функцию плотности вероятности, которая, согласно теореме Байеса, объединяет предварительную информацию об измеряемой величине и новые знания (включая оценку неопределенности), полученные во время измерения. В связи с этим в 2012 г. было опубликовано руководство IUPAC / CITAC по исследованию результатов испытаний химического состава, не соответствующих спецификации. Проекты IUPAC, посвященные оценке вероятности ложных решений при оценке соответствия многокомпонентных материалов или объектов, были выполнены недавно, черновой вариант руководства IUPAC / CITAC будет распространен для замечаний в ближайшее время.

Профессор Ricardo Bettencourt da Silva, Университет Лиссабона, Португалия, представил доклад об установлении требований к аналитическим данным. В своем докладе он уделил особое внимание данным, необходимым для обеспечения соответствия результата измерения его назначению и соответствия процедуры измерения ее конкретному применению. Соответствие назначению достигается, когда погрешность измерения достаточно мала для окончательного решения по испытываемому объекту. Целевая (максимально допустимая) неопределенность измерения должна быть сформулирована для принятия объективного решения об адекватности измерений.

Короткий доклад «Проверка квалификации и межлабораторные сравнения как инструмент аккредитации» был представлен доктором Ori Elad, ISRAC, Израиль, во время первого круглого стола, модератором которого была доктор Michela Sega. Лаборатории, аккредитованные на соответствие стандартам ISO / IEC 17025 и ISO 15189, обязаны регулярно проводить мониторинг и обеспечивать достоверность представленных результатов. Одним из средств для этого являются проверки квалификации (PT) и межлабораторные сравнения (ILC). В этой презентации доктор Elad объяснил назначение PT и ILC, различия между ними, их роль в управлении качеством и факторы, которые следует учитывать при принятии решения о частоте и уровне участия в них с учетом политики ILAC и ISRAC.

Еще один короткий доклад «Неопределенность измерения и риски ложных решений при оценке соответствия» был сделан на том же круглом столе доктором Narine Oganayan, Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических

измерений, Россия. Она отметила, что в большинстве случаев оценка соответствия основывается на результатах измерений, поскольку результаты измерений рассматриваются как основной источник информации о характеристиках любого объекта. Когда неопределенность измерения велика, велика и вероятность ложного решения при оценке соответствия.

Первый доклад после перерыва был представлен доктором Johannes van de Kreeke, Федеральный институт исследований и испытаний материалов (BAM), Германия, «Базы данных для проверки квалификации и сертифицированных стандартных образцов – EPTIS и COMAR». Он отметил, что сцена PT быстро меняется. Провайдеры PT объединяются, появляются гибриды PT и RM, и закрытые экосистемы вытесняют независимых провайдеров с рынка. Рынок RM очень похож на рынок PT, но он больше. Его рост впечатляет, внушительные портфолио компаний и торговых посредников позволяют предположить, что наличие RM больше не является проблемой. Многие RM, похоже, действительно стали настоящими товарами, этот сегмент рынка очень выгоден. EPTIS (база данных для программ PT) и новый COMAR (база данных CRM) призваны вывести ценные и сложные нестандартные ресурсы на первый план.

Профессор Érico Flores сделал доклад о рисках и новых возможностях при проведении пробоподготовки для определения содержания галогенов в органических матрицах. Он подчеркнул, что эффективность гидролиза некоторых систем для пробоподготовки ограничена для многих матриц, особенно для определения содержания галогенов. Даже при использовании закрытых сосудов с микроволновой печью могут возникнуть проблемы, часто сообщается о незавершенности гидролиза / экстракции. Существует необходимость в разработке методов с меньшим потреблением реагентов, меньшим числом аналитических стадий и меньшим образованием отходов в сочетании с высокой эффективностью гидролиза.

Доктор Simcha Simron, Отдел идентификации и судебной экспертизы (DIFS) Израильской полиции, представил доклад об обнаружении и идентификации наркотиков – проблемы соответствия научным и законодательным стандартам. Научные доказательства играют ключевую роль в современных залах суда. Вещественные доказательства с мест преступления собираются и анализируются экспертами DIFS. Отчеты экспертов DIFS обычно являются результатом кропотливого и тщательного процесса. Анализ должен соответствовать научным стандартам, а также судебным



требованиям. В последние годы наблюдается растущий спрос на более высокие стандарты по обеспечению качества во всех аспектах криминалистической деятельности. Фактически DIFS прошел аккредитацию ISIRAC. В рамках DIFS Национальная лаборатория по наркотикам занимается анализом вещественных доказательств и выявлением в них запрещенных наркотиков. Идентификация основана как минимум на двух независимых совпадающих научных результатах. Согласно действующим документам Израиля об опасных наркотиках, результаты проверок вещественных доказательств являются результатами качественного анализа.

Доктор Markus Obkircher, отдел исследований и разработок стандартных образцов, Мерк, Швейцария, объяснил стратегию Мерк в разработке RM для конкретных задач и применения. Мерк организовал центры передового опыта как научно-исследовательские группы, занимающиеся решением конкретных проблем клиентов, а также разработкой новых продуктов для каталога, обеспечивающего глобальный доступ к RM для многих различных сегментов рынка. В своем докладе доктор Obkircher кратко изложил необходимость понимания основных аспектов метрологии для подготовки и характеристики СО, представил обзор различных эталонных методов, используемых в процессе сертификации.

Доктор Orna Dreazen, Nextar Chempharma Solutions Ltd, Израиль, сообщила о проблемах в определении активных фармацевтических ингредиентов и их стабильности в лекарственных препаратах на основе конопли. Использование конопли известно более 6000 лет в разных культурах. Люди, использующие коноплю, подвергаются воздействию очень изменчивого содержания каннабиноидов и других типов молекул. Поэтому органы здравоохранения поддерживают фармацевтические компании в разработке стандартизированных лекарственных средств для пользы пациентов и в принятии решений, основанных на объективных данных. Продукты растительного происхождения могут содержать либо целые растительные экстракты (растительные препараты), либо отдельные молекулы растительного происхождения. В этом докладе обсуждались проблемы тестирования ботанических лекарственных средств на содержание активных ингредиентов и установления методов определения их стабильности.

Второй круглый стол под руководством доктора Raphy Bar, BR Consulting, Израиль, был начат с короткого доклада профессора Mikhail Okrepilov, Институт

метрологии им. Д. И. Менделеева (ВНИИМ), Россия, посвященный метрологии контроля содержания алкоголя в выдыхаемом воздухе водителя транспортного средства. По словам профессора Okrepilov, допустимый законом предел концентрации алкоголя в выдыхаемом воздухе водителя в России составляет 0,16 мг/л. В Российской Федерации используется более 15 различных типов анализаторов алкоголя в выдыхаемом воздухе (российские и зарубежные производители). Генератор парогазовых смесей в сочетании с CRM водных растворов этанола, а также CRM состава газовых смесей в баллонах под давлением используются для сертификации и калибровки (поверки) анализаторов для определения паров алкоголя в выдыхаемом воздухе. Метрологические центры используют как CRM водных растворов этанола, так и газовых смесей в баллонах под давлением, произведенных в России. ВНИИМ разработал и поддерживает соответствующий государственный первичный эталон единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовой среде и участвует в международных ключевых сличениях в этой области.

На следующий день, 22 января 2019 г., участники семинара приняли участие в сессиях по метрологии, ка-



Рабочая группа по проекту IUPAC  
(слева: I. Kuselman, F. Pennecchi, R. da Silva и D. B. Brynn)





честву и хеометрике, которые проводились в рамках Конференции и выставки Isranalytica. Всего выставку посетили более 3600 химиков, около 1000 из них были зарегистрированы на конференции. Тем не менее только около 30 коллег были заинтересованы в семинаре и в сессиях по метрологии, качеству и хеометрии. Вероятно, количество менеджеров по качеству и метрологов лабораторий незначительно по сравнению с количеством всего персонала лабораторий (или они не были привлечены нашими мероприятиями и их тематикой). Во всяком случае, это явление, которое следует проанализировать и понять.

После работы семинара была организована поездка на Мертвое море.

*Ilya Kuselman*

*Независимый консультант по метрологии, Израиль*

## СОВЕЩАНИЕ СПЕЦИАЛИСТОВ ОРГАНИЗАЦИЙ, НАЗНАЧЕННЫХ ФЕДЕРАЛЬНЫМИ ОРГАНАМИ ИСПОЛНИТЕЛЬНОЙ ВЛАСТИ В СТРУКТУРУ ГОСУДАРСТВЕННОЙ СЛУЖБЫ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

Москва, Россия, 19 марта 2019 г.

19 марта 2019 г. в Москве состоялось совещание специалистов организаций, назначенных федеральными органами исполнительной власти в структуру Государственной службы стандартных образцов (ГССО).

Организатором встречи выступил Уральский НИИ метрологии Росстандарта. С 2009 г. институт реализует функции Научного методического центра ГССО. В совещании участвовали представители 29 организаций, назначенных федеральными органами исполнительной власти в структуру Государственной службы стандартных образцов. Это представители государственных научных метрологических институтов и региональных центров метрологии, отраслевые эксперты ведущих отраслевых организаций, специалисты организаций, участвующих в создании и использовании стандартных образцов.

Заместитель директора департамента Минпромторга Дмитрий Кузнецов в приветственном слове отметил, что работы в области стандартных образцов в России сегодня нацелены не только на развитие отечественной номенклатуры стандартных образцов для обеспечения потребности страны, но и на международное сотрудничество в этой сфере. Это предусматри-

вает, в частности, дальнейшую гармонизацию документов ГССО с положениями международных документов.

Начальник Управления метрологии Росстандарта Дмитрий Гоголев в своем выступлении сделал акцент на Стратегии обеспечения единства измерений Российской Федерации до 2025 г. В ней значительное внимание уделено вопросам стандартных образцов, развитию ГССО и методологии планирования номенклатуры стандартных образцов.

О Плате развития ГССО рассказали представители ФГУП «УНИИМ» – руководитель НМЦ ГССО Сергей Медведевских, а также Егор Собина и Ольга Кремлева. Они презентовали Методические рекомендации по планированию номенклатуры стандартных образцов Российской Федерации и осветили ряд организационных решений, вытекающих из Методических рекомендаций. При подведении итогов совещания были заслушаны также мнения изготовителей стандартных образцов. Это позволило наметить основные пути развития НМЦ ГССО на ближайший период и определить подходы к формированию Экспертной группы по отраслевым направлениям создания стандартных образцов.





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

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

Цели ведения Госреестра СО:

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

## СВЕДЕНИЯ О НОВЫХ ТИПАХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

### DATA ON NEW REFERENCE MATERIALS APPROVED IN 2019

С. Т. Агишева

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

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

### **ГСО 11081–2018 СО УДЕЛЬНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО КРЕМНИЯ (комплект К-1)**

Стандартные образцы (СО) предназначены для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений удельного электрического сопротивления. СО могут применяться для испытаний средств измерений (СИ), в том числе в целях утверждения типа, для поверки, калибровки СИ удельного электрического сопротивления типа «Рометр», «ВИК УЭС-А» и «ВИК УЭС» четырехзондовым методом при условии их соответствия требованиям методик поверки, калибровки.

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

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

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

Комплект СО удельного электрического сопротивления состоит из 7 образцов. СО представляют собой диски диаметром (25,0–30,0) мм, высотой 6,0 мм, изготовленные из монокристаллического кремния по ГОСТ 19658–81. СО помещен в алюминиевый контейнер с этикеткой. Комплект СО помещен в деревянный пенал с этикеткой.

### **ГСО 11082–2018/ГСО 11085–2018 СО СОСТАВА ПЛАТИНЫ АФФИНИРОВАННОЙ (набор СО Пла)**

СО предназначены для градуировки СИ, аттестации методик измерений, применяемых при определении состава платины аффинированной; контроля точности результатов измерений, выполненных по методикам измерений при определении состава платины аффинированной, при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в методиках измерений. СО могут быть использованы при поверке СИ, испытаниях СИ и СО в целях утверждения типа, при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки СИ, программах испытаний.

**Область применения** – цветная металлургия.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля элементов, %.

Материал СО представляет собой сплав платины аффинированной марки Пла-0 (ГОСТ 31290–2005) и 24 элементов-примесей. Экземпляры СО изготовлены в виде пластин размером (30×35) мм, толщиной 1 мм или стружки крупностью не более 1 мм. СО в виде пла-

стин упакованы в полиэтиленовые пакеты, на которые наклеены этикетки. СО в виде стружки расфасованы массой не менее 10 г в полиэтиленовые банки с закручивающимися крышками, на которые наклеены этикетки. Количество типов СО в наборе – 4.

### **ГСО 11086–2018/ГСО 11091–2018 СО СОСТАВА СУХИХ МОЛОЧНЫХ ПРОДУКТОВ (набор АСМ-2 СО УНИИМ)**

СО предназначены для калибровки, градуировки СИ массовых долей азота (белка), влаги, жира в сухих молочных продуктах, в том числе для детского питания, аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовых долей азота (белка), влаги, жира в сухих молочных продуктах, в том числе для детского питания; СО может применяться для поверки СИ состава сухих молочных продуктов, в том числе для детского питания, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

**Область применения** – пищевая и сельскохозяйственная промышленность, научные исследования.

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

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля влаги, жира, азота и белка, %.

Материал СО представляет собой сухой молочный продукт в виде порошка, расфасованный в двойные герметичные полиэтиленовые или металлизированные пакеты; масса СО составляет от 20 г до 100 г в зависимости от требований заказчика; количество типов СО в наборе – 6.

### **ГСО 11092–2018/ГСО 11105–2018 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ НИКЕЛЕВОГО ПОКРЫТИЯ НА ДЮРАЛЮМИНИИ (набор СО УНИИМ ППТ-1-Н)**

СО предназначены для аттестации (испытаний) стандартных образцов 2-го разряда по ГОСТ Р 8.612-2011 и Р 50.2.006-2001, испытаний, градуировки и поверки (калибровки) СИ поверхностной плотности и толщины покрытий.

**Область применения** – черная и цветная металлургия.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – поверхностная плотность, г/м<sup>2</sup>; толщина покрытия, мкм.

Основание СО изготовлено из дюралюминия марки Д16 по ГОСТ 21488–97 в виде диска диаметром 24 мм,

высотой 5 мм. Никелевое покрытие наносится способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84 на одну из сторон основания. Значение поверхностной плотности покрытия установлено в центре образца на рабочей площади, ограниченной окружностью диаметром 5 мм. На СО с обратной стороны рабочей поверхности наклеена этикетка, на которой указан номер ГСО. Образец уложен в футляр, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении. Количество типов СО в наборе – 14.

#### **ГСО 11106–2018/ГСО 11110–2018 СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ЭТАНОЛА В ВОДНОМ РАСТВОРЕ (набор ВЭР-1)**

СО предназначены для поверки, калибровки и градуировки СИ содержания этанола в воде, биологических жидкостях организма и в выдыхаемом воздухе человека. СО могут применяться для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений содержания этанола в воде, воздухе, биологических жидкостях.

**Область применения** – здравоохранение, судебно-медицинская экспертиза, обеспечение безопасности дорожного движения, обеспечение безопасных условий и охраны труда.

**Способ аттестации** – расчетно-экспериментальный.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая концентрация этанола, мг/см<sup>3</sup>.

Материалом СО являются водные растворы спирта этилового ректифицированного из пищевого сырья по ГОСТ 5962–2013 или этилового спирта 95 % по ФС.2.1.0036.15. Материал СО расфасован не менее чем по 5 см<sup>3</sup> в стеклянные ампулы с этикетками. В набор ВЭР-1 входят 5 типов СО с индексами: ВЭР-1–1, ВЭР-1–2, ВЭР-1–3, ВЭР-1–4, ВЭР-1–5.

#### **ГСО 11111–2018 СО КОЭФФИЦИЕНТА ФИЛЬТРУЕМОСТИ ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА (СО КФ-ПА)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений коэффициента фильтруемости дизельного топлива по ГОСТ 19006–73.

**Область применения** – нефтеперерабатывающая промышленность.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО** – коэффициент фильтруемости.

СО представляет собой дизельное топливо по ГОСТ Р 52368–2005, сорт С, расфасованное во флакон из темного стекла с этикеткой вместимостью 100 см<sup>3</sup> или 250 см<sup>3</sup>, закрытый полиэтиленовой пробкой и плотно

завинчивающейся крышкой, объем материала во флаконе 100 см<sup>3</sup> или 250 см<sup>3</sup>.

#### **ГСО 11112–2018 СО КИНЕМАТИЧЕСКОЙ ВЯЗКОСТИ НЕФТЕПРОДУКТОВ (ВК-М20)**

СО предназначен для контроля точности (прецизионности) результатов измерений кинематической вязкости нефтепродуктов.

**Область применения** – нефтяная, газовая, химическая и нефтеперерабатывающая отрасли промышленности.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО** – кинематическая вязкость, мм<sup>2</sup>/с.

Материал СО представляет собой углеводородную фракцию, расфасованную во флакон из темного стекла с уплотнительной пробкой и навинчивающейся крышкой. Объем экземпляра СО во флаконе – 30 см<sup>3</sup>.

#### **ГСО 11113–2018 СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ ПОСТОЯННЫХ И УГЛЕВОДОРОДНЫХ ГАЗОВ (ПУ-Т-1)**

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

**Область применения** – контроль технологических процессов и промышленных выбросов.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – объемная доля компонентов, %.

СО представляет собой искусственную газовую смесь на основе постоянных и углеводородных газов в газе-разбавителе воздухе, азоте или гелии в баллоне под давлением. Определяемые компоненты – оксид углерода (СО), метан (СН<sub>4</sub>), пропан (С<sub>3</sub>Н<sub>8</sub>). Смесь находится под давлением от 7 МПа до 10 МПа в баллоне из алюминиевых сплавов по ТУ 1411-016-03455343-2004, ТУ 1412-017-03455343-2004 или ТУ 1411-001-20810646-2015; в баллоне из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949–73. Вместимость баллонов от 1 дм<sup>3</sup> до 10 дм<sup>3</sup>. Баллоны снабжены латунными вентилями типа КВ-1П, КВ-1М, ВБМ-1, ВВ-55, ВЛ-16Л или их аналогами.

#### **ГСО 11114–2018 СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ ХЛАДОНОВ (ХЛ-А-1)**

СО предназначен для поверки, калибровки, градуировки СИ, а также контроля метрологических характеристик



при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений; контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) измерений в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения** – контроль технологических процессов и промышленных выбросов.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – объемная доля компонентов, %.

СО представляет собой искусственную газовую смесь на основе хладонов в газе-разбавителе воздухе или азоте в баллоне под давлением. Определяемые компоненты – хладон 114В2 ( $C_2Br_2F_4$ ), хладон 134а ( $C_2H_2F_4$ ), хладон 12 ( $C_2F_2Cl_2$ ), хладон 22 ( $CHClF_2$ ), хладон 410а ( $CHF_2CF_3 + CH_2F_2$ ), хладон 227еа ( $C_3HF_7$ ). Типы применяемых баллонов в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776–2011: баллоны из алюминиевых сплавов по ТУ 1411-016-03455343-2004, ТУ 1412-017-03455343-2004 и по ТУ 1411-001-20810646-2015; металлокомпозитные баллоны с лейнером из нержавеющей стали по ТУ 2296-010-13833523-07; баллоны из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949–73. Вместимость баллонов от 1 дм<sup>3</sup> до 50 дм<sup>3</sup>. Давление в баллонах от 7 МПа до 15 МПа. Баллоны снабжены латунными вентилями типа KB-1П, KB-53М, ВБМ-1 или их аналогами.

#### **ГСО 11115–2018 СО СОСТАВА СИЛЬВИНИТА ВЕРХНЕКАМСКОГО МЕСТОРОЖДЕНИЯ**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений, применяемых при определении состава минерального сырья месторождений калийных солей.

**Область применения** – производство минеральных удобрений, геология, химическая промышленность, научные исследования.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля компонента, %.

Материал СО представляет собой порошок молотый, приготовленный из природного сильвинита Верхнекамского месторождения калийных солей (производство ПАО «Уралкалий», г. Березники, Пермский край). Экземпляр СО массой  $(0,50 \pm 0,01)$  кг расфасован в полиэтиленовую банку вместимостью 0,5 дм<sup>3</sup>, герметично закрытую навинчивающейся крышкой.

#### **ГСО 11116–2018/ГСО 11119–2018 СО ОТКРЫТОЙ ПОРИСТОСТИ ГОРНЫХ ПОРОД (ИМИТАТОРЫ) (НАБОР ОПГП СО УНИИМ)**

СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений открытой пористости при петрофизических исследованиях керна и шлама в лабораторных условиях. СО могут применяться для калибровки, поверки СИ открытой пористости горных пород, для испытаний СИ и СО в целях утверждения типа, а также для различных видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО установленным требованиям.

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

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** – открытая пористость, %.

СО представляет собой цилиндр, внешним диаметром 30 мм и высотой 30 мм. Материалом СО является формованный корундовый спеченный огнеупор, содержание  $Al_2O_3$  более 90%. СО упакован в пластиковый или деревянный футляр с этикеткой. Количество типов СО в наборе – 4.

#### **ГСО 11120–2018 СО ЧУГУНА ПЕРЕДЕЛЬНОГО ТИПА ПФЗ (ИСО ЧГ56)**

СО предназначен для градуировки СИ при определении состава чугунов (ГОСТ 805–95) спектральными методами, аттестации методик измерений. СО может применяться для контроля точности результатов измерений при определении состава чугунов (ГОСТ 805–95), для поверки (калибровки) СИ при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки (калибровки) соответствующих СИ.

**Область применения** – металлургия, машиностроение и другие отрасли.

**Способ аттестации** – сравнение со стандартным образцом, межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля элементов, %.

Материал СО приготовлен из чугуна передельного типа ПФЗ в виде монолитных экземпляров цилиндрической формы с двумя рабочими поверхностями диаметром (37–40) мм, высотой (17–20) мм (ГОСТ 7565–81, ГОСТ Р ИСО 14284–2009).

#### **ГСО 11121–2018 СО ЧУГУНА ПЕРЕДЕЛЬНОГО ТИПА ПФ2 (ИСО ЧГ57)**

СО предназначен для градуировки СИ при определении состава чугунов (ГОСТ 805–95) спектральными метода-



ми, аттестации методик измерений. СО может применяться для контроля точности результатов измерений при определении состава чугунов (ГОСТ 805–95), для поверки (калибровки) СИ при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки (калибровки) соответствующих СИ.

**Область применения** – металлургия, машиностроение и другие отрасли.

**Способ аттестации** – сравнение со стандартным образцом, межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля элементов, %.

Материал СО приготовлен из чугуна передельного типа ПФ2 в виде монолитных экземпляров цилиндрической формы с двумя рабочими поверхностями диаметром (37–40) мм, высотой (17–20) мм (ГОСТ 7565–81, ГОСТ Р ИСО 14284–2009).

#### **ГСО 11122–2018 СО СОСТАВА РАСТВОРА ИОНОВ АЛЮМИНИЯ**

СО предназначен для поверки, калибровки, испытаний СИ (спектрометров атомно-абсорбционных, рентгено-флуоресцентных, атомно-эмиссионных и иных), в том числе в целях утверждения типа, контроля точности результатов измерений, аттестации методик измерений.

**Область применения** – добывающая, перерабатывающая, химическая, пищевая промышленность, черная и цветная металлургия, в том числе специальная, охрана окружающей среды, здравоохранение.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая концентрация ионов алюминия, г/дм<sup>3</sup>.

Материал СО – раствор металлического алюминия в 1М соляной кислоте расфасован в ампулы вместимостью 5 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup>, 25 см<sup>3</sup> и полипропиленовые сосуды (банки) вместимостью 50 см<sup>3</sup> и 250 см<sup>3</sup>.

#### **ГСО 11123–2018 СО СОСТАВА РАСТВОРА ИОНОВ ИНДИЯ**

СО предназначен для поверки, калибровки, испытаний СИ (спектрометров атомно-абсорбционных, рентгено-флуоресцентных, атомно-эмиссионных и иных), в том числе в целях утверждения типа, контроля точности результатов измерений, аттестации методик измерений.

**Область применения** – добывающая, перерабатывающая, химическая промышленность, черная и цветная металлургия, в том числе специальная, пищевая промышленность, охрана окружающей среды.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая концентрация ионов индия, г/дм<sup>3</sup>.

Материал СО – раствор металлического индия по ГОСТ 10297–94 в 1М азотной кислоте расфасован в ампулы вместимостью 5 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup>, 25 см<sup>3</sup> и полипропиленовые сосуды (банки) вместимостью 50 см<sup>3</sup> и 250 см<sup>3</sup>,

#### **ГСО 11124–2018 СО СОСТАВА РАСТВОРА ИОНОВ МАГНИЯ**

СО предназначен для поверки, калибровки, испытаний СИ (спектрометров атомно-абсорбционных, рентгено-флуоресцентных, атомно-эмиссионных и иных), в том числе в целях утверждения типа, контроля точности результатов измерений, аттестации методик измерений.

**Область применения** – добывающая, перерабатывающая, химическая промышленность, черная и цветная металлургия, в том числе специальная, пищевая промышленность, охрана окружающей среды, здравоохранение.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая концентрация ионов магния, г/дм<sup>3</sup>.

Материал СО – раствор металлического магния в 1М азотной кислоте расфасован в ампулы вместимостью 5 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup>, 25 см<sup>3</sup> и полипропиленовые сосуды (банки) вместимостью 50 см<sup>3</sup> и 250 см<sup>3</sup>.

#### **ГСО 11125–2018 СО СОСТАВА РАСТВОРА ИОНОВ НИКЕЛЯ**

СО предназначен для поверки, калибровки, испытаний СИ (спектрометров атомно-абсорбционных, рентгено-флуоресцентных, атомно-эмиссионных и иных), в том числе в целях утверждения типа, контроля точности результатов измерений, аттестации методик измерений.

**Область применения** – добывающая, перерабатывающая, химическая промышленность, пищевая промышленность, черная и цветная металлургия, в том числе специальная, охрана окружающей среды, здравоохранение.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая концентрация ионов никеля, г/дм<sup>3</sup>.

Материал СО – раствор металлического никеля в 1М азотной кислоте расфасован в ампулы вместимостью 5 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup>, 25 см<sup>3</sup> и полипропиленовые сосуды (банки) вместимостью 50 см<sup>3</sup> и 250 см<sup>3</sup>.

#### **ГСО 11126–2018 СО СОСТАВА РАСТВОРА ИОНОВ ТИТАНА**

СО предназначен для поверки, калибровки, испытаний СИ (спектрометров атомно-абсорбционных, рентгено-флуоресцентных, атомно-эмиссионных и иных), в том числе в целях утверждения типа, контроля точности результатов измерений, аттестации методик измерений.

**Область применения** – добывающая, перерабатывающая, химическая промышленность, пищевая промышленность, черная и цветная металлургия, в том числе специальная, охрана окружающей среды, здравоохранение.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая концентрация ионов титана, г/дм<sup>3</sup>.

Материал СО – раствор металлического титана в 1М азотной кислоте и 0,2М фтористоводородной кислоте расфасован в ампулы вместимостью 5 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup>, 25 см<sup>3</sup> и полипропиленовые сосуды (банки) вместимостью 50 см<sup>3</sup> и 250 см<sup>3</sup>.

#### **ГСО 11127–2018/ ГСО 11130–2018 СО СОСТАВА КАШИ ЗЕРНОМОЛОЧНОЙ СУХОЙ ДЛЯ ДЕТСКОГО ПИТАНИЯ (набор КСМ-1 СО УНИИМ)**

СО предназначены для калибровки, градуировки СИ массовых долей азота (белка), влаги, жира в зерно-молочных продуктах, в том числе для детского питания, аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовых долей азота (белка), влаги, жира в зерно-молочных продуктах, в том числе для детского питания. СО может применяться для поверки СИ состава зерно-молочных продуктов, в том числе для детского питания, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

**Область применения** – пищевая и сельскохозяйственная промышленность, научные исследования.

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

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля влаги, жира, азота и белка, %.

Материал СО представляет собой кашу зерно-молочную сухую быстрорастворимую для детского питания в виде порошка, расфасованного в двойные герметичные полиэтиленовые или металлизированные пакеты; масса СО составляет от 20 г до 100 г в зависимости от требований заказчика; количество образцов в наборе – 4.

#### **ГСО 11131–2018 СО СОРБЦИОННЫХ СВОЙСТВ НАНОПОРИСТОГО ОКСИДА КРЕМНИЯ (15-SiO<sub>2</sub> СО УНИИМ)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений сорбционных свойств нанопористых материалов. СО может применяться для поверки, калибровки СИ, испытаний СИ в целях утверждения типа при условии его соответствия требованиям методик поверки, калибровки, программ испытаний СИ в целях утверждения типа соответственно.

**Область применения** – nanoиндустрия, научные исследования.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – удельная поверхность, м<sup>2</sup>/г; удельный объем пор, см<sup>3</sup>/г; средний диаметр пор, нм; удельная адсорбция азота, моль/кг.

Материал СО представляет собой порошок оксида кремния, расфасованный по 4 г в банки с завинчивающимися крышками и этикетками.

#### **ГСО 11132–2018 СО МАССОВЫХ ДОЛЕЙ ЭЛЕМЕНТОВ В НАНОСТРУКТУРИРОВАННОМ КАТАЛИЗАТОРЕ (СО-ЭКОАЛЬЯНС-1)**

СО предназначен для калибровки СИ, контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовых долей палладия, родия и циркония в наноструктурированном катализаторе для автотранспорта с бензиновыми двигателями атомно-эмиссионным, масс-спектральным и рентгеноспектральным методами. СО может применяться для поверки СИ, при условии его соответствия требованиям методик поверки СИ.

**Область применения** – нанотехнологии, химическая промышленность, научные исследования.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля палладия Pd, %; массовая доля родия Rh, %; массовая доля циркония Zr, %.

СО представляет собой порошок с размером частиц не более 120 мкм, полученный при размоле наноструктурированного катализатора блочного типа для автотранспорта с бензиновыми двигателями, расфасованный по 20 г в полипропиленовые флаконы вместимостью 40 см<sup>3</sup> с завинчивающимися крышками.

#### **ГСО 11133–2018 СО МАССОВЫХ ДОЛЕЙ ЭЛЕМЕНТОВ В НАНОСТРУКТУРИРОВАННОМ КАТАЛИЗАТОРЕ (СО-ЭКОАЛЬЯНС-2)**

СО предназначен для калибровки СИ, контроля точности

результатов измерений и аттестации методик измерений массовых долей палладия, родия и циркония в наноструктурированном катализаторе для автотранспорта с бензиновыми двигателями атомно-эмиссионным, масс-спектральным и рентгеноспектральным методами. СО может применяться для поверки СИ, при условии его соответствия требованиям методик поверки СИ.

**Область применения** – нанотехнологии, химическая промышленность, научные исследования.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля палладия Pd, %; массовая доля родия Rh, %; массовая доля циркония Zr, %.

СО представляет собой порошок с размером частиц не более 120 мкм, полученный при размоле наноструктурированного катализатора блочного типа для автотранспорта с бензиновыми двигателями, расфасованный по 20 г в полипропиленовые флаконы вместимостью 40 см<sup>3</sup> с завинчивающимися крышками.

#### **ГСО 11134–2018 СО СОСТАВА РУДЫ ЗОЛОТОСОДЕРЖАЩЕЙ МЕСТОРОЖДЕНИЯ «САРИ-ГУНАЙ» (РЗСГ-1)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений массовой доли золота пробирным, пробирно-атомно-абсорбционным и пробирно-атомно-эмиссионным с индуктивно-связанной плазмой методами; массовых долей серебра и ртути атомно-абсорбционным методом; массовых долей серебра, меди, мышьяка и ртути атомно-эмиссионным с индуктивно-связанной плазмой методом; массовых долей золота, серебра, меди, мышьяка и ртути масс-спектрометрическим с индуктивно-связанной плазмой методом, в руде золотосодержащей; аттестации (валидации) методик измерений; калибровки СИ, градуировки СИ, совместно с другими СО состава руды золотосодержащей, при соответствии методикам градуировки.

**Область применения** – геология, цветная металлургия, научные исследования.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля золота, серебра, млн<sup>-1</sup>(г/т); массовая доля меди, мышьяка, ртути, %.

Материал СО представляет собой порошок руды золотосодержащей месторождения «Сари-Гунай» (Иран), крупностью не более 0,1 мм, расфасованный по 1000 г в полиэтиленовую банку с плотно завинчивающейся крышкой.

#### **ГСО 11135–2018 СО СОСТАВА РУДЫ ЗОЛОТОСОДЕРЖАЩЕЙ МЕСТОРОЖДЕНИЯ «САРИ-ГУНАЙ» (РЗСГ-2)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений массовой доли золота пробирным, пробирно-атомно-абсорбционным и пробирно-атомно-эмиссионным с индуктивно-связанной плазмой методами; массовых долей серебра и ртути атомно-абсорбционным методом; массовых долей серебра, меди, мышьяка и ртути атомно-эмиссионным с индуктивно-связанной плазмой методом; массовых долей золота, серебра, меди, мышьяка и ртути масс-спектрометрическим с индуктивно-связанной плазмой методом, в руде золотосодержащей; аттестации (валидации) методик измерений; калибровки СИ, градуировки СИ, совместно с другими СО состава руды золотосодержащей, при соответствии методикам градуировки.

**Область применения** – геология, цветная металлургия, научные исследования.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля золота, серебра, млн<sup>-1</sup>(г/т); массовая доля меди, мышьяка, ртути, %.

Материал СО представляет собой порошок руды золотосодержащей месторождения «Сари-Гунай» (Иран), крупностью не более 0,1 мм, расфасованный по 1000 г в полиэтиленовую банку с плотно завинчивающейся крышкой.

#### **ГСО 11136–2018 СО СОСТАВА РУДЫ ЗОЛОТОСОДЕРЖАЩЕЙ МЕСТОРОЖДЕНИЯ «САРИ-ГУНАЙ» (РЗСГ-3)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений массовой доли золота пробирным, пробирно-атомно-абсорбционным и пробирно-атомно-эмиссионным с индуктивно-связанной плазмой методами; массовых долей серебра и ртути атомно-абсорбционным методом; массовых долей серебра, меди, мышьяка и ртути атомно-эмиссионным с индуктивно-связанной плазмой методом; массовых долей золота, серебра, меди, мышьяка и ртути масс-спектрометрическим с индуктивно-связанной плазмой методом, в руде золотосодержащей; аттестации (валидации) методик измерений; калибровки СИ, градуировки СИ, совместно с другими СО состава руды золотосодержащей, при соответствии методикам градуировки.

**Область применения** – геология, цветная металлургия, научные исследования.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля золота, серебра,  $\text{млн}^{-1}(\text{г/т})$ ; массовая доля меди, мышьяка, ртути, %.

Материал СО представляет собой порошок руды золотосодержащей месторождения «Сари-Гунай» (Иран), крупностью не более 0,1 мм, расфасованный по 1000 г в полиэтиленовую банку с плотно закрывающейся крышкой.

#### **ГСО 11137–2018 СО СОСТАВА ВЫСОКОПРОЧНОГО МАГНИЕВОГО СПЛАВА ВМЛ20 (комплект)**

СО предназначены для аттестации методик (методов) измерений химического состава сплава магниевого ВМЛ20 и аналогичных по химическому составу, контроля точности результатов измерений химического состава сплава магниевого ВМЛ20 и аналогичных по химическому составу, калибровки, градуировки и поверки СИ.

**Область применения** – авиационная промышленность, цветная металлургия.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля элементов, %.

Комплект состоит из трех монолитных цилиндрических образцов. СО изготовлены в виде цилиндров диаметром 40 мм, высотой 20 мм.

#### **ГСО 11138–2018 СО ХРОМА МЕТАЛЛИЧЕСКОГО ТИПА Х99Н1 (ИСО Ф36/1)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений при определении химического состава хрома металлического (ГОСТ 5905–2004). СО может применяться для поверки (калибровки), градуировки СИ при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки (калибровки) и градуировки соответствующих СИ.

**Область применения** – металлургия, машиностроение и другие отрасли.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля элементов, %.

Материал СО приготовлен из хрома металлического типа Х99Н1 в виде порошка крупностью (0,056–0,28) мм (ГОСТ 17260–2009); материал расфасован в банки вместимостью 100  $\text{см}^3$  с пластмассовой крышкой по (50–300) г.

#### **ГСО 11139–2018 СО СТАЛЕЙ ТИПОВ 90ХАФ, 90АФ, 76АФ, 76ХАФ (комплект ИСО УГ126 – ИСО УГ129)**

СО предназначены для градуировки СИ при определении состава сталей (ГОСТ Р 51685–2013) спектральными

методами, аттестации методик измерений. СО могут применяться для контроля точности результатов измерений при определении состава сталей (ГОСТ Р 51685–2013), для поверки (калибровки) СИ при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки (калибровки) соответствующих СИ.

**Область применения** – металлургия, машиностроение и другие отрасли.

**Способ аттестации** – сравнение со стандартным образцом, межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля элементов, %.

Комплект ИСО УГ126 – ИСО УГ129 состоит из четырех СО; материал СО приготовлен из сталей типов 90ХАФ, 90АФ, 76АФ, 76ХАФ в виде монолитных экземпляров цилиндрической формы диаметром (36–40) мм, высотой (20–26) мм (ГОСТ 7565–81, ГОСТ Р ИСО 14284–2009).

#### **ГСО 11140–2018 СО СОСТАВА РАСТВОРА ПЕНТАЭРИТРИТТЕТРАНИТРАТА (ТЭНа) В АЦЕТОНИТРИЛЕ (ТЭН-ГосНИИХП-5)**

СО предназначен для поверки, калибровки, градуировки СИ, а также контроля метрологических характеристик при проведения их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; разработки и аттестации методик измерений; контроля точности результатов измерений в процессе применения методик измерений в соответствии с установленными в них алгоритмами контроля; проведения межлабораторных сравнительных испытаний.

**Область применения** – промышленность боеприпасной отрасли и спецхимии, охрана окружающей среды, научные исследования.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая концентрация пентаэритриттетранитрата,  $\text{г/дм}^3$ .

Материал СО представляет собой раствор пентаэритриттетранитрата (ТЭНа) в ацетонитриле, расфасованный в стеклянные ампулы номинальным объемом 5  $\text{см}^3$  или 20  $\text{см}^3$ . Герметично запаиваемые ампулы упакованы в коробки из картона для потребительской тары (ГОСТ 7933–89).

#### **ГСО 11141–2018 СО СОСТАВА РАСТВОРА 1,3,5,7-ТЕТРАНИТРО-1,3,5,7-ТЕТРААЗАЦИКЛООКТАНА (ОКТОГЕНА) В АЦЕТОНИТРИЛЕ (Окт-ГосНИИХП-5)**

СО предназначен для поверки, калибровки, градуировки СИ, а также контроля метрологических характеристик



при проведения их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; разработки и аттестации методик измерений; контроля точности результатов измерений в процессе применения методик измерений в соответствии с установленными в них алгоритмами контроля; проведении межлабораторных сравнительных испытаний.

**Область применения** – промышленность боеприпасной отрасли и спецхимии, охрана окружающей среды, научные исследования.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая концентрация 1,3,5,7-тетранитро-1,3,5,7-тетраазадициклооктана, г/дм<sup>3</sup>. Материал СО представляет собой раствор 1,3,5,7-тетранитро-1,3,5,7-тетраазадициклооктана (октогена) в ацетонитриле, который расфасован в стеклянные ампулы номинальным объемом 5 см<sup>3</sup> или 20 см<sup>3</sup>. Ампулы запаяны и упакованы в коробку из картона для потребительской тары (ГОСТ 7933–89).

#### **ГСО 11142–2018 СО ОБЪЕМНОЙ ДОЛИ ЭТАНОЛА В ВОДНОМ РАСТВОРЕ (ВЭР-2)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений объемной доли этанола в водке, водках особых и других водно-этанольных растворах. СО может быть использован для градуировки, поверки, калибровки СИ содержания этанола в водке, водках особых и других водно-этанольных растворах.

**Область применения:** пищевая и фармацевтическая промышленности.

**Способ аттестации** – расчетно-экспериментальный.

**Аттестованная характеристика СО** – объемная доля этанола, %.

Материалом СО является водный раствор спирта этилового ректифицированного из пищевого сырья по ГОСТ 5962–2013 или этилового спирта 95% по ФС.2.1.0036.15. Материал СО расфасован не менее чем по 500 см<sup>3</sup> в стеклянные или пластмассовые флаконы с завинчивающимися крышками.

#### **ГСО 11143–2018 СО СОСТАВА СПЛАВА ЦИРКОНИЯ С НИОБИЕМ И БОРОМ (СО ЧМЗ 110Б43)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений массовой доли бора в сплавах циркония с ниобием и бором атомно-эмиссионным методом с индуктивно-связанной плазмой. СО может применяться для калибровки, градуировки, поверки СИ, при условии его соответствия требованиям методик калибровки, градуировки, поверки СИ.

**Область применения:** металлургия, машиностроение, атомная энергетика и промышленность.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля бора, %.

СО представляет собой стружку из сплава циркония с ниобием и бором марки 110Б43 по ТУ 95 166–98 «Сплавы циркония в слитках», толщиной от 0,05 мм до 0,19 мм; шириной от 0,1 мм до 1,9 мм; длиной от 1 мм до 13 мм. СО массой (300±1) г упакован в пластиковые банки с завинчивающейся крышкой.

#### **ГСО 11144–2018/ГСО 11147–2018 СО СОСТАВА КАШИ ЗЕРНОВОЙ СУХОЙ ДЛЯ ДЕТСКОГО ПИТАНИЯ (набор КС-1 СО УНИИМ)**

СО предназначены для калибровки, градуировки СИ массовых долей азота (белка), влаги, жира в зерновых продуктах, в том числе для детского питания, аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовых долей азота (белка), влаги, жира в зерновых продуктах, в том числе для детского питания. СО может применяться для поверки СИ состава зерновых продуктов, в том числе для детского питания, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

**Область применения:** пищевая и сельскохозяйственная промышленность, научные исследования.

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

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля влаги, жира, азота, белка, %.

Материал СО представляет собой кашу зерновую сухую быстрорастворимую для детского питания по ГОСТ Р 52405–2005 в виде порошка, расфасованного в двойные герметичные полиэтиленовые или металлизированные пакеты; масса СО составляет от 20 г до 100 г в зависимости от требований заказчика; количество типов в наборе – 4.

#### **ГСО 11148–2018/ГСО 11151–2018 СО МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ МАГНИТОТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ СПЛАВА SmCo (набор МС SmCo)**

СО предназначены для калибровки, испытаний СИ магнитных свойств магнитотвердых материалов, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений магнитных свойств магнитотвердых материалов; другие

виды метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля. СО могут быть использованы для поверки СИ магнитных свойств магнитотвердых материалов при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в методиках поверки соответствующих СИ.

**Область применения:** приборостроение, научные исследования в области магнитных измерений, металлургия и другие отрасли.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – остаточная магнитная индукция, Вг, Тл; остаточная намагненность, Mr, кА/м; коэрцитивная сила по индукции, HcB, кА/м; коэрцитивная сила по намагненности, HcM, кА/м; максимальное энергетическое произведение, (BH)max, кДж/м<sup>3</sup>.

СО представляют собой цилиндры из сплава SmCo, полученные прессованием порошка сплава в магнитном поле с последующим спеканием в вакууме или среде инертного газа. Номинальная длина СО – 10 мм, номинальные диаметры – (7, 12, 22, 36) мм. Для предотвращения разрушения СО укреплены внешним кольцом из немагнитного материала той же высоты, что и СО. СО упакованы в футляр из немагнитного материала, предохраняющий СО от повреждений, на который наклеена этикетка. Количество типов СО в наборе – 4.

#### **ГСО 11152–2018 СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОДНОСТЕННЫХ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК В ОРГАНИЧЕСКОМ РАСТВОРИТЕЛЕ**

СО предназначен для поверки, калибровки, градуировки СИ (систем обнаружения углеродных нановолокон и углеродных нанотрубок), а также контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений, применяемых при определении массовой концентрации одностенных углеродных нанотрубок в органическом растворителе.

**Область применения:** нанотехнологии, оценка безопасности наноматериалов.

**Способ аттестации** – расчетно-экспериментальный.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая концентрация одностенных углеродных нанотрубок, мг/дм<sup>3</sup>.

Материал СО представляет собой коллоидный раствор одностенных углеродных нанотрубок (ТУ 20.13.21–001–91735575–2017) в органическом растворителе (N-метилпирролидон). Одностенные углеродные нанотрубки в коллоидном растворе находятся во взве-

шенном состоянии и не выпадают в осадок. Внешний вид – суспензия темно-серого цвета. СО поставляется в стеклянных пробирках, снабженных винтовыми крышками из полипропилена или высокомолекулярного полиэтилена, объем СО в пробирке – 10,0 см<sup>3</sup>.

#### **ГСО 11153–2018 СО СОСТАВА КОБАЛЬТА (КН-1)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли водорода и кислорода в кобальте марок К0, К1Au, К1А, К1 (ГОСТ 123–2008). СО может применяться для градуировки СИ (газовых анализаторов) совместно со стандартными образцами состава кобальта ГСО 10062–2012 (КМ-1), ГСО 10063–2012 (комплект ЭК), ГСО 10314–2013 (ЭКО-1).

**Область применения:** цветная металлургия.

**Способ аттестации** – сравнение со стандартным образцом.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля элементов, %.

Материал СО представляет собой кобальт марки К1Au (ГОСТ 123–2008) в виде стружки крупностью (1–5) мм. СО расфасован по 50 г в стеклянные банки с крышками.

#### **ГСО 11154–2018 СО СОРБЦИОННЫХ СВОЙСТВ НАНОПОРИСТОГО ОКСИДА КРЕМНИЯ (2,2-SiO<sub>2</sub> СО УНИИМ)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений сорбционных свойств нанопористых материалов. СО может применяться для поверки, калибровки СИ, испытаний СИ в целях утверждения типа при условии его соответствия требованиям методик поверки, калибровки, программ испытаний СИ в целях утверждения типа соответственно.

**Область применения** – nanoиндустрия, научные исследования.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – удельная поверхность, м<sup>2</sup>/г; удельный объем пор, см<sup>3</sup>/г; средний диаметр пор, нм; удельная адсорбция азота, моль/кг.

Материал СО представляет собой порошок оксида кремния, расфасованный по 4 г в банки с завинчивающимися крышками и этикетками.

#### **ГСО 11155–2018 СО СОРБЦИОННЫХ СВОЙСТВ НАНОПОРИСТОГО ОКСИДА КРЕМНИЯ (6-SiO<sub>2</sub> СО УНИИМ)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений сорбци-



онных свойств нанопористых материалов. СО может применяться для поверки, калибровки СИ, испытаний СИ в целях утверждения типа при условии его соответствия требованиям методик поверки, калибровки, программ испытаний СИ в целях утверждения типа соответственно.

**Область применения** – наноиндустрия, научные исследования.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – удельная поверхность,  $\text{м}^2/\text{г}$ ; удельный объем пор,  $\text{см}^3/\text{г}$ ; средний диаметр пор, нм; удельная адсорбция азота, моль/кг.

Материал СО представляет собой порошок оксида кремния, расфасованный по 4 г в банки с закручивающимися крышками и этикетками.

#### **ГСО 11156–2018 СО СОСТАВА, ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ, ТОЛЩИНЫ ОЛОВО-ВИСМУТОВОГО ПОКРЫТИЯ НА МЕДИ (СО УНИИМ ППТМ-ОВ/М-1)**

СО предназначен для испытаний, поверки и калибровки СИ поверхностной плотности и толщины покрытий при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик поверки и калибровки.

**Область применения** – черная и цветная металлургия.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля элементов, %; поверхностная плотность покрытия,  $\text{г}/\text{м}^2$ ; толщина покрытия, мкм.

Основание экземпляра СО изготовлено из меди марки М1к по ГОСТ 859-2014 в виде диска диаметром 39 мм, высотой 7 мм. Покрытие сплавом «олово-висмут» наносится способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84 на одну из сторон основания экземпляра СО. Значение поверхностной плотности покрытия установлено в центре образца на рабочей поверхности, ограниченной окружностью диаметром 5 мм. На СО с обратной стороны рабочей поверхности наклеена этикетка, на которой указан номер ГСО. Образец уложен в футляр, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

#### **ГСО 11157–2018 СО СОСТАВА, ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ, ТОЛЩИНЫ ОЛОВО-ВИСМУТОВОГО ПОКРЫТИЯ НА МЕДИ (СО УНИИМ ППТМ-ОВ/М-2)**

СО предназначен для испытаний, поверки и калибровки СИ поверхностной плотности и толщины покрытий при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик поверки и калибровки.

**Область применения** – черная и цветная металлургия.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля элементов, %; поверхностная плотность покрытия,  $\text{г}/\text{м}^2$ ; толщина покрытия, мкм.

Основание экземпляра СО изготовлено из меди марки М1к по ГОСТ 859-2014 в виде диска диаметром 39 мм, высотой 7 мм. Покрытие сплавом «олово-висмут» наносится способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84 на одну из сторон основания экземпляра СО. Значение поверхностной плотности покрытия установлено в центре образца на рабочей поверхности, ограниченной окружностью диаметром 5 мм. На СО с обратной стороны рабочей поверхности наклеена этикетка, на которой указан номер ГСО. Образец уложен в футляр, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

#### **ГСО 11158–2018 СО СОСТАВА, ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ, ТОЛЩИНЫ ОЛОВО-ВИСМУТОВОГО ПОКРЫТИЯ НА МЕДИ (СО УНИИМ ППТМ-ОВ/М-3)**

СО предназначен для испытаний, поверки и калибровки СИ поверхностной плотности и толщины покрытий при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик поверки и калибровки.

**Область применения** – черная и цветная металлургия.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля элементов, %; поверхностная плотность покрытия,  $\text{г}/\text{м}^2$ ; толщина покрытия, мкм.

Основание экземпляра СО изготовлено из меди марки М1к по ГОСТ 859-2014 в виде диска диаметром 39 мм, высотой 7 мм. Покрытие сплавом «олово-висмут» наносится способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84 на одну из сторон основания экземпляра СО. Значение поверхностной плотности покрытия установлено в центре образца на рабочей поверхности, ограниченной окружностью диаметром 5 мм. На СО с обратной стороны рабочей поверхности наклеена этикетка, на которой указан номер ГСО. Образец уложен в футляр, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

#### **ГСО 11159–2018 СО СОСТАВА, ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ, ТОЛЩИНЫ ОЛОВО-ВИСМУТОВОГО ПОКРЫТИЯ НА МЕДИ (СО УНИИМ ППТМ-ОВ/М-4)**

СО предназначен для испытаний, поверки и калибровки СИ поверхностной плотности и толщины покрытий при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик поверки и калибровки.

**Область применения** – черная и цветная металлургия.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля элементов, %; поверхностная плотность покрытия, г/м<sup>2</sup>; толщина покрытия, мкм.

Основание экземпляра СО изготовлено из меди марки М1к по ГОСТ 859-2014 в виде диска диаметром 39 мм, высотой 7 мм. Покрытие сплавом «олово-висмут» наносится способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84 на одну из сторон основания экземпляра СО. Значение поверхностной плотности покрытия установлено в центре образца на рабочей поверхности, ограниченной окружностью диаметром 5 мм. На СО с обратной стороны рабочей поверхности наклеена этикетка, на которой указан номер ГСО. Образец уложен в футляр, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

#### **ГСО 11160-2018 СО СОСТАВА ФЕРРОВАНАДИЯ МАРКИ FeV80 (ФВд12)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли кремния гравиметрическим и рентгеноспектральными методами, марганца атомно-абсорбционным, фотометрическим и рентгеноспектральными методами, серы кулонометрическим и рентгеноспектральными методами в феррованадии марки FeV80. СО может использоваться для аттестации стандартных образцов, градуировки СИ.

**Область применения** – черная металлургия, химическая промышленность, научные исследования.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля элементов, %.

СО представляет собой порошок феррованадия марки FeV80 по ГОСТ 27130–94, ТУ 0853-043-00186341-2005, упакованный в стеклянные банки с завинчивающимися крышками и этикетками, масса материала в банке не менее 250 г.

#### **ГСО 11161-2018 СО СОСТАВА ФЕРРОВАНАДИЯ МАРКИ FeV80 (ФВд14)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли никеля в феррованадии марки FeV80 атомно-абсорбционным и рентгеноспектральными методами. СО может использоваться для аттестации стандартных образцов, градуировки СИ.

**Область применения** – черная металлургия, химическая промышленность, научные исследования.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля элемента, %.

СО представляет собой порошок феррованадия марки FeV80 по ГОСТ 27130–94, ТУ 0853-043-00186341-2005, упакованный в стеклянные банки с завинчивающимися крышками и этикетками, масса материала в банке не менее 250 г.

#### **ГСО 11162-2018 СО СОСТАВА АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА ТИПА В950ч НА СОДЕРЖАНИЕ ВОДОРОДА (Н<sub>2</sub>-ПТ-0,057)**

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

**Область применения** – металлургическая промышленность, машиностроение.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля водорода, млн<sup>-1</sup>.

СО представляет собой прессованный прутки по ОСТ 190395–91 из сплава алюминия типа В950ч по ГОСТ 4784–97, диаметром 12 мм и длиной 250 мм.

#### **ГСО 11163-2018 СО СОСТАВА АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА ТИПА 1201 НА СОДЕРЖАНИЕ ВОДОРОДА (Н<sub>2</sub>-ПТ-0,082)**

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

**Область применения** – металлургическая промышленность, машиностроение.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля водорода, млн<sup>-1</sup>.

СО представляет собой прессованный прутки по ТУ 1-2-306-74 из сплава алюминия типа 1201 по ГОСТ 4784–97, диаметром 12 мм и длиной 250 мм.

### **ГСО 11164–2018 СО СОСТАВА АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА ТИПА АМг6 НА СОДЕРЖАНИЕ ВОДОРОДА (H<sub>2</sub>-ПТ-0,109)**

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

**Область применения** – металлургическая промышленность, машиностроение.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля водорода, млн<sup>-1</sup>.

СО представляет собой прессованный прутки по ГОСТ 21488–97 из сплава алюминия типа АМг6 по ГОСТ 4784–97, диаметром 12 мм и длиной 250 мм.

### **ГСО 11165–2018 СО СОСТАВА АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА ТИПА 1420 НА СОДЕРЖАНИЕ ВОДОРОДА (H<sub>2</sub>-ПТ-0,210)**

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

**Область применения** – металлургическая промышленность, машиностроение.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля водорода, млн<sup>-1</sup>.

СО представляет собой прессованный прутки по ТУ 1-4-013-78 из сплава алюминия типа 1420 по ОСТ 1 00048–80, диаметром 12 мм и длиной 250 мм.

### **ГСО 11166–2018 СО СОСТАВА ДИИНДОЛИЛМЕТАНА (ДИМ-МБФ)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений массовой доли дииндолилметана в лекарственных средствах, биологически активных добавках и сырье для их производства методом высокоэффективной жидкостной хроматографии; испытаний СО; аттестации (валидации) методик измерений массовой

доли дииндолилметана в лекарственных средствах, биологически активных добавках и сырье для их производства. СО может применяться для калибровки и поверки жидкостных хроматографов при условии соответствия его метрологических характеристик требованиям, установленным в методиках калибровки и поверки.

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

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля дииндолилметана (3-(1H-Индол-3-илметил)-1H-индола), %. СО представляет собой кристаллический порошок от белого до светло-коричневого цвета, расфасованный по 0,5 г, 1 г или 2 г во флаконы из темного стекла вместимостью 5 см<sup>3</sup> с закручивающейся крышкой. На каждый флакон наклеена этикетка.

### **ГСО 11167–2018 СО МУТНОСТИ ВОДЫ (МФ)**

СО предназначен для градуировки, поверки и калибровки СИ мутности по формазинной шкале питьевых, природных, сточных вод и водных растворов. СО может быть использован для контроля точности результатов измерений и для аттестации методик измерений мутности воды и водных растворов по формазинной шкале.

**Область применения** – охрана окружающей среды, здравоохранение, государственный метрологический надзор, испытания и контроль качества продукции.

**Способ аттестации** – расчетно-экспериментальный.

**Аттестованная характеристика СО** – мутность по формазинной шкале, ЕМФ.

Материалом СО является суспензия формазина в воде. Материал СО расфасован не менее чем по 5 см<sup>3</sup> или по 10 см<sup>3</sup> в ампулы из темного стекла с этикетками.

### **ГСО 11168–2018 СО СОСТАВА ВОССТАНОВЛЕННОГО МОЛОКА (ВМ СО УНИИМ)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений массовой концентрации сухого молока по методике № К362Д Методика измерений массовой концентрации молока сухого в пробах продуктов питания методом иммуноферментного анализа с помощью набора реагентов «Сухое молоко-ИФА» производства ООО «ХЕМА»; калибровки, градуировки СИ массовой доли азота в молочных продуктах, аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли азота. СО может применяться для поверки СИ состава молочных продуктов, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур

метрологического контроля; контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

**Область применения** – пищевая промышленность.

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

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля азота, %; массовая концентрация сухого молока, мг/см<sup>3</sup>.

Материалом СО является сухой порошок лиофилизированного молока, приготовленный из предварительно восстановленного в воде сухого молока по ГОСТ Р 52791–2007, который расфасован по (0,05–0,15) г в виалы с герметичными кримповыми крышками. Виалы снабжены этикетками, упакованы в ZIP-Lock или герметично запаянные полиэтиленовые пакеты.

#### **ГСО 11169–2018 СО ПРЕДЕЛЬНОЙ ТЕМПЕРАТУРЫ ФИЛЬТРУЕМОСТИ ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА НА ХОЛОДНОМ ФИЛЬТРЕ (ПТФ-10-НС)**

СО предназначен для аттестации методик измерений предельной температуры фильтруемости на холодном фильтре, контроля точности результатов измерений предельной температуры фильтруемости, в том числе по ГОСТ 22254–92; ГОСТ 33755–2016; ГОСТ EN 116–2013; ГОСТ Р 54269–2010. СО может применяться для аттестации испытательного оборудования, испытаний, поверки и калибровки СИ предельной температуры фильтруемости, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

**Область применения** – охрана окружающей среды, нефтеперерабатывающая промышленность.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** – предельная температура фильтруемости на холодном фильтре, °С.

Материал СО представляет собой дизельное топливо, расфасованное во флаконы из стекла или полимерного материала с плотно навинчивающейся крышкой с этикеткой. Объем содержимого отдельного флакона должен составлять не менее 60 см<sup>3</sup> или 100 см<sup>3</sup>.

#### **ГСО 11170–2018 СО ПРЕДЕЛЬНОЙ ТЕМПЕРАТУРЫ ФИЛЬТРУЕМОСТИ ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА НА ХОЛОДНОМ ФИЛЬТРЕ (ПТФ-20-НС)**

СО предназначен для аттестации методик измерений предельной температуры фильтруемости на холодном

фильтре, контроля точности результатов измерений предельной температуры фильтруемости, в том числе по ГОСТ 22254–92; ГОСТ 33755–2016; ГОСТ EN 116–2013; ГОСТ Р 54269–2010. СО может применяться для аттестации испытательного оборудования, испытаний, поверки и калибровки СИ предельной температуры фильтруемости, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

**Область применения** – охрана окружающей среды, нефтеперерабатывающая промышленность.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** – предельная температура фильтруемости на холодном фильтре, °С.

Материал СО представляет собой дизельное топливо, расфасованное во флаконы из стекла или полимерного материала с плотно навинчивающейся крышкой с этикеткой. Объем содержимого отдельного флакона должен составлять не менее 60 см<sup>3</sup> или 100 см<sup>3</sup>.

#### **ГСО 11171–2018 СО ПРЕДЕЛЬНОЙ ТЕМПЕРАТУРЫ ФИЛЬТРУЕМОСТИ ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА НА ХОЛОДНОМ ФИЛЬТРЕ (ПТФ-30-НС)**

СО предназначен для аттестации методик измерений предельной температуры фильтруемости на холодном фильтре, контроля точности результатов измерений предельной температуры фильтруемости, в том числе по ГОСТ 22254–92; ГОСТ 33755–2016; ГОСТ EN 116–2013; ГОСТ Р 54269–2010. СО может применяться для аттестации испытательного оборудования, испытаний, поверки и калибровки СИ предельной температуры фильтруемости, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

**Область применения** – охрана окружающей среды, нефтеперерабатывающая промышленность.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** – предельная температура фильтруемости на холодном фильтре, °С.

Материал СО представляет собой дизельное топливо, расфасованное во флаконы из стекла или полимерного материала с плотно навинчивающейся крышкой с этикеткой. Объем содержимого отдельного флакона должен составлять не менее 60 см<sup>3</sup> или 100 см<sup>3</sup>.



**ГСО 11172–2018 СО ПРЕДЕЛЬНОЙ ТЕМПЕРАТУРЫ ФИЛЬТРУЕМОСТИ ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА НА ХОЛОДНОМ ФИЛЬТРЕ (ПТФ–40–НС)**

СО предназначен для аттестации методик измерений предельной температуры фильтруемости на холодном фильтре, контроля точности результатов измерений предельной температуры фильтруемости, в том числе по ГОСТ 22254–92; ГОСТ 33755–2016; ГОСТ EN 116–2013; ГОСТ Р 54269–2010. СО может применяться для аттестации испытательного оборудования, испытаний, поверки и калибровки СИ предельной температуры фильтруемости, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

**Область применения** – охрана окружающей среды, нефтеперерабатывающая промышленность.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** – предельная температура фильтруемости на холодном фильтре, °С. Материал СО представляет собой дизельное топливо, расфасованное во флаконы из стекла или полимерного материала с плотно навинчивающейся крышкой с этикеткой. Объем содержимого отдельного флакона должен составлять не менее 60 см<sup>3</sup> или 100 см<sup>3</sup>.

**ГСО 11173–2018 СО ТЕМПЕРАТУР ТЕКУЧЕСТИ И ЗАСТЫВАНИЯ НЕФТЕПРОДУКТОВ (ТТЗ–10–НС)**

СО предназначен для аттестации методик измерений температур текучести и застывания нефтепродуктов, контроля точности результатов измерений температур текучести и застывания нефтепродуктов, в том числе по ГОСТ 20287–91, ГОСТ 32463–2013, ГОСТ 32393–2013, ГОСТ 33910–2016. СО может применяться для аттестации испытательного оборудования, испытаний, поверки и калибровки СИ температур текучести и застывания, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

**Область применения** – охрана окружающей среды, нефтеперерабатывающая промышленность.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** – температура текучести и температура застывания нефтепродуктов, °С. Материал СО представляет собой углеводород, рас-

фасованный во флаконы из стекла или полимерного материала с плотно завинчивающейся крышкой и этикеткой. Объем содержимого отдельного флакона должен составлять не менее 100 см<sup>3</sup>.

**ГСО 11174–2018 СО ТЕМПЕРАТУР ТЕКУЧЕСТИ И ЗАСТЫВАНИЯ НЕФТЕПРОДУКТОВ (ТТЗ–20–НС)**

СО предназначен для аттестации методик измерений температур текучести и застывания нефтепродуктов, контроля точности результатов измерений температур текучести и застывания нефтепродуктов, в том числе по ГОСТ 20287–91, ГОСТ 32463–2013, ГОСТ 32393–2013, ГОСТ 33910–2016. СО может применяться для аттестации испытательного оборудования, испытаний, поверки и калибровки СИ температур текучести и застывания, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

**Область применения** – охрана окружающей среды, нефтеперерабатывающая промышленность.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** – температура текучести и температура застывания нефтепродуктов, °С. Материал СО представляет собой углеводород, расфасованный во флаконы из стекла или полимерного материала с плотно завинчивающейся крышкой и этикеткой. Объем содержимого отдельного флакона должен составлять не менее 100 см<sup>3</sup>.

**ГСО 11175–2018 СО ТЕМПЕРАТУР ТЕКУЧЕСТИ И ЗАСТЫВАНИЯ НЕФТЕПРОДУКТОВ (ТТЗ–30–НС)**

СО предназначен для аттестации методик измерений температур текучести и застывания нефтепродуктов, контроля точности результатов измерений температур текучести и застывания нефтепродуктов, в том числе по ГОСТ 20287–91, ГОСТ 32463–2013, ГОСТ 32393–2013, ГОСТ 33910–2016. СО может применяться для аттестации испытательного оборудования, испытаний, поверки и калибровки СИ температур текучести и застывания, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

**Область применения** – охрана окружающей среды, нефтеперерабатывающая промышленность.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений

**Аттестованная характеристика СО** – температура текучести и температура застывания нефтепродуктов, °С. Материал СО представляет собой углеводород, расфасованный во флаконы из стекла или полимерного материала с плотно завинчивающейся крышкой и этикеткой. Объем содержимого отдельного флакона должен составлять не менее 100 см<sup>3</sup>.

#### **ГСО 11176–2018 СО ТЕМПЕРАТУР ТЕКУЧЕСТИ И ЗАСТЫВАНИЯ НЕФТЕПРОДУКТОВ (ТТЗ-40-НС)**

СО предназначен для аттестации методик измерений температур текучести и застывания нефтепродуктов, контроля точности результатов измерений температур текучести и застывания нефтепродуктов, в том числе по ГОСТ 20287–91, ГОСТ 32463–2013, ГОСТ 32393–2013, ГОСТ 33910–2016. СО может применяться для аттестации испытательного оборудования, испытаний, поверки и калибровки СИ температур текучести и застывания, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

**Область применения** – охрана окружающей среды, нефтеперерабатывающая промышленность.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** – температура текучести и температура застывания нефтепродуктов, °С. Материал СО представляет собой углеводород, расфасованный во флаконы из стекла или полимерного материала с плотно завинчивающейся крышкой и этикеткой. Объем содержимого отдельного флакона должен составлять не менее 100 см<sup>3</sup>.

#### **ГСО 11177–2018 СО ТЕМПЕРАТУР ТЕКУЧЕСТИ И ЗАСТЫВАНИЯ НЕФТЕПРОДУКТОВ (ТТЗ-50-НС)**

СО предназначен для аттестации методик измерений температур текучести и застывания нефтепродуктов, контроля точности результатов измерений температур текучести и застывания нефтепродуктов, в том числе по ГОСТ 20287–91, ГОСТ 32463–2013, ГОСТ 32393–2013, ГОСТ 33910–2016. СО может применяться для аттестации испытательного оборудования, испытаний, поверки и калибровки СИ температур текучести и застывания, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля;

контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

**Область применения** – охрана окружающей среды, нефтеперерабатывающая промышленность.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** – температура текучести и температура застывания нефтепродуктов, °С. Материал СО представляет собой углеводород, расфасованный во флаконы из стекла или полимерного материала с плотно завинчивающейся крышкой и этикеткой. Объем содержимого отдельного флакона должен составлять не менее 100 см<sup>3</sup>.

#### **ГСО 11178–2018/ГСО 11181–2018 СО МАССОВОЙ ДОЛИ БОРА В СИЛУМИНЕ (имитаторы) (набор СОБор)**

СО предназначены для аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений массовой доли бора в силумине, градуировки СИ и аттестации СО для измерений массовой доли бора в силумине методом атомно-эмиссионной спектроскопии. СО могут быть использованы для поверки и калибровки СИ, применяемых для измерения массовой доли бора в силумине при условии соответствия требованиям методик поверки и калибровки.

**Область применения** – атомная промышленность, научные исследования.

**Способ аттестации** – расчетно-экспериментальный, применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля бора, %.

Материал СО представляет искусственную смесь порошков элементарного кремния, оксидов алюминия и никеля в соответствующем составе окисленного силумина соотношении. В образец СОБор-1 дополнительно введен бор в виде раствора тетрабората натрия с последующей термической обработкой при 300 °С, измельчением и гомогенизацией. Образцы СОБор-2 и СОБор-3 приготовлены последовательным разбавлением основой с усреднением смесей. Образец СОБор-4 – матричный материал. Образцы расфасованы по (10±0,1) г в полипропиленовые емкости с этикетками, герметично закрытые завинчивающимися крышками. Количество типов в наборе – 4.

#### **ГСО 11182–2018 СО ДАВЛЕНИЯ НАСЫЩЕННЫХ ПАРОВ НЕФТЕПРОДУКТОВ (ДНП-М-1)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений давления насыщенных паров нефтепродуктов по ГОСТ 1756–2000, ГОСТ 31874–2012; аттестации испы-



тательного оборудования – аппаратов для определения давления насыщенных паров нефтепродуктов.

**Область применения** – нефтяная и нефтеперерабатывающая отрасли промышленности.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО** – давление насыщенных паров при температуре 37,8 °С, кПа.

Материал СО представляет собой углеводород. Материал СО расфасован в стеклянные флаконы по 0,25 дм<sup>3</sup>, закрытые завинчивающимися крышками, с этикетками.

#### **ГСО 11183–2018 СО ДАВЛЕНИЯ НАСЫЩЕННЫХ ПАРОВ НЕФТЕПРОДУКТОВ (ДНП-М-2)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений давления насыщенных паров нефтепродуктов по ГОСТ 1756–2000, ГОСТ 31874–2012; аттестации испытательного оборудования – аппаратов для определения давления насыщенных паров нефтепродуктов.

**Область применения** – нефтяная и нефтеперерабатывающая отрасли промышленности.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО** – давление насыщенных паров при температуре 37,8 °С, кПа.

Материал СО представляет собой углеводород. Материал СО расфасован в стеклянные флаконы по 0,25 дм<sup>3</sup>, закрытые завинчивающимися крышками, с этикетками.

#### **ГСО 11184–2018 СО ДАВЛЕНИЯ НАСЫЩЕННЫХ ПАРОВ НЕФТЕПРОДУКТОВ (ДНП-М-3)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений давления насыщенных паров нефтепродуктов по ГОСТ 1756–2000, ГОСТ 31874–2012; аттестации испытательного оборудования – аппаратов для определения давления насыщенных паров нефтепродуктов.

**Область применения** – нефтяная и нефтеперерабатывающая отрасли промышленности.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО** – давление насыщенных паров при температуре 37,8 °С, кПа.

Материал СО представляет собой углеводород. Материал СО расфасован в стеклянные флаконы по 0,25 дм<sup>3</sup>, закрытые завинчивающимися крышками, с этикетками.

#### **ГСО 11185–2018 СО ДАВЛЕНИЯ НАСЫЩЕННЫХ ПАРОВ НЕФТЕПРОДУКТОВ (ДНП-М-4)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений давления насыщенных паров нефтепродуктов по ГОСТ 1756–2000, ГОСТ 31874–2012; аттестации испытательного оборудования – аппаратов для определения давления насыщенных паров нефтепродуктов.

**Область применения** – нефтяная и нефтеперерабатывающая отрасли промышленности.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО** – давление насыщенных паров при температуре 37,8 °С, кПа.

Материал СО представляет собой углеводород. Материал СО расфасован в стеклянные флаконы по 0,25 дм<sup>3</sup>, закрытые завинчивающимися крышками, с этикетками.

#### **ГСО 11186–2018 СО ДАВЛЕНИЯ НАСЫЩЕННЫХ ПАРОВ НЕФТЕПРОДУКТОВ (ДНП-М-5)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений давления насыщенных паров нефтепродуктов по ГОСТ 1756–2000, ГОСТ 31874–2012; аттестации испытательного оборудования – аппаратов для определения давления насыщенных паров нефтепродуктов.

**Область применения** – нефтяная и нефтеперерабатывающая отрасли промышленности.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО** – давление насыщенных паров при температуре 37,8 °С, кПа.

Материал СО представляет собой углеводород. Материал СО расфасован в стеклянные флаконы по 0,25 дм<sup>3</sup>, закрытые завинчивающимися крышками, с этикетками.

#### **ГСО 11187–2018 СО ДАВЛЕНИЯ НАСЫЩЕННЫХ ПАРОВ НЕФТЕПРОДУКТОВ (ДНП-М-6)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений давления насыщенных паров нефтепродуктов по ГОСТ 1756–2000, ГОСТ 31874–2012; аттестации испытательного оборудования – аппаратов для определения давления насыщенных паров нефтепродуктов.

**Область применения** – нефтяная и нефтеперерабатывающая отрасли промышленности.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО** – давление насыщенных паров при температуре 37,8 °С, кПа.

Материал СО представляет собой углеводород. Материал СО расфасован в стеклянные флаконы по 0,25 дм<sup>3</sup>, закрытые завинчивающимися крышками, с этикетками.

#### **ГСО 11188–2018 СО ПЛОТНОСТИ НЕФТЕПРОДУКТОВ (ПЛ-М-1)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений плотности нефтепродуктов по ГОСТ Р 51069–97, ГОСТ 3900–85; аттестации испытательного оборудования – аппаратов для определения плотности нефтепродуктов.

**Область применения** – нефтяная и нефтеперерабатывающая отрасли промышленности.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент.  
**Аттестованная характеристика СО** – плотность, кг/м<sup>3</sup>.  
 Материал СО представляет собой углеводород. Материал СО расфасован в стеклянные флаконы по 0,25 дм<sup>3</sup>, закрытые завинчивающимися крышками, с этикетками.

#### **ГСО 11189-2018 СО ПЛОТНОСТИ НЕФТЕПРОДУКТОВ (ПЛ-М-2)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений плотности нефтепродуктов по ГОСТ Р 51069–97, ГОСТ 3900–85; аттестации испытательного оборудования – аппаратов для определения плотности нефтепродуктов.  
**Область применения** – нефтяная и нефтеперерабатывающая отрасли промышленности.  
**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент.  
**Аттестованная характеристика СО** – плотность, кг/м<sup>3</sup>.  
 Материал СО представляет собой углеводородную фракцию. Материал СО расфасован в стеклянные флаконы по 0,25 дм<sup>3</sup>, закрытые завинчивающимися крышками, с этикетками.

#### **ГСО 11190-2018 СО ПЛОТНОСТИ НЕФТЕПРОДУКТОВ (ПЛ-М-3)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений плотности нефтепродуктов по ГОСТ Р 51069–97, ГОСТ 3900–85; аттестации испытательного оборудования – аппаратов для определения плотности нефтепродуктов.  
**Область применения** – нефтяная и нефтеперерабатывающая отрасли промышленности.  
**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент.  
**Аттестованная характеристика СО** – плотность, кг/м<sup>3</sup>.  
 Материал СО представляет собой углеводородную фракцию. Материал СО расфасован в стеклянные флаконы по 0,25 дм<sup>3</sup>, закрытые завинчивающимися крышками, с этикетками.

#### **ГСО 11191-2018 СО ПЛОТНОСТИ ЖИДКОСТИ (ПЛ-М-4)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений плотности жидкости; аттестации испытательного оборудования – аппаратов для определения плотности жидкости.  
**Область применения** – нефтяная и нефтеперерабатывающая отрасли промышленности.  
**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент.  
**Аттестованная характеристика СО** – плотность, кг/м<sup>3</sup>.  
 Материал СО представляет собой воду дистиллированную по ГОСТ 6709–72. Материал СО расфасован в стеклянные флаконы по 0,25 дм<sup>3</sup>, закрытые завинчивающимися крышками, с этикетками.

#### **ГСО 11192-2018 СО СОСТАВА НИЗКОМОЛЕКУЛЯРНЫХ АЗОТИСТЫХ ВЕЩЕСТВ В КРОВИ**

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

**Область применения** – медицинская промышленность, клинико-диагностические лаборатории лечебно-профилактических учреждений.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая концентрация креатинина и мочевины, мг/дм<sup>3</sup> (мг/л); молярная концентрация креатинина и мочевины, ммоль/дм<sup>3</sup> (ммоль/л).  
 СО представляет собой лиофильно высушенные препараты на основе сыворотки донорской крови по ТУ 9398-644-23548172-2016, расфасованные во флаконы из темного стекла вместимостью 10 см<sup>3</sup>. Флаконы укупоривают резиновыми пробками по ТУ 38.006108–90 и закрывают полипропиленовыми винтовыми крышками по ОСТ 64-2-82-85. Флаконы упакованы в коробку из картона для потребительской тары по ГОСТ 7933–89Е.

#### **ГСО 11193-2018/ГСО 11205-2018 СО АКТИВНОСТИ РАДИОНУКЛИДОВ В ИМИТАТОРАХ КОСТНОЙ БИОЛОГИЧЕСКОЙ ТКАНИ ФАНТОМА ТЕЛА И ОРГАНОВ ЧЕЛОВЕКА (набор РАДЭК АРДФ КБТ)**

СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений активности радионуклидов. СО может использоваться для поверки, калибровки и градуировки спектрометров излучения человека (СИЧ) при условии соответствия его характеристик критериям, установленным в соответствующих документах, для контроля метрологических характеристик СИ при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; других видов метрологического контроля, при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.  
**Область применения** – атомная промышленность, ядерная и радиационная безопасность, охрана окружающей среды, научные исследования.

**Способ аттестации** – расчетно-экспериментальный.

**Аттестованная характеристика СО** – активность радионуклида, Бк.

СО представляет собой композитный материал на основе пластических масс, отвечающий требованиям

ГОСТ 24888–81, активированный раствором радионуклида, упакованный в картонную, деревянную или металлическую коробку. Набор с индексом РАДЭК АРДФ КБТ (РАДЭК, антропоморфный радиодозиметрический фантом, костная биологическая ткань) включает тринадцать типов стандартных образцов.

**ГСО 11206–2018/ГСО 11218–2018 СО АКТИВНОСТИ РАДИОНУКЛИДОВ В ИМИТАТОРАХ МЯГКОЙ (МЫШЕЧНОЙ) БИОЛОГИЧЕСКОЙ ТКАНИ ФАНТОМА ТЕЛА И ОРГАНОВ ЧЕЛОВЕКА (набор РАДЭК АРДФ МБТ)**

СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений активности радионуклидов. СО может использоваться для поверки, калибровки и градуировки спектрометров излучения человека (СИЧ) при условии соответствия его характеристик критериям, установленным в соответствующих документах, для контроля метрологических характеристик СИ при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; других видов метрологического контроля, при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

**Область применения** – атомная промышленность, ядерная и радиационная безопасность, охрана окружающей среды, научные исследования.

**Способ аттестации** – расчетно-экспериментальный.

**Аттестованная характеристика СО** – активность радионуклида, Бк.

СО представляет собой композитный материал на основе пластических масс, отвечающий требованиям ГОСТ 24888–81, активированный раствором радионуклида, упакованный в картонную, деревянную или металлическую коробку. Набор с индексом РАДЭК АРДФ МБТ (РАДЭК, антропоморфный радиодозиметрический фантом, мягкая (мышечная) биологическая ткань) включает тринадцать типов стандартных образцов.

**ГСО 11219–2018/ГСО 11231–2018 СО АКТИВНОСТИ РАДИОНУКЛИДОВ В ИМИТАТОРАХ ЛЕГочНОЙ БИОЛОГИЧЕСКОЙ ТКАНИ ФАНТОМА ТЕЛА И ОРГАНОВ ЧЕЛОВЕКА (набор РАДЭК АРДФ ЛБТ)**

СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений активности радионуклидов. СО может использоваться для поверки, калибровки и градуировки спектрометров излучения человека (СИЧ) при условии соответствия его характеристик критериям, установленным в соответствующих документах, для контроля метрологических характеристик СИ при проведении их испытаний,

в том числе в целях утверждения типа; других видов метрологического контроля, при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

**Область применения** – атомная промышленность, ядерная и радиационная безопасность, охрана окружающей среды, научные исследования.

**Способ аттестации** – расчетно-экспериментальный.

**Аттестованная характеристика СО** – активность радионуклида, Бк.

СО представляет собой композитный материал на основе пластических масс, отвечающий требованиям ГОСТ 24888–81, активированный раствором радионуклида, упакованный в картонную, деревянную или металлическую коробку. Набор с индексом РАДЭК АРДФ ЛБТ (РАДЭК, антропоморфный радиодозиметрический фантом, легочная биологическая ткань) включает тринадцать типов стандартных образцов.

**ГСО 11232–2018 СО МАССОВОЙ ДОЛИ ХЛОРООРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В НАФТЕ (ХОН-ТЦСМ)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений массовой доли хлорорганических соединений во фракции нефти, выкипающей до температуры 204 °С (фракция нафты), по ГОСТ Р 52247–2004. СО может применяться для аттестации методик измерений. Области применения: нефтехимическая, нефтеперерабатывающая, химическая промышленности.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля хлорорганических соединений в нафте, млн<sup>-1</sup> (мкг/г).

Материалом СО является смесь нефти различных месторождений России с добавкой раствора хлорбензола в изоктане. СО расфасован не менее чем по 1,05 дм<sup>3</sup> в стеклянные бутылки, плотно закрытые полиэтиленовыми пробками и закручивающимися пластмассовыми крышками. Крышки бутылок покрыты слоем парафина. Каждый экземпляр СО имеет этикетку.

**ГСО 11233–2018/ГСО 11236–2018 СО СОСТАВА РАСТВОРА ВАНАДИЯ (набор V)**

СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли и (или) массовой концентрации ванадия; калибровки и поверки СИ при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в соответствующих документах; аттестации эталонов единиц величин; контроля метрологических характеристик СИ при проведении их испытаний,

в том числе в целях утверждения типа; другие виды метрологического контроля, при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

**Область применения** – научные исследования, добывающая, перерабатывающая, химическая, пищевая промышленность, черная и цветная металлургия, охрана окружающей среды.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля ванадия,  $\text{млн}^{-1}(\text{мг/кг})$ ; массовая концентрация ванадия,  $\text{мг/дм}^3$ . СО представляют собой раствор металлического ванадия или его соединений (с массовой долей основного компонента не менее 99,9 %) в смеси кислот ( $\text{HNO}_3$ ;  $\text{HF}$ ;  $\text{HCl}$ ). СО расфасованы в полимерные бутылки номинальной вместимостью из ряда (8; 10; 15; 30; 50; 60; 100; 125; 175; 200; 250; 500)  $\text{см}^3$  с этикеткой. Количество типов СО в наборе – 4.

#### **ГСО 11237-2018/ГСО 11240-2018 СО СОСТАВА РАСТВОРА МОЛИБДЕНА (набор Мо)**

СО предназначены аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли и (или) массовой концентрации молибдена; калибровки и поверки СИ при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в соответствующих документах; аттестации эталонов единиц величин; контроля метрологических характеристик СИ при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; другие виды метрологического контроля, при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

**Область применения** – научные исследования, добывающая, перерабатывающая, химическая, пищевая промышленность, черная и цветная металлургия, охрана окружающей среды.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля молибдена,  $\text{млн}^{-1}(\text{мг/кг})$ ; массовая концентрация молибдена,  $\text{мг/дм}^3$ .

СО представляют собой раствор металлического молибдена или его соединений (с массовой долей основного компонента не менее 99,9 %) в смеси кислот ( $\text{HNO}_3$ ;  $\text{HF}$ ;  $\text{HCl}$ ). СО расфасованы в полимерные бутылки номинальной вместимостью из ряда (8; 10; 15; 30; 50; 60; 100; 125; 175; 200; 250; 500)  $\text{см}^3$  с этикеткой. Количество типов СО в наборе – 4.

#### **ГСО 11241-2018/ГСО 11244-2018 СО СОСТАВА РАСТВОРА ЦИНКА (набор Zn)**

СО предназначены аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли и (или) массовой концентрации цинка; калибровки и поверки СИ при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в соответствующих документах; аттестации эталонов единиц величин; контроля метрологических характеристик СИ при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; другие виды метрологического контроля, при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

**Область применения** – научные исследования, добывающая, перерабатывающая, химическая, пищевая промышленность, черная и цветная металлургия, охрана окружающей среды.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля цинка,  $\text{млн}^{-1}(\text{мг/кг})$ ; массовая концентрация цинка,  $\text{мг/дм}^3$ .

СО представляют собой раствор металлического цинка или его соединений (с массовой долей основного компонента не менее 99,9 %) в азотной кислоте. СО расфасованы в полимерные бутылки номинальной вместимостью из ряда (8; 10; 15; 30; 50; 60; 100; 125; 175; 200; 250; 500)  $\text{см}^3$  с этикеткой. Количество типов СО в наборе – 4.

#### **ГСО 11245-2018/ГСО 11248-2018 СО СОСТАВА РАСТВОРА НИКЕЛЯ (набор Ni)**

СО предназначены аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли и (или) массовой концентрации никеля; калибровки и поверки СИ при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в соответствующих документах; аттестации эталонов единиц величин; контроля метрологических характеристик СИ при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; другие виды метрологического контроля, при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

**Область применения** – научные исследования, добывающая, перерабатывающая, химическая, пищевая промышленность, черная и цветная металлургия, охрана окружающей среды.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля никеля,  $\text{млн}^{-1}(\text{мг/кг})$ ; массовая концентрация никеля,  $\text{мг/дм}^3$ .



СО представляют собой раствор металлического никеля или его соединений (с массовой долей основного компонента не менее 99,9%) в азотной кислоте. СО расфасованы в полимерные бутылки номинальной вместимостью из ряда (8; 10; 15; 30; 50; 60; 100; 125; 175; 200; 250; 500) см<sup>3</sup> с этикеткой. Количество типов СО в наборе – 4.

#### **ГСО 11249-2018/ГСО 11252-2018 СО СОСТАВА РАСТВОРА СВИНЦА (набор Pb)**

СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли и (или) массовой концентрации свинца; калибровки и поверки СИ при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в соответствующих документах; аттестации эталонов единиц величин; контроля метрологических характеристик СИ при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; другие виды метрологического контроля, при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

**Область применения** – научные исследования, добывающая, перерабатывающая, химическая, пищевая промышленность, черная и цветная металлургия, охрана окружающей среды.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля свинца, млн<sup>-1</sup>(мг/кг); массовая концентрация свинца, мг/дм<sup>3</sup>. СО представляют собой раствор металлического свинца или его соединений (с массовой долей основного компонента не менее 99,9%) в азотной кислоте. СО расфасованы в полимерные бутылки номинальной вместимостью из ряда (8; 10; 15; 30; 50; 60; 100; 125; 175; 200; 250; 500) см<sup>3</sup> с этикеткой. Количество типов СО в наборе – 4.

#### **ГСО 11253-2018/ГСО 11256-2018 СО СОСТАВА РАСТВОРА КАДМИЯ (набор Cd)**

СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли и (или) массовой концентрации кадмия; калибровки и поверки СИ при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в соответствующих документах; аттестации эталонов единиц величин; контроля метрологических характеристик СИ при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; другие виды метрологического контроля, при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

**Область применения** – научные исследования, добывающая, перерабатывающая, химическая, пищевая промышленность, черная и цветная металлургия, охрана окружающей среды.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля кадмия, млн<sup>-1</sup>(мг/кг); массовая концентрация кадмия, мг/дм<sup>3</sup>. СО представляют собой раствор металлического кадмия или его соединений (с массовой долей основного компонента не менее 99,9%) в азотной кислоте. СО расфасованы в полимерные бутылки номинальной вместимостью из ряда (8; 10; 15; 30; 50; 60; 100; 125; 175; 200; 250; 500) см<sup>3</sup> с этикеткой. Количество типов СО в наборе – 4.

#### **ГСО 11257-2018 СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ ТРИФТОРХЛОРЭТИЛЕНА В АЗОТЕ**

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

**Область применения** – контроль технологических процессов, промышленных выбросов.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – молярная доля трифторхлорэтилена, %.

СО представляет собой искусственную газовую смесь исходных веществ. Смесь находится под давлением (0,1–10) МПа, в баллонах с вентилями, в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования».

#### **ГСО 11258-2018 СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ 1,4-ДИХЛОРГЕКСАФТОРБУТЕНА-2 В АЗОТЕ**

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

**Область применения** – контроль технологических процессов, промышленных выбросов.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – молярная доля 1,4-дихлоргексафторбутена-2, %.

СО представляет собой искусственную газовую смесь исходных веществ. Смесь находится под давлением (0,1–10) МПа, в баллонах с вентилями, в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования».

#### **ГСО 11259-2018 СО ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА НЕФТЕПРОДУКТОВ (ФС-М-1)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений фракционного состава нефтепродуктов по ГОСТ 2177-99 (метод А), ГОСТ Р ЕН ИСО 3405-2007; аттестации испытательного оборудования – аппаратов для определения фракционного состава нефтепродуктов.

**Область применения** – нефтяная и нефтеперерабатывающая отрасли промышленности.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО** – температура начала кипения, °С; температура 50 % отгона, °С; температура 90 % отгона, °С; температура конца кипения, °С.

Материал СО представляет собой углеводородную фракцию. Материал СО расфасован в стеклянные флаконы объемом не менее 105 см<sup>3</sup>, закрытые завинчивающимися крышками, с этикетками.

#### **ГСО 11260-2018 СО ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА НЕФТЕПРОДУКТОВ (ФС-М-2)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений фракционного состава нефтепродуктов по ГОСТ 2177-99 (метод А), ГОСТ Р ЕН ИСО 3405-2007; аттестации испытательного оборудования – аппаратов для определения фракционного состава нефтепродуктов.

**Область применения** – нефтяная и нефтеперерабатывающая отрасли промышленности.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО** – температура начала кипения, °С; температура 50 % отгона, °С; температура 90 % отгона, °С; температура 98 % отгона, °С.

Материал СО представляет собой углеводородную фракцию. Материал СО расфасован в стеклянные флаконы объемом не менее 105 см<sup>3</sup>, закрытые завинчивающимися крышками, с этикетками.

#### **ГСО 11261-2018 СО ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА НЕФТЕПРОДУКТОВ (ФС-М-3)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений фракционного состава нефтепродуктов по ГОСТ 2177-99 (метод А), ГОСТ Р ЕН ИСО 3405-2007; аттестации испытательного оборудования – аппаратов для определения фракционного состава нефтепродуктов.

**Область применения** – нефтяная и нефтеперерабатывающая отрасли промышленности.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО** – температура начала кипения, °С; температура 50 % отгона, °С; температура 96 % отгона, °С.

Материал СО представляет собой углеводородную фракцию. Материал СО расфасован в стеклянные флаконы объемом не менее 105 см<sup>3</sup>, закрытые завинчивающимися крышками, с этикетками.

#### **ГСО 11262-2018 СО ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА НЕФТИ (ФС-М-Н)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений фракционного состава нефти по ГОСТ 2177-99 (метод Б); аттестации аппаратов для определения фракционного состава нефти.

**Область применения** – нефтяная и нефтеперерабатывающая отрасли промышленности.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО** – объемная доля отгона до температуры 100 °С,%; объемная доля отгона до температуры 200 °С,%; объемная доля отгона до температуры 300 °С,%.

Материал СО представляет собой нефть. Материал СО расфасован в стеклянные флаконы объемом не менее 105 см<sup>3</sup>, закрытые завинчивающимися крышками, с этикетками.

#### **ГСО 11263-2018 СО КАТАЛИТИЧЕСКОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ $\alpha$ -АМИЛАЗЫ ЧЕЛОВЕКА (CRM IRMM-IFCC-456)**

СО предназначен для обеспечения метрологической прослеживаемости результатов измерений каталитической концентрации  $\alpha$ -амилазы, контроля точности и аттестации методик измерений, основанных на методе иммуноферментного количественного определения каталитической концентрации. СО может применяться для поверки и калибровки СИ, предназначенных для определения каталитической концентрации, анализаторов биохимических при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям методик поверки и калибровки СИ.



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

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** – каталитическая концентрация  $\alpha$ -амилазы, мккатал/дм<sup>3</sup>.

СО представляет собой лиофилизированный раствор, содержащий  $\alpha$ -амилазу человека, человеческий сывороточный альбумин (30 г/дм<sup>3</sup>), буфер PIPES (25 ммоль/дм<sup>3</sup>, pH 7), хлорид натрия (50 ммоль/дм<sup>3</sup>) ЭДТА (0,5 ммоль/дм<sup>3</sup>) и хлорид кальция (1,5 ммоль/дм<sup>3</sup>). СО расфасованы в запаянные стеклянные колбы с этикетками. Наименьшая представительная проба: 50 мм<sup>3</sup>.

#### **ГСО 11264–2019/ГСО 11266–2019 СО СТАЛЕЙ ТИПОВ У8А, 40Х, 20 (набор ИСО УГ130 – ИСО УГ132)**

СО предназначены для градуировки СИ при определении состава сталей (ГОСТ 1435–99, ГОСТ 4543–2016, ГОСТ 1050–2013) спектральными методами, аттестации методик измерений. СО могут применяться для контроля точности результатов измерений при определении состава сталей (ГОСТ 1435–99, ГОСТ 4543–2016, ГОСТ 1050–2013), для поверки (калибровки) СИ при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки (калибровки) соответствующих средств измерений.

**Область применения** – металлургия, машиностроение.

**Способ аттестации** – сравнение со стандартным образцом.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля элементов, %.

Набор ИСО УГ130 – ИСО УГ132 состоит из трех типов СО; материал СО приготовлен из сталей типов У8А, 40Х, 20 в виде монолитных экземпляров цилиндрической формы диаметром (38–42) мм, высотой (25–32) мм (ГОСТ 7565–81, ГОСТ Р ИСО 14284–2009).

#### **ГСО 11267–2019 СО МАССОВОЙ ДОЛИ И ИЗОТОПНОГО СОСТАВА ПЛУТОНИЯ В ДИОКСИДЕ ПЛУТОНИЯ**

СО предназначен для контроля точности измерений: массовой доли плутония в плутониевой продукции кулонометрическим, масс-спектрометрическим с изотопным разбавлением, спектрофотометрическим, гамма-спектрометрическим и альфа-спектрометрическим методами; изотопного состава плутония в плутониевой продукции масс-спектрометрическим, альфа-спектрофотометрическим и гамма-спектрометрическим методами. СО может применяться для калибровки, градуировки, поверки СИ, при условии его соответствия требованиям методик калибровки, градуировки, поверки СИ.

**Область применения** – область использования атомной энергии, учет и контроль ядерных материалов.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля плутония, %; атомная доля изотопов плутония, %.

СО представляет собой порошок диоксида плутония (размер фракции от 1 мкм до 50 мкм), изготовленный в ФГУП «ПО «Маяк».

#### **ГСО 11268–2019/ГСО 11270–2019 СО СОСТАВА КОМБИКОРМОВ (набор КК-1 СО УНИИМ)**

СО предназначены для калибровки, градуировки СИ массовых долей азота (сырого протеина), влаги, сырого жира и сырой золы в комбикормах, аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовых долей азота (сырого протеина), влаги, сырого жира и сырой золы в комбикормах. СО может применяться для поверки СИ состава комбикормов, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

**Область применения** – сельскохозяйственная промышленность, научные исследования.

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

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля влаги, азота, сырого протеина, сырого жира и сырой золы, %. Материал СО представляет собой комбикорм в рассыпной, гранулированной форме или в виде крупки, расфасованный в двойные герметичные полиэтиленовые или металлизированные пакеты; масса СО составляет от 30 г до 100 г в зависимости от требований заказчика; количество типов в наборе – 3.

#### **ГСО 11271–2019 СО СОСТАВА ЯИЧНОГО ПОРОШКА (ЯП-1 СО УНИИМ)**

СО предназначен для калибровки, градуировки СИ массовых долей азота (белка), влаги, жира в сухих яичных продуктах, аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовых долей азота (белка), влаги, жира в сухих яичных продуктах; СО может применяться для поверки СИ состава сухих яичных продуктов, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

**Область применения** – пищевая промышленность, научные исследования.

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

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля влаги, жира, азота и белка, %.

Материал СО представляет собой яичный порошок (меланж сухой) по ГОСТ 30363–2013, расфасованный в двойные герметичные полиэтиленовые или металлизированные пакеты; масса СО составляет от 20 г до 100 г в зависимости от требований заказчика.

#### **ГСО 11272–2019 СО МАССОВОЙ ДОЛИ СУЛЬФАТНОЙ ЗОЛЫ НЕФТЕПРОДУКТОВ (СО СЗН-ПА)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли сульфатной золы в нефтепродуктах по ГОСТ 12417–94, ГОСТ ISO 3987–2013.

**Область применения** – нефтехимическая, нефтеперерабатывающая промышленности.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля сульфатной золы, %.

СО представляет собой базовое моторное масло SN 150 с присадкой 2-этилгексаноата кальция (ABCR, Германия), расфасованное в полимерные флаконы с этикетками, закрытые полиэтиленовыми пробками с плотно завинчивающимися крышками, объем материала во флаконах (30, 50, 100, 250, 500) см<sup>3</sup>.

#### **ГСО 11273–2019 СО МИНЕРАЛЬНОГО СОСТАВА ВОДЫ ПРИРОДНОЙ (МСВ БТ)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой концентрации хрома общего в питьевых, природных поверхностных и очищенных сточных водах. Стандартный образец может быть использован для контроля правильности результатов определений острой и хронической токсичности питьевых, природных и очищенных сточных вод методами биотестирования.

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

**Способ аттестации** – расчетно-экспериментальный.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая концентрация хрома общего, мг/дм<sup>3</sup>.

Материалом СО является смесь неорганических веществ в виде мелкодисперсного порошка. При растворении материала, содержащегося в одном экземпляре СО,

в 1 дм<sup>3</sup> дистиллированной воды получают раствор с массовой концентрацией хрома общего, соответствующей аттестованному значению СО. Материал СО высушен при 105 °С до постоянной массы, расфасован в пакеты из кальки, запаянные в полиэтилен. Масса сухого материала СО в одном экземпляре составляет (250±3) мг. Каждый экземпляр СО имеет этикетку. СО разработан взамен ГСО 9895–2011.

#### **ГСО 11274–2019/ ГСО 11276–2019 СО СОСТАВА МЯСНЫХ ПРОДУКТОВ СУБЛИМАЦИОННОЙ СУШКИ (набор МП-1 СО УНИИМ)**

СО предназначены для калибровки, градуировки СИ массовых долей азота (белка), влаги, жира в мясных продуктах, аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовых долей азота (белка), влаги, жира в мясных продуктах; СО может применяться для поверки СИ, применяемых при определении состава мясных продуктов, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

**Область применения** – пищевая промышленность, научные исследования.

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

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля влаги, жира, азота и белка, %.

Материал СО представляет собой мясо вареное измельченное сублимационной сушки: МП-1–1 – мясо свинины вареное сублимационной сушки; МП-1–2 – мясо говядины вареное сублимационной сушки; МП-1–3 – мясо птицы (куриное белое) вареное сублимационной сушки, расфасованное в двойные герметичные полиэтиленовые или металлизированные пакеты; масса СО составляет от 20 г до 100 г в зависимости от требований заказчика; количество типов в наборе – 3.

#### **ГСО 11277–2019 СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ЖЕЛЕЗА, ОСАЖЕННОГО НА ФИЛЬТРАФА-ХА ИЗ ВОЗДУШНОЙ СРЕДЫ (В-Fe-02 СО УНИИМ)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой концентрации железа, применяемых при определении состава воздушных сред (атмосферный воздух, воздух рабочей зоны, промышленные выбросы в атмосферу) методами спектрофотометрии, атомно-абсорбционной

спектрометрии, атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой. СО может применяться для градуировки СИ при условии соответствия метрологических характеристик СО требованиям соответствующей процедуры.

**Область применения** – научные исследования, анализ воздушных сред.

**Способ аттестации** – расчетно-экспериментальный.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая концентрация железа, мг/м<sup>3</sup>.

Экземпляр СО состоит из двух фильтров АФА-ХА (с маркировками): фильтра АФА-ХА с осажденным железом и фильтра АФА-ХА без осажденного железа, помещенных в один полиэтиленовый пакет с этикеткой и запаянных герметизирующими водо- и воздухонепроницаемыми швами.

#### **ГСО 11278-2019 СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ МАРГАНЦА, ОСАЖЕННОГО НА ФИЛЬТР АФА-ХА ИЗ ВОЗДУШНОЙ СРЕДЫ (В-Мп-ОЗ СО УНИИМ)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой концентрации марганца, применяемых при определении состава воздушных сред (атмосферный воздух, воздух рабочей зоны, промышленные выбросы в атмосферу) методами спектрофотометрии, атомно-абсорбционной спектрометрии, атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой. СО может применяться для градуировки СИ при условии соответствия метрологических характеристик СО требованиям соответствующей процедуры.

**Область применения** – научные исследования, анализ воздушных сред.

**Способ аттестации** – расчетно-экспериментальный.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая концентрация марганца, мг/м<sup>3</sup>.

Экземпляр СО состоит из двух фильтров АФА-ХА (с маркировками): фильтра АФА-ХА с осажденным марганцем и фильтра АФА-ХА без осажденного марганца, помещенных в один полиэтиленовый пакет с этикеткой и запаянных герметизирующими водо- и воздухонепроницаемыми швами.

#### **ГСО 11279-2019/ГСО 11283-2019 СО МАССОВОЙ ДОЛИ ЖИРА, БЕЛКА, ВЛАГИ В ПРОДУКТАХ ПЕРЕРАБОТКИ МАСЛИЧНЫХ КУЛЬТУР (набор ППМК СО УНИИМ)**

СО предназначены для испытаний СИ в целях утверждения типа, аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений массовой доли жира (масличности), белка, влаги в продуктах переработки масличных культур, а также поверки, калибровки СИ

состава продуктов переработки масличных культур при условии соответствия метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики поверки или калибровки.

**Область применения** – пищевая и сельскохозяйственная промышленность, научные исследования, приборостроение.

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

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля жира (масличность), %; массовая доля белка, %; массовая доля влаги, % (значения массовой доли белка, жира даны в пересчете на сухое вещество).

Материал СО представляет собой продукты переработки семян масличных культур, расфасованные массой от 30 г до 600 г (в зависимости от требований заказчика) в герметичные полиэтиленовые пакеты с этикеткой. Количество типов СО в наборе – 5.

#### **ГСО 11284-2019/ГСО 11289-2019 СО МАССОВОЙ ДОЛИ ЖИРА, БЕЛКА, ВЛАГИ В СЕМЕНАХ МАСЛИЧНЫХ КУЛЬТУР (набор СМК СО УНИИМ)**

СО предназначены для испытаний СИ в целях утверждения типа, аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений массовой доли жира (масличности), белка, влаги в семенах масличных культур, а также поверки, калибровки СИ состава семян масличных культур при условии соответствия метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики поверки или калибровки.

**Область применения** – пищевая и сельскохозяйственная промышленность, научные исследования, приборостроение.

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

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля жира (масличность), %; массовая доля белка, %; массовая доля влаги, % (значения массовой доли белка, жира даны в пересчете на сухое вещество).

Материал СО представляет собой семена масличных культур, расфасованные массой от 30 г до 600 г (в зависимости от требований заказчика) в герметичные полиэтиленовые пакеты с этикеткой. Количество типов СО в наборе – 6.

#### **ГСО 11290-2019 СО МАССОВОЙ ДОЛИ МЕХАНИЧЕСКИХ ПРИМЕСЕЙ В НЕФТЕПРОДУКТАХ (СО МПН-ПА-О)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массо-

вой доли механических примесей в нефтепродуктах по ГОСТ 10577–78, ГОСТ 6370–83.

**Область применения** – нефтехимическая, нефтеперерабатывающая, химическая, пищевая промышленности.

**Способ аттестации** – расчетно-экспериментальный.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая доля механических примесей, %.

СО представляет собой смесь кварцевого песка (по ТУ 82–56–83) с топливом для реактивных двигателей ТС-1 (ГОСТ 10227–86) и изоктаном (по ГОСТ 12433–83), разлитую в стеклянный флакон с этикеткой, объем материала во флаконе 1000 см<sup>3</sup> (для интервала аттестованных значений от 0,0002 до 0,0009 вкл., %) и 500 см<sup>3</sup> (для интервала аттестованных значений свыше 0,0009 до 0,010 вкл., %).

#### **ГСО 11291–2019 СО МОЛЯРНОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ В КРОВИ**

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

**Область применения** – медицинская промышленность, клинико-диагностические лаборатории лечебно-профилактических учреждений.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – молярная концентрация ионов кальция, магния и фосфора, ммоль/дм<sup>3</sup> (ммоль/л).

СО представляет собой лиофильновысушенные препараты на основе сыворотки донорской крови по ТУ 9398–644–23548172–2016, расфасованные во флаконы из темного стекла вместимостью 10 см<sup>3</sup>, закупоренные резиновыми пробками по ТУ 38.006108–90, закрытые полипропиленовыми винтовыми крышками по ОСТ 64–2–82–85 и упакованные в коробку из картона для потребительской тары по ГОСТ 7933–89Е.

#### **ГСО 11292–2019 СО СОДЕРЖАНИЯ КАЛИЯ, КАЛЬЦИЯ, НАТРИЯ В СЫВОРОТКЕ КРОВИ (комплект)**

СО предназначены для аттестации методик (методов) измерений содержания калия, кальция, магния в сыворотке крови, контроля точности измерений содержания калия, кальция, магния в сыворотке крови, проведения испытаний в целях утверждения типа СИ, калибровки

и поверки СИ и для других видов метрологического контроля.

**Область применения** – здравоохранение.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая концентрация элементов, г/дм<sup>3</sup>; молярная концентрация элементов, ммоль/дм<sup>3</sup>.

Комплект состоит из двух СО. Материал СО представляет собой лиофилизированную инактивированную сыворотку крови человека с нормальным и патологическим уровнем содержания кальция, калия и магния. СО изготовлены в виде порошка, помещенного в стеклянные флаконы с этикетками вместимостью 10 см<sup>3</sup>. Масса порошка во флаконе 0,9 г. СО помещают в коробку с этикеткой.

#### **ГСО 11293–2019 СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ХЛОРИСТЫХ СОЛЕЙ В НЕФТИ (имитатор) (ХС-1)**

СО предназначен для контроля точности (прецизионности) результатов измерений массовой концентрации хлористых солей в нефти.

**Область применения** – предприятия нефтяной, нефтеперерабатывающей, нефтехимической и других отраслей, связанных с производством, транспортированием, хранением, применением и контролем качества нефти.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая концентрация хлористых солей, мг/дм<sup>3</sup>.

Материал СО представляет собой водно-спиртовый раствор хлоридов натрия, кальция, магния, дистиллятного масла и н-октанола, расфасованный во флакон с этикеткой, изготовленный из темного стекла с уплотнительной пробкой и навинчивающейся крышкой. Объем материала СО во флаконе – 110 см<sup>3</sup>. СО (ХС-1) является аналогом стандартного образца массовой концентрации хлористых солей в нефти ГСО 8183–2002.

#### **ГСО 11294–2019 СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ХЛОРИСТЫХ СОЛЕЙ В НЕФТИ (имитатор) (ХС-2)**

СО предназначен для контроля точности (прецизионности) результатов измерений массовой концентрации хлористых солей в нефти.

**Область применения** – предприятия нефтяной, нефтеперерабатывающей, нефтехимической и других отраслей, связанных с производством, транспортированием, хранением, применением и контролем качества нефти.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая концентрация хлористых солей, мг/дм<sup>3</sup>.

Материал СО представляет собой водно-спиртовый рас-



твор хлоридов натрия, кальция, магния, дистиллятного масла и н-октанола, расфасованный во флакон с этикеткой, изготовленный из темного стекла с уплотнительной пробкой и навинчивающейся крышкой. Объем материала СО во флаконе – 110 см<sup>3</sup>. СО (ХС-2) является аналогом стандартных образцов массовой концентрации хлористых солей в нефти ГСО 8184–2002 и ГСО 8185–2002.

### **ГСО 11295–2019 СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ХЛОРИСТЫХ СОЛЕЙ В НЕФТИ (имитатор) (ХС-3)**

СО предназначен для контроля точности (прецизионности) результатов измерений массовой концентрации хлористых солей в нефти.

**Область применения** – предприятия нефтяной, нефтеперерабатывающей, нефтехимической и других отраслей, связанных с производством, транспортированием, хранением, применением и контролем качества нефти.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая концентрация хлористых солей, мг/дм<sup>3</sup>.

Материал СО представляет собой водно-спиртовой раствор хлоридов натрия, кальция, магния, дистиллятного масла и н-октанола, расфасованный во флакон с этикеткой, изготовленный из темного стекла с уплотнительной пробкой и навинчивающейся крышкой.

Объем материала СО во флаконе – 110 см<sup>3</sup>. СО (ХС-3) является аналогом стандартного образца массовой концентрации хлористых солей в нефти ГСО 8186–2002.

### **ГСО 11296–2019 СО ВЯЗКОСТИ ЖИДКОСТИ (СО ВЖ-1-ПА)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений вязкости жидкости по ГОСТ 33–2016, ГОСТ Р 53708–2009, ГОСТ 33768–2015. СО может применяться для проверки, калибровки СИ вязкости жидкости при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках проверки, калибровки соответствующих СИ, а также градуировки вискозиметров при условии применения в сочетании с другими СО вязкости жидкости.

**Область применения** – нефтехимическая, нефтеперерабатывающая, химическая промышленности.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** – кинематическая вязкость, мм<sup>2</sup>/с.

СО представляет собой раствор октола (по ТУ 38.001179–74) в керосине техническом (марка КТ-1), разлитый в стеклянный или полимерный флакон с этикеткой, закрытый

плотно завинчивающейся крышкой, объем материала во флаконе (30, 50, 100, 250, 500, 1000) см<sup>3</sup>.

### **ГСО 11297–2019 СО ВЯЗКОСТИ ЖИДКОСТИ (СО ВЖ-2-ПА)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений вязкости жидкости по ГОСТ 33–2016, ГОСТ Р 53708–2009, ГОСТ 33768–2015. СО может применяться для проверки, калибровки СИ вязкости жидкости при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках проверки, калибровки соответствующих СИ, а также градуировки вискозиметров при условии применения в сочетании с другими СО вязкости жидкости.

**Область применения** – нефтехимическая, нефтеперерабатывающая, химическая промышленности.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** – кинематическая вязкость, мм<sup>2</sup>/с; динамическая вязкость, мПа·с.

СО представляет собой раствор октола (по ТУ 38.001179–74) в керосине техническом (марка КТ-1), разлитый в стеклянный или полимерный флакон с этикеткой, закрытый плотно завинчивающейся крышкой, объем материала во флаконе (30, 50, 100, 250, 500, 1000) см<sup>3</sup>.

### **ГСО 11298–2019 СО ВЯЗКОСТИ ЖИДКОСТИ (СО ВЖ-3-ПА)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений вязкости жидкости по ГОСТ 33–2016, ГОСТ Р 53708–2009, ГОСТ 33768–2015. СО может применяться для проверки, калибровки СИ вязкости жидкости при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках проверки, калибровки соответствующих СИ, а также градуировки вискозиметров при условии применения в сочетании с другими СО вязкости жидкости.

**Область применения** – нефтехимическая, нефтеперерабатывающая, химическая промышленности.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** – кинематическая вязкость, мм<sup>2</sup>/с.

СО представляет собой раствор октола (по ТУ 38.001179–74) в керосине техническом (марка КТ-1), разлитый в стеклянный или полимерный флакон с этикеткой, закрытый плотно завинчивающейся крышкой, объем материала во флаконе (30, 50, 100, 250, 500, 1000) см<sup>3</sup>.

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

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

С. Т. Агишева

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

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

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

*Стандартные образцы, срок действия свидетельств которых продлен во второй половине 2018 г. и первой половине 2019 г., представлены в табл. 1.*

Таблица 1. Стандартные образцы, срок действия свидетельств которых продлен

| Номер ГСО<br>в Госреестре СО                            | Наименование стандартного образца утвержденного типа                                           | Производство<br>СО |
|---------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------|
| <i>Приказ Росстандарта от 13 июля 2018 г. № 1471</i>    |                                                                                                |                    |
| ГСО 10309–2013                                          | СО состава стрептомицина сульфата                                                              | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 13 июля 2018 г. № 1472</i>    |                                                                                                |                    |
| ГСО 10308–2013                                          | СО состава бензилпенициллина натриевой соли                                                    | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 13 июля 2018 г. № 1473</i>    |                                                                                                |                    |
| ГСО 10269–2013                                          | СО предельной температуры фильтруемости дизельного топлива на холодном фильтре (СО ПТФ-ПА)     | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 21 августа 2018 г. № 1720</i> |                                                                                                |                    |
| ГСО 8404–2003                                           | СО состава растворов токсичных микропримесей в этиловом спирте (комплект РС)                   | серийное           |
| ГСО 8405–2003                                           | СО состава растворов токсичных микропримесей в водно-спиртовой смеси (комплект РВ)             | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 21 августа 2018 г. № 1721</i> |                                                                                                |                    |
| ГСО 10271–2013                                          | СО динамических магнитных свойств стали электротехнической холоднокатаной анизотропной (СОТЭС) | серийное           |



| Номер ГСО<br>в Госреестре СО                            | Наименование стандартного образца утвержденного типа                                                                          | Производство<br>СО |
|---------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------|
| <i>Приказ Росстандарта от 21 августа 2018 г. № 1722</i> |                                                                                                                               |                    |
| ГСО 7345–96                                             | СО состава раствора ионов бора                                                                                                | серийное           |
| ГСО 8460–2003                                           | СО состава раствора ацетона                                                                                                   | серийное           |
| ГСО 8461–2003                                           | СО состава раствора метанола                                                                                                  | серийное           |
| ГСО 8462–2003                                           | СО состава раствора уксусной кислоты                                                                                          | серийное           |
| ГСО 8463–2003                                           | СО состава раствора ионов висмута                                                                                             | серийное           |
| ГСО 8464–2003                                           | СО состава раствора ионов титана (IV)                                                                                         | серийное           |
| ГСО 9117–2008                                           | СО массовой концентрации вольфрама в растворе                                                                                 | серийное           |
| ГСО 9118–2008                                           | СО общей жесткости воды                                                                                                       | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 21 августа 2018 г. № 1723</i> |                                                                                                                               |                    |
| ГСО 8522–2004                                           | СО поверхностной плотности цинкового покрытия на стали (комплект ПП-2-Ц/Ст)                                                   | серийное           |
| ГСО 9274–2008                                           | СО поверхностной плотности цинковой пленки на стали (комплект Zn/Fe)                                                          | серийное           |
| ГСО 10270–2013                                          | СО динамических магнитных свойств стали электротехнической холоднокатаной анизотропной                                        | серийное           |
| ГСО 10273–2013                                          | СО изотопного состава никеля, обогащенного изотопом $^{60}\text{Ni}$ , в азотнокислом растворе ( $^{60}\text{Ni}$ СО УНИИМ)   | серийное           |
| ГСО 10274–2013                                          | СО изотопного состава свинца, обогащенного изотопом $^{206}\text{Pb}$ , в азотнокислом растворе ( $^{206}\text{Pb}$ СО УНИИМ) | серийное           |
| ГСО 10275–2013                                          | СО состава свинца азотнокислого                                                                                               | серийное           |
| ГСО 10276–2013                                          | СО массовой доли металлов в шлаке медеплавильного производства (ШМ СО УНИИМ)                                                  | серийное           |
| ГСО 10277–2013                                          | СО массовой доли никеля (II) в растворе (Ni СО УНИИМ)                                                                         | серийное           |
| ГСО 10278–2013                                          | СО массовой доли свинца (II) в растворе (Pb СО УНИИМ)                                                                         | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 6 сентября 2018 г. № 1851</i> |                                                                                                                               |                    |
| ГСО 10352–2013                                          | СО состава никеля (НСУ-1)                                                                                                     | единичное          |
| ГСО 10397–2014                                          | СО состава никеля (ГНМ-1)                                                                                                     | единичное          |
| <i>Приказ Росстандарта от 6 сентября 2018 г. № 1852</i> |                                                                                                                               |                    |
| ГСО 10302–2013                                          | СО кислотности нефтепродуктов (имитатор) (СО КН-ПА)                                                                           | серийное           |
| ГСО 10303–2013                                          | СО массовой доли коксового остатка нефтепродуктов (СО КК-ПА)                                                                  | серийное           |
| ГСО 10317–2013                                          | СО массовой концентрации нефтепродуктов в водорастворимой органической жидкости (СО НВМ-ПА)                                   | серийное           |
| ГСО 10318–2013                                          | СО массовой доли азота в нефтепродуктах (имитатор) (СО МДАН-ПА)                                                               | серийное           |

| Номер ГСО<br>в Госреестре СО                            | Наименование стандартного образца утвержденного типа                                   | Производство<br>СО |
|---------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------|--------------------|
| ГСО 10319–2013                                          | СО зольности нефтепродуктов (СО ЗЛ-ПА)                                                 | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 7 сентября 2018 г. № 1908</i> |                                                                                        |                    |
| ГСО 10434–2014                                          | СО давления насыщенных паров газожидкостной равновесной системы (углеводороды) (ДНП-1) | серийное           |
| ГСО 10435–2014                                          | СО давления насыщенных паров газожидкостной равновесной системы (углеводороды) (ДНП-2) | серийное           |
| ГСО 10436–2014                                          | СО давления насыщенных паров газожидкостной равновесной системы (углеводороды) (ДНП-3) | серийное           |
| ГСО 10437–2014                                          | СО давления насыщенных паров газожидкостной равновесной системы (углеводороды) (ДНП-4) | серийное           |
| ГСО 10438–2014                                          | СО давления насыщенных паров газожидкостной равновесной системы (углеводороды) (ДНП-5) | серийное           |
| ГСО 10439–2014                                          | СО давления насыщенных паров газожидкостной равновесной системы (углеводороды) (ДНП-6) | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 7 сентября 2018 г. № 1910</i> |                                                                                        |                    |
| ГСО 7516–99                                             | СО изотопного состава урана (СОИСУ-238)                                                | серийное           |
| ГСО 7517–99                                             | СО изотопного состава урана (СОИСУ-236)                                                | серийное           |
| ГСО 7518–99                                             | СО изотопного состава урана (СОИСУ-0011)                                               | серийное           |
| ГСО 7519–99                                             | СО изотопного состава урана (СОИСУ-0031)                                               | серийное           |
| ГСО 7520–99                                             | СО изотопного состава урана (СОИСУ-0061)                                               | серийное           |
| ГСО 7521–99                                             | СО изотопного состава урана (СОИСУ-0075)                                               | серийное           |
| ГСО 7522–99                                             | СО изотопного состава урана (СОИСУ-0110)                                               | серийное           |
| ГСО 7523–99                                             | СО изотопного состава урана (СОИСУ-0165)                                               | серийное           |
| ГСО 7524–99                                             | СО изотопного состава урана (СОИСУ-0200)                                               | серийное           |
| ГСО 7525–99                                             | СО изотопного состава урана (СОИСУ-0255)                                               | серийное           |
| ГСО 7526–99                                             | СО изотопного состава урана (СОИСУ-0300)                                               | серийное           |
| ГСО 7527–99                                             | СО изотопного состава урана (СОИСУ-0335)                                               | серийное           |
| ГСО 7528–99                                             | СО изотопного состава урана (СОИСУ-0360)                                               | серийное           |
| ГСО 7529–99                                             | СО изотопного состава урана (СОИСУ-0380)                                               | серийное           |
| ГСО 7530–99                                             | СО изотопного состава урана (СОИСУ-0415)                                               | серийное           |
| ГСО 7531–99                                             | СО изотопного состава урана (СОИСУ-0455)                                               | серийное           |
| ГСО 7532–99                                             | СО изотопного состава урана (СОИСУ-0500)                                               | серийное           |
| ГСО 7533–99                                             | СО изотопного состава урана (СОИСУ-0575)                                               | серийное           |

| Номер ГСО<br>в Госреестре СО                             | Наименование стандартного образца утвержденного типа                                                     | Производство<br>СО |
|----------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------|
| ГСО 7534–99                                              | СО изотопного состава урана (СОИСУ-0650)                                                                 | серийное           |
| ГСО 7535–99                                              | СО изотопного состава урана (СОИСУ-1000)                                                                 | серийное           |
| ГСО 7536–99                                              | СО изотопного состава урана (СОИСУ-1400)                                                                 | серийное           |
| ГСО 7537–99                                              | СО изотопного состава урана (СОИСУ-2000)                                                                 | серийное           |
| ГСО 7538–99                                              | СО изотопного состава урана (СОИСУ-2600)                                                                 | серийное           |
| ГСО 7539–99                                              | СО изотопного состава урана (СОИСУ-3310)                                                                 | серийное           |
| ГСО 7540–99                                              | СО изотопного состава урана (СОИСУ-3650)                                                                 | серийное           |
| ГСО 7541–99                                              | СО изотопного состава урана (СОИСУ-5000)                                                                 | серийное           |
| ГСО 7542–99                                              | СО изотопного состава урана (СОИСУ-7700)                                                                 | серийное           |
| ГСО 7543–99                                              | СО изотопного состава урана (СОИСУ-9020)                                                                 | серийное           |
| ГСО 7544–99                                              | СО изотопного состава урана (СОИСУ-9800)                                                                 | серийное           |
| ГСО 7545–99                                              | СО изотопного состава урана (СОИСУ-235)                                                                  | серийное           |
| ГСО 7911–2001                                            | СО состава гексафторида урана                                                                            | серийное           |
| ГСО 7980–2002                                            | СО изотопного состава урана                                                                              | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 18 сентября 2018 г. № 1983</i> |                                                                                                          |                    |
| ГСО 9113–2008                                            | СО состава этилендиаминтетрауксусной кислоты (CRM 502–092)                                               | серийное<br>(ввоз) |
| <i>Приказ Росстандарта от 20 сентября 2018 г. № 2024</i> |                                                                                                          |                    |
| ГСО 10778–2016                                           | СО массовой доли полициклических ароматических углеводородов в дизельном топливе (ИНТЕГРСО МД ПОЛИ АУ-1) | серийное           |
| ГСО 10779–2016                                           | СО массовой доли полициклических ароматических углеводородов в дизельном топливе (ИНТЕГРСО МД ПОЛИ АУ-2) | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 20 сентября 2018 г. № 2025</i> |                                                                                                          |                    |
| ГСО 9311–2009                                            | СО массовой концентрации свинца в бензинах (КСБ-1)                                                       | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 20 сентября 2018 г. № 2026</i> |                                                                                                          |                    |
| ГСО 2216–81                                              | СО состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия) 1-го разряда                                   | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 23 октября 2018 г. № 2223</i>  |                                                                                                          |                    |
| ГСО 10338–2013                                           | СО состава газовой смеси $C_2H_5OH/N_2$ (воздух)                                                         | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 23 октября 2018 г. № 2225</i>  |                                                                                                          |                    |
| ГСО 7423–97                                              | СО состава тетрахлорэтилена                                                                              | серийное           |
| ГСО 7436–98                                              | СО состава водного раствора хлорид-ионов (40А)                                                           | серийное           |

| Номер ГСО<br>в Госреестре СО                            | Наименование стандартного образца утвержденного типа         | Производство<br>СО |
|---------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------|--------------------|
| ГСО 7437–98                                             | СО состава водного раствора сульфат- ионов (41А)             | серийное           |
| ГСО 8362–2003                                           | СО состава раствора додецилсульфата натрия (43А)             | серийное           |
| ГСО 8245–2003                                           | СО состава люизита (2-хлорвинилдихлорарсина)                 | серийное           |
| ГСО 8246–2003                                           | СО состава зарина (О-изопропилметилфторфосфоната)            | серийное           |
| ГСО 8247–2003                                           | СО состава зомана (О-пинаколилметилфторфосфоната)            | серийное           |
| ГСО 8248–2003                                           | СО состава иприта (бис(2-хлорэтил)сульфида)                  | серийное           |
| ГСО 8907–2007                                           | СО состава диизобутилдиметилпирофосфоната                    | серийное           |
| ГСО 8908–2007                                           | СО состава N, N-диэтиламиноэтилмеркаптана                    | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 23 октября 2018 г. № 2226</i> |                                                              |                    |
| ГСО 9260–2008                                           | СО массовой доли воды в нефтепродуктах (ВН-0,1-НС)           | серийное           |
| ГСО 9261–2008                                           | СО массовой доли воды в нефтепродуктах (ВН-0,5-НС)           | серийное           |
| ГСО 9262–2008                                           | СО массовой доли воды в нефтепродуктах (ВН-1,0-НС)           | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 1 ноября 2018 г. № 2276</i>   |                                                              |                    |
| ГСО 10362–2013                                          | СО состава газовой смеси – имитатор природного газа (ИПГ-16) | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 1 ноября 2018 г. № 2277</i>   |                                                              |                    |
| ГСО 9493–2009                                           | СО состава и свойств топлива дизельного (СТ-ДТ)              | серийное           |
| ГСО 9494–2009                                           | СО состава и свойств масла моторного (СТ-ММ)                 | серийное           |
| ГСО 9495–2009                                           | СО состава и свойств бензина автомобильного (СТ-Б)           | серийное           |
| ГСО 9496–2009                                           | СО состава и свойств масла турбинного (СТ-МТ)                | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 1 ноября 2018 г. № 2278</i>   |                                                              |                    |
| ГСО 10358–2013                                          | СО счетной концентрации частиц в гидравлической жидкости     | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 1 ноября 2018 г. № 2279</i>   |                                                              |                    |
| ГСО 3219–85                                             | СО состава натрия щавелевокислого 1-го разряда               | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 1 ноября 2018 г. № 2281</i>   |                                                              |                    |
| ГСО 718–83П                                             | СО ферробора типа ФБ20 (Ф21)                                 | серийное           |
| ГСО 1302–93П                                            | СО чугуна передельного типа П2 (Ч1)                          | серийное           |
| ГСО 1690–93П                                            | СО чугуна литейного типа Л6 (Ч4)                             | серийное           |
| ГСО 3273–91П/<br>3278–91П                               | СО сталей легированных типа Р9К5 (комплект СО ЛГ21–ЛГ26)     | серийное           |
| ГСО 8424–2003                                           | СО чугуна легированного типа ЧХ16 (Ч18)                      | серийное           |
| ГСО 9099–2008                                           | СО шлака доменного (Ш14)                                     | серийное           |

| Номер ГСО<br>в Госреестре СО                            | Наименование стандартного образца утвержденного типа                                            | Производство<br>СО |
|---------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------|
| <i>Приказ Росстандарта от 1 ноября 2018 г. № 2282</i>   |                                                                                                 |                    |
| ГСО 7272–96                                             | СО состава водного раствора ионов металлов РМ-2 (железо, никель, свинец, марганец, цинк)        | серийное           |
| ГСО 7324–96                                             | СО состава водного раствора ионов металлов РМ-1 (титан, молибден, сурьма)                       | серийное           |
| ГСО 7325–96                                             | СО состава водного раствора ионов металлов РМ-3 (алюминий, мышьяк, кадмий, кобальт, хром, медь) | серийное           |
| ГСО 9088–2008                                           | СО массовой доли воды в органической жидкости (ВФ-ВНИИМ-0,01)                                   | серийное           |
| ГСО 9283–2008                                           | СО общей минерализации воды                                                                     | серийное           |
| ГСО 9284–2008                                           | СО общей жесткости воды                                                                         | серийное           |
| ГСО 10359–2013                                          | СО состава газовой смеси $\text{CH}_4$ /воздух                                                  | серийное           |
| ГСО 10390–2013                                          | СО молярной концентрации тестостерона в сыворотке крови (комплект ТЕСТОСТЕРОН-ВНИИМ)            | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 21 ноября 2018 г. № 2419</i>  |                                                                                                 |                    |
| ГСО 9231–2008                                           | СО состава почвы (ТЭП К)                                                                        | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 4 декабря 2018 г. № 2565</i>  |                                                                                                 |                    |
| ГСО 7089–93                                             | СО пенетрации битумов (ГПИ-3)                                                                   | серийное           |
| ГСО 7090–93                                             | СО пенетрации битумов (ГПИ-4)                                                                   | серийное           |
| ГСО 8229–2003                                           | СО температуры хрупкости (нефтяной битум) (ТХБ-2)                                               | серийное           |
| ГСО 8230–2003                                           | СО температуры хрупкости (нефтяной битум) (ТХБ-3)                                               | серийное           |
| ГСО 8492–2003                                           | СО температуры размягчения битумов по кольцу и шару (ТКИШ-1)                                    | серийное           |
| ГСО 8493–2003                                           | СО температуры размягчения битумов по кольцу и шару (ТКИШ-2)                                    | серийное           |
| ГСО 8543–2004                                           | СО условной вязкости нефтепродуктов (ВУт)                                                       | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 11 декабря 2018 г. № 2628</i> |                                                                                                 |                    |
| ГСО 7548–99                                             | СО изотопного состава кальция углекислого, обогащенного изотопом кальций-40                     | единичное          |
| ГСО 7549–99                                             | СО изотопного состава стронция углекислого, обогащенного изотопом стронций-88                   | единичное          |
| <i>Приказ Росстандарта от 11 декабря 2018 г. № 2649</i> |                                                                                                 |                    |
| ГСО 9234–2008                                           | СО состава концентрата магнитных ценосфер (КМЦ-1)                                               | единичное          |
| ГСО 9235–2008                                           | СО состава концентрата магнитных ценосфер (КМЦ-2)                                               | единичное          |
| ГСО 9236–2008                                           | СО состава концентрата магнитных микросфер (КММ-1)                                              | единичное          |
| ГСО 9237–2008                                           | СО состава золы уноса угля КАТЭКа (ЗУК-2)                                                       | единичное          |

| Номер ГСО<br>в Госреестре СО                            | Наименование стандартного образца утвержденного типа                                                                                                                                   | Производство<br>СО |
|---------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------|
| <i>Приказ Росстандарта от 19 декабря 2018 г. № 2690</i> |                                                                                                                                                                                        |                    |
| ГСО 9309–2009                                           | СО состава оксида кобальта (комплект ОК)                                                                                                                                               | единичное          |
| ГСО 9431–2009                                           | СО состава никеля марок Н-3 и Н-4                                                                                                                                                      | единичное          |
| <i>Приказ Росстандарта от 19 декабря 2018 г. № 2691</i> |                                                                                                                                                                                        |                    |
| ГСО 81–88П                                              | СО шамота типа ШЧС-30 (К2)                                                                                                                                                             | серийное           |
| ГСО 2527–83                                             | СО полупродукта глиноземистого типа ХПГ70 (Ш12)                                                                                                                                        | серийное           |
| ГСО 4302–88                                             | СО карбида кремния типа КК (К9)                                                                                                                                                        | серийное           |
| ГСО 6507–92                                             | СО оксида железа (III) типа МР-1 (Р26)                                                                                                                                                 | серийное           |
| ГСО 8422–2003                                           | СО окатышей железорудных офлюсованных (Р28)                                                                                                                                            | серийное           |
| ГСО 8423–2003                                           | СО окатышей железорудных неофлюсованных (Р29)                                                                                                                                          | серийное           |
| ГСО 8456–2003                                           | СО сталей легированных типов 12Х25Н16Г7АР, 10Х14АГ15, 40Х15Н7Г7Ф2МС, 10Х14Г14Н4Т, 08Х18Г8Н2Т(комплект СО РГ19–РГ23)                                                                    | серийное           |
| ГСО 8457–2003                                           | СО чугунов магниевых типов АЧВ-1, АЧВ-2 (комплект СО ЧМ5 – ЧМ8)                                                                                                                        | серийное           |
| ГСО 8458–2003                                           | СО стали легированной типа 40Х13 (С60)                                                                                                                                                 | серийное           |
| ГСО 9110–2008                                           | СО стали легированной типа ШХ15 (7–6)                                                                                                                                                  | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 29 декабря 2018 г. № 2835</i> |                                                                                                                                                                                        |                    |
| ГСО 10391–2014                                          | СО состава газовой смеси $\text{CH}_4 + \text{C}_2\text{H}_6 + \text{C}_2\text{H}_4 + \text{C}_2\text{H}_2 + \text{H}_2 + \text{CO} + \text{CO}_2 + \text{O}_2 + \text{N}_2/\text{Ar}$ | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 29 декабря 2018 г. № 2836</i> |                                                                                                                                                                                        |                    |
| ГСО 9277–2008                                           | СО растяжимости (дуктильности) нефтяных битумов (ДНБ-3)                                                                                                                                | серийное           |
| ГСО 9278–2008                                           | СО растяжимости (дуктильности) нефтяных битумов (ДНБ-4)                                                                                                                                | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 18 января 2019 г. № 62</i>    |                                                                                                                                                                                        |                    |
| ГСО 968–93П                                             | СО стали легированной типа 37Х12Н8Г8МФБ (С31)                                                                                                                                          | серийное           |
| ГСО 1414–92П                                            | СО стали углеродистой типа 40 (У4)                                                                                                                                                     | серийное           |
| ГСО 2381–82                                             | СО феррофосфора типа ФФ16 (Ф28)                                                                                                                                                        | серийное           |
| ГСО 9289–2009                                           | СО сталей углеродистых и легированных типов 60С2Г, К78ХСФ, 30Л, 55С2, 70С2ХА (комплект СО УГ87-УГ92)                                                                                   | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 28 января 2019 г. № 112</i>   |                                                                                                                                                                                        |                    |
| ГСО 10398–2014                                          | СО цетанового числа дизельного топлива (СО ЦЧ-ПА)                                                                                                                                      | серийное           |
| ГСО 10399–2014                                          | СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (СО МСН-ПА)                                                                                                                       | серийное           |
| ГСО 10400–2014                                          | СО pH водной вытяжки нефтепродуктов (СО ВКЩ-ПА)                                                                                                                                        | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 28 января 2019 г. № 113</i>   |                                                                                                                                                                                        |                    |
| ГСО 7548–99                                             | СО изотопного состава кальция углекислого, обогащенного изотопом кальций-40                                                                                                            | серийное           |



| Номер ГСО<br>в Госреестре СО                           | Наименование стандартного образца утвержденного типа                 | Производство<br>СО |
|--------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|--------------------|
| ГСО 8888–2007                                          | СО состава пестицида альфа-ГХЦГ                                      | серийное           |
| ГСО 8889–2007                                          | СО состава пестицида бета-ГХЦГ                                       | серийное           |
| ГСО 8890–2007                                          | СО состава пестицида гамма-ГХЦГ (линдана)                            | серийное           |
| ГСО 8891–2007                                          | СО состава пестицида 4,4'-ДДД                                        | серийное           |
| ГСО 8892–2007                                          | СО состава пестицида 4,4'-ДДТ                                        | серийное           |
| ГСО 8893–2007                                          | СО состава пестицида 4,4'-ДДЭ                                        | серийное           |
| ГСО 10402–2014                                         | СО состава субстанции «Тиозолон»                                     | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 13 февраля 2019 г. № 219</i> |                                                                      |                    |
| ГСО 8428–2003                                          | СО кислотности нефтепродуктов (К-1)                                  | серийное           |
| ГСО 8638–2004                                          | СО pH водной вытяжки нефтепродуктов (ВКЩ)                            | серийное           |
| ГСО 8829–2006                                          | СО pH водной вытяжки нефтепродуктов (ВКЩ-2)                          | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 13 февраля 2019 г. № 220</i> |                                                                      |                    |
| ГСО 7398–97                                            | СО фракционного состава нефти и нефтепродуктов (CRM 1310–010–010301) | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 14 февраля 2019 г. № 228</i> |                                                                      |                    |
| ГСО 9279–2008                                          | СО состава раствора глюкозы и лактата (РГЛ-1)                        | серийное           |
| ГСО 9280–2008                                          | СО состава раствора глюкозы и лактата (РГЛ-2)                        | серийное           |
| ГСО 9281–2008                                          | СО состава раствора глюкозы и лактата (РГЛ-3)                        | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 14 февраля 2019 г. № 229</i> |                                                                      |                    |
| ГСО 7895–2001                                          | СО температуры плавления кофеина                                     | серийное           |
| ГСО 9233–2008                                          | СО массовой концентрации воды в органической жидкости (MT-HWS-1.0)   | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 20 февраля 2019 г. № 307</i> |                                                                      |                    |
| ГСО 8069–94                                            | СО коксуемости нефтепродуктов (КК-1)                                 | серийное           |
| ГСО 8070–94                                            | СО коксуемости нефтепродуктов (КК-2)                                 | серийное           |
| ГСО 8072–94                                            | СО коксуемости нефтепродуктов (КК-4)                                 | серийное           |
| ГСО 8385–2003                                          | СО кислотного числа нефтепродуктов (КЧ-1)                            | серийное           |
| ГСО 8386–2003                                          | СО кислотного числа нефтепродуктов (КЧ-2)                            | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 20 февраля 2019 г. № 309</i> |                                                                      |                    |
| ГСО 10409–2014                                         | СО плотности асфальтобетона (имитатор) комплект                      | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 20 февраля 2019 г. № 310</i> |                                                                      |                    |
| ГСО 8610–2004                                          | СО массовой доли серы в минеральном масле (комплект SMO10)           | серийное           |

| Номер ГСО<br>в Госреестре СО                         | Наименование стандартного образца утвержденного типа                                           | Производство<br>СО |
|------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------|
| ГСО 8611–2004                                        | СО массовой доли серы в минеральном масле (комплект SMO10(HL))                                 | серийное           |
| ГСО 9321–2009                                        | СО массовой доли серы в дизельном топливе (комплект ULSD)                                      | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 7 марта 2019 г. № 463</i>  |                                                                                                |                    |
| ГСО 9104–2008                                        | СО состава крови, содержащей свинец (СО BL-Pb)                                                 | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 7 марта 2019 г. № 464</i>  |                                                                                                |                    |
| ГСО 10413–2014                                       | СО состава (агрохимических показателей) почвы дерново-подзолистой среднесуглинистой (САДПП-10) | серийное           |
| ГСО 10461–2014                                       | СО массовой доли нефтепродуктов в кварцевом песке (ПЗН-01)                                     | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 25 марта 2019 г. № 630</i> |                                                                                                |                    |
| ГСО 8564–2004                                        | СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле (ТВЗТ-1-ОНПЗ)                           | серийное           |
| ГСО 8565–2004                                        | СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле (ТВЗТ-2-ОНПЗ)                           | серийное           |
| ГСО 8566–2004                                        | СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле (ТВЗТ-3-ОНПЗ)                           | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 26 марта 2019 г. № 651</i> |                                                                                                |                    |
| ГСО 8577–2004                                        | СО самовоспламеняемости дизельных топлив (цетанового числа) (ЦЧ-1)                             | серийное           |
| ГСО 8931–2008                                        | СО самовоспламеняемости (цетанового числа) первичного эталонного топлива (ЦЧ ПЭТ-1)            | серийное           |
| ГСО 8932–2008                                        | СО самовоспламеняемости (цетанового числа) первичного эталонного топлива (ЦЧ ПЭТ-2)            | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 26 марта 2019 г. № 652</i> |                                                                                                |                    |
| ГСО 9288–2009                                        | СО состава почвы (ТЭП В)                                                                       | серийное           |
| <i>Приказ Росстандарта от 26 марта 2019 г. № 653</i> |                                                                                                |                    |
| ГСО 10442–2014                                       | СО температуры помутнения нефтепродуктов (СО ТПМТ-ПА)                                          | серийное           |
| ГСО 10443–2014                                       | СО йодного числа нефтепродуктов (имитатор) (СО ИЧ-ПА)                                          | серийное           |

В следующих номерах журнала будет продолжена публикация сведений о вновь утвержденных типах стандартных образцов; о стандартных образцах, срок действия свидетельств которых продлен; о стандартных образцах, в описания типов которых внесены изменения по сроку годности экземпляров стандартных образцов в соответствии с принятыми Росстандартом решениями.

the 1990s, the number of people in the UK who are employed in the public sector has increased by 1.5 million (from 2.5 million in 1980 to 4 million in 1999) and the number of people in the public sector who are employed in health care has increased by 1.2 million (from 1.3 million in 1980 to 2.5 million in 1999) (Department of Health 2000).

There is a growing emphasis on the need to improve the quality of care provided in the public sector. This has led to a number of initiatives, including the introduction of the National Patient Safety Agency (NPSA) in 1999, the establishment of the National Institute for Clinical Excellence (NICE) in 1999, and the introduction of the Health Care Act 2001. The Health Care Act 2001 also introduced the concept of 'clinical governance', which is a system of accountability for the quality of care provided in the public sector.

One of the key components of clinical governance is the need to ensure that the public sector is able to provide a high quality of care. This requires a number of measures, including the need to ensure that the public sector is able to attract and retain a high quality of staff, the need to ensure that the public sector is able to provide a high quality of care, and the need to ensure that the public sector is able to provide a high quality of care.

One of the key measures that the public sector can take to improve the quality of care is to ensure that the public sector is able to attract and retain a high quality of staff. This requires a number of measures, including the need to ensure that the public sector is able to attract and retain a high quality of staff, the need to ensure that the public sector is able to provide a high quality of care, and the need to ensure that the public sector is able to provide a high quality of care.

One of the key measures that the public sector can take to improve the quality of care is to ensure that the public sector is able to provide a high quality of care. This requires a number of measures, including the need to ensure that the public sector is able to provide a high quality of care, the need to ensure that the public sector is able to provide a high quality of care, and the need to ensure that the public sector is able to provide a high quality of care.

One of the key measures that the public sector can take to improve the quality of care is to ensure that the public sector is able to provide a high quality of care. This requires a number of measures, including the need to ensure that the public sector is able to provide a high quality of care, the need to ensure that the public sector is able to provide a high quality of care, and the need to ensure that the public sector is able to provide a high quality of care.

One of the key measures that the public sector can take to improve the quality of care is to ensure that the public sector is able to provide a high quality of care. This requires a number of measures, including the need to ensure that the public sector is able to provide a high quality of care, the need to ensure that the public sector is able to provide a high quality of care, and the need to ensure that the public sector is able to provide a high quality of care.

One of the key measures that the public sector can take to improve the quality of care is to ensure that the public sector is able to provide a high quality of care. This requires a number of measures, including the need to ensure that the public sector is able to provide a high quality of care, the need to ensure that the public sector is able to provide a high quality of care, and the need to ensure that the public sector is able to provide a high quality of care.

One of the key measures that the public sector can take to improve the quality of care is to ensure that the public sector is able to provide a high quality of care. This requires a number of measures, including the need to ensure that the public sector is able to provide a high quality of care, the need to ensure that the public sector is able to provide a high quality of care, and the need to ensure that the public sector is able to provide a high quality of care.

