

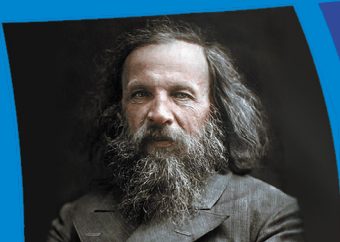
ISSN 2687-0886

ЭТАЛОНЫ СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Том Vol. **17**

№**1**

2021



**Measurement standards
Reference materials**

ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ

Стандартные образцы

Ступакова Г. А., Деньгина С. А., 5 **Стандартные образцы кормов в системе метрологического обеспечения**
Игнатъева Е. Э., Щиплецова Т. И.,
Митрофанов Д. К. **лабораторий агропромышленного комплекса**

Сергеева А. С., Вострикова Н. Л., 21 **Разработка комплекса метрологического обеспечения пищевой**
Медведевских М. Ю. **промышленности**

Медведевских М. Ю., 35 **Применение системы лиофильной сушки для подготовки материала**
Вострикова Н. Л., Сергеева А. С.,
Студенок В. В. **стандартных образцов состава пищевых продуктов**

Агафонов О. С., Прудников С. М. 47 **Градуировка ЯМР-анализаторов АМВ-1006М с использованием натуральных**
образцов и образцов-имитаторов

Юшина А. А., Аленичев М. К. 59 **Стандартные образцы для оптических наносенсорных систем:**
восстановленный глутатион и хлорамфеникол

Государственный реестр утвержденных типов СО, представленный в разделе ФИФ

Суслова В. В. 71 **Сведения о новых типах стандартных образцов**

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

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

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

ТИПОГРАФИЯ:

000 Издательство и типография «Альфа Принт»

620049, Свердловская область, г. Екатеринбург, пер. Автоматики, д. 2

Тел: (343) 222-00-34

Журнал издается с 2005 г., до 2020 г. журнал издавался под названием «Стандартные образцы».

Периодичность издания – 4 раза в год.

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

Журнал входит в Перечень российских рецензируемых научных журналов ВАК.

Все права на наименование, авторские права на публикацию защищены.

За достоверность информации, опубликованной в статьях и рекламных материалах, а также за то, что
в материалах не содержится данных, не подлежащих открытой публикации, ответственность несут авторы
и рекламодатели. Мнение редакции не всегда совпадает с точкой зрения авторов статей.

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

Подписано в печать 30.03.2021.

Дата выхода в свет 31.03.2021.

Формат 80×108/16. Печать офсетная.

Бумага ВХИ. Усл. печ. л. 8.6.

Тираж 300 экз. Заказ №13794.

© «Эталон. Стандартные образцы», 2021

ORIGINAL PAPERS

Reference Materials

Stupakova G. A., Dengina S. A.,
Ignatyeva E. E., Shchipletsova T. I.,
Mitrofanov D. K.

5 Feed reference materials in the system of metrological support of agro-industrial complex laboratories

Sergeeva A. S., Vostrikova N. L.,
Medvedevskikh M. Yu.

21 Development of Food Industry Metrological Assurance Complex

Medvedevskikh M. Y., Vostrikova N. L.,
Sergeeva A. S., Studenok V. V.

35 Application of the Lyophilization System for Preparation of Reference Materials for Composition of Nutrition Products

Agafonov O. S., Prudnikov S. M.

47 Graduation of AMR-1006M NMR Analyzers Using Natural Samples and Samples-Imitators

Yushina A. A., Alenichev M. K.

59 Reference Materials for Optic Nanosensory Systems: Reduced Glutathione and Chloramphenicol

Aspects of Maintaining the State Register of Type Approved Reference Materials

Suslova V. V. **71** Data on new reference materials approved in 2021

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

FOUNDER:

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

EDITORIAL OFFICE & PUBLISHER

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

PRINTING HOUSE:

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

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

The frequency of publication is 4 times a year.

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

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

Subscription index in catalogue of agencies

"Pressa Rossii" – 10263.

Signed for printing: 30.03.2021.

Date of publication: 31.03.2021.

Sheet size 80x108/16. Offset printing.

Royal paper. Conventional printed sheets 8.6.

Number of copies 300. Order No 13794.

ГЛАВНЫЙ РЕДАКТОР

Медведевских Сергей Викторович

канд. техн. наук, руководитель отделения механических измерений ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Российская Федерация

ЗАМЕСТИТЕЛЬ ГЛАВНОГО РЕДАКТОРА

Окрепилов Михаил Владимирович

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

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Собина Егор Павлович

д-р техн. наук, и. о. директора УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», г. Екатеринбург, Российская Федерация

Кремлева Ольга Николаевна

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

ОТВЕТСТВЕННЫЙ СЕКРЕТАРЬ

Когновицкая Елена Андреевна

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

ТЕХНИЧЕСКИЙ СЕКРЕТАРЬ

Тараева Наталия Сергеевна

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

КОРРЕКТОР

Бортникова А. В.

ВЕРСТКА, ЦВЕТООКРЕЩЕНИЕ

Таскаев В. В.

РЕДАКЦИОННЫЙ СОВЕТ

Катков А. С.,

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

Конопелько Л. А.,

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

Крылов А. И.,

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

Кусельман И. И.,

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

Литвинов Б. Я.,

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

Осинцева Е. В.,

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

Походун А. И.,

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

Слаев В. А.,

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

Степановских В. В.,

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

Сясько В. А.,

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

Чуновкина А. Г.,

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



CHIEF EDITOR

Sergei V. Medvedevskikh

PhD (Eng.), Head of Mechanical Metrology Department,
D.I. Mendeleyev Institute for Metrology,
Saint Petersburg, Russian Federation

DEPUTY CHIEF EDITOR

Mikhail V. Okrepilov

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

EDITORIAL TEAM

Egor P. Sobina

D. Sc. (Eng.), acting director of UNIIM – Affiliated
Branch of the D.I. Mendeleyev,
Ekaterinburg, Russian Federation

Olga N. Kremleva

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

EXECUTIVE SECRETARY

Elena A. Kognovitskaya

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

TECHNICAL SECRETARY

Natalia S. Taraeva

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

PROOF-READER

Alena V. Bortnikova

LAYOUT, COLOUR CORRECTION

Vladislav V. Taskaev

EDITORIAL BOARD

Anna G. Chunovkina,

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

Aleksandr S. Katkov,

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

Leonid A. Konopelko,

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

Anatoliy I. Krylov,

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

Ilya Kuselman,

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

Boris Ya. Litvinov,

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

Elena V. Osintseva,

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

Anatoliy I. Pokhodun,

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

Valeriy A. Slayev,

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

Valeriy V. Stepanovskikh,

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

Vladimir A. Syasko,

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

ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ / ORIGINAL PAPERS

■ СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ / REFERENCE MATERIALS

DOI: 10.20915/2687-0886-2021-17-1-5-20

УДК 547.620.11:006.91:53.089.68

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ КОРМОВ В СИСТЕМЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЛАБОРАТОРИЙ АГРОПРОМЫШЛЕННОГО КОМПЛЕКСА

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

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт агрохимии им. Д. Н. Прянишникова»
(ФГБНУ «ВНИИ агрохимии»), г. Москва, Российская Федерация
e-mail: vniia@list.ru

Поступила в редакцию – 01 февраля 2021 г., после доработки – 10 марта 2021 г.

Принята к публикации – 20 марта 2021 г.

В статье представлены сведения о разработанных матричных стандартных образцах кормов, аттестованных на показатели качества, питательной ценности и токсикологического загрязнения для метрологического сопровождения аналитических работ в целях подтверждения соответствия продукции требованиям национальных стандартов. Представлены сведения об этапах разработки стандартных образцов кормов (отбор и подготовка материала стандартного образца, исследования неоднородности и стабильности материала стандартного образца). Продемонстрированы результаты аттестации стандартных образцов по аттестуемым показателям, корректность установления которых подтверждена результатами в тридцати аккредитованных лабораториях.

Разработанный стандартный образец шрота подсолнечного зарегистрирован в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов под номером ГСО 11612–2020. Стандартные образцы соевого кормового тоستированного и комбикорма полнорационного для сельскохозяйственной птицы (бройлеров) утверждены в качестве отраслевых в Министерстве сельского хозяйства Российской Федерации (Департамент растениеводства, механизации, химизации и защиты растений).

Стандартные образцы кормов предназначены для метрологического обеспечения лабораторий агропромышленного комплекса.

Ключевые слова: стандартный образец, корма, комбикорма, показатели качества, токсикологического загрязнения, межлабораторная аттестация

Ссылка при цитировании:

Метрологического обеспечения лабораторий агропромышленного комплекса / Г. А. Ступакова [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2021. Т. 17. № 1. С. 5–20. <http://dx.doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-1-5-20>

For citation:

Stupakova G. A., Dengina S. A., Ignatyeva E. E., Shchipletsova T. I., Mitrofanov D. K. Feed reference materials in the system of metrological support of agro-industrial complex laboratories. *Measurement standards. Reference materials*. 2021;17(1): 5–20. <http://dx.doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-1-5-20> (In Russ.).

FEED REFERENCE MATERIALS IN THE SYSTEM OF METROLOGICAL SUPPORT OF AGRO-INDUSTRIAL COMPLEX LABORATORIES

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

All-Russian Research Institute of Agrochemistry (VNIIA),
Moscow, Russian Federation
e-mail: vnii@list.ru

Received – 01 February, 2021. Revised – 10 March, 2021.
Accepted for publication – 20 March, 2021.

The authors provided information about the developed matrix feed reference materials, certified for quality, nutritional value and toxicological contamination indicators for metrological support of analytical work in the article to confirm the compliance of products with requirements of national standards. Information on the stages of development of feed reference materials (selection and preparation of reference material, studies of heterogeneity and stability of feed reference material) is presented. There are demonstrated the results of reference materials certification according to certified indicators, their correctness confirmed by the results of thirty accredited laboratories.

The developed reference material of sunflower meal is registered in the State Register of approved types of reference materials under the number GSO 11612–2020. Reference materials of the composition of toasted soybean feed meal and complete feed for poultry (broilers) are approved as Industry-Specific by the Ministry of Agriculture of the Russian Federation (Department of Plant Production, Mechanization, Chemicalization and Plant Protection).

Feed reference materials are intended for metrological support of agro-industrial complex laboratories.

Keywords: reference materials, feed, compound feed, quality indicators, toxicological pollution, interlaboratory certification

Введение

Кормопроизводство, как самая масштабная и многофункциональная отрасль сельского хозяйства, играет важнейшую роль не только в животноводстве, но и в управлении сельскохозяйственными землями России, обеспечении их продуктивности, устойчивости и рентабельности. Оно связывает воедино растениеводство и животноводство, земледелие и экологию, рациональное природопользование и охрану окружающей среды. От уровня кормопроизводства во многом зависит обеспечение продовольственной безопасности страны.

В России промышленное производство кормов представлено стабильно работающими крупными заводами, расположенными в Московской, Белгородской, Воронежской, Липецкой, Курской, Амурской областях, Республике Алтай и т. д. Ежегодно кормовая отрасль России претерпевает количественные изменения, рынок пополняется новыми предприятиями по производству кормов [1].

По данным Росстата, на сегодняшний день ситуация на рынке кормов в России складывается следующим образом: 83,18 % принадлежит комбикормам, 5,43 % – растительным кормам, 2,03 % – кормам готовым для домашних животных, 0,85 % – добавкам белково-витаминным, 0,58 % – премиксам и 7,94 % – прочим кормам. В 2020 г. объем российского рынка по производству кормов составил около 30 млн тонн [2].

В России разработаны стандарты (технические условия) для оценки кормов, комбикормов, комбикормового сырья, а также стандарты, содержащие правила и методы испытаний, необходимых для целей осуществления подтверждения соответствия кормовой продукции. Одним из важных принципов экспертизы является установление безопасности кормов, когда риск вреда или ущерба для потребителя и окружающей среды ограничен допустимыми уровнями [3]. Помимо безопасности продукция должна обладать определенными показателями качества, которые

должны соответствовать медико-биологическим и санитарным нормам¹.

Обеспечение достоверности результатов измерений при таком многообразии кормов, комбикормов и кормовых добавок, определяемых показателей и используемых методов возможно при использовании соответствующих стандартных образцов (СО).

Мониторинг потребности в СО для метрологического обеспечения измерений показателей качества и безопасности для кормовой продукции показал высокую потребность в этих образцах [4]. На сегодняшний день в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений зарегистрировано шесть утвержденных типов стандартных образцов состава комбикормов².

¹ 1. МДУ № 123–4/281–87 от 07.08.1987 Временный максимально допустимый уровень (МДУ) содержания некоторых химических элементов и госсипола в кормах для сельскохозяйственных животных и кормовых добавках // Федеральная служба по ветеринарному и фитосанитарному надзору (Россельхознадзор) [сайт]. URL: <https://fsvps.gov.ru/fsvps/laws/6198.html>. (дата обращения: 20.01.2021).

2. МДУ № 434–17 от 01.02.1989 Максимально допустимый уровень микотоксинов в кормах // Консоциум Кодекс [Электронный ресурс]. URL: <https://docs.cntd.ru/document/12001176923>. Предельно допустимые остаточные количества пестицидов в кормах для сельскохозяйственных животных и методы их определения: утв. Главным государственным ветеринарным инспектором СССР 17 мая 1977 г. № 117–116 // Библиотека нормативной документации [Электронный ресурс]. URL: <https://files.stroyinf.ru/Data2/1/4293754/4293754545.htm>. (дата обращения: 20.01.2021).

4. Нормы предельно допустимой концентрации (ПДК) нитратов и нитритов в кормах для сельскохозяйственных животных и основных видах сырья для комбикормов: принят Заместителем Главного государственного санитарного врача СССР 17 февраля 1989 г. № 143–4/78–5а // Библиотека нормативной документации [Электронный ресурс]. URL: <https://files.stroyinf.ru/Index2/1/4293738/4293738653.htm>. (дата обращения: 20.01.2021).

5. Инструкция о радиологическом контроле качества кормов. Контрольные уровни содержания радионуклидов цезия-134, -137 и стронция-90 в кормах и кормовых добавках: утв. Главным государственным ветеринарным инспектором РФ 1 декабря 1994 г. № 13–7–2/216 // Библиотека нормативной документации [Электронный ресурс]. URL: <https://files.stroyinf.ru/Data2/1/4293775/4293775952.htm>. (дата обращения: 20.01.2021).

6. Правила бактериологического исследования кормов: утв. Главным управлением ветеринарии Министерства сельского хозяйства СССР 10 июня 1975 г. // Библиотека нормативной документации [Электронный ресурс]. URL: <https://files.stroyinf.ru/Index2/1/4293751/4293751513.htm>. (дата обращения: 20.01.2021).

² ГСО 11268–2019/ГСО 11270–2019 Стандартный образец состава комбикормов (набор КК-1 СО УНИИМ) // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/537354>. Везде даты обращения?

ГСО 9625–2010 Стандартный образец состава комбикорма полнорационного для бройлеров (КПДБ-01) // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/537354>.

Одним из критериев выбора кандидата в СО является его матрица, вещество из которого изготовлен СО. Использование СО с соответствующей матрицей при аттестации и контроле погрешности методики измерения – это единственный способ проконтролировать составляющие погрешности методики измерений, связанные с матричными особенностями анализируемого объекта. Например, погрешности, возникающие на стадии пробоподготовки материала (неполнота разложения пробы, потери при его растворении, улетучивание и др.), или с матричным влиянием при измерениях [5].

Вторым важным критерием при выборе кандидата СО является его аттестованная характеристика, которая бы попадала в установленный диапазон методики измерений [6].

Для метрологического обеспечения работ при оценке качества и безопасности кормов и в рамках Государственной службы стандартных образцов (ГССО) ФГБНУ «ВНИИ агрохимии» разрабатывает и внедряет в лаборатории АПК отраслевые стандартные образцы (ОСО), стандартные образцы утвержденного типа (ГСО) и межгосударственные стандартные образцы (МСО) кормов, аттестованные на показатели качества (азот (сырой протеин), сырой жир, сырая клетчатка, сырая зола (общая зола), зола не растворимая в соляной кислоте, кальций, фосфор, калий, сахар, крахмал) и показатели токсикологического загрязнения (нитраты, цинк, железо, медь, марганец, свинец, кадмий, мышьяк, ртуть) [7, 8].

Материалы и методы

Отбор и подготовка исходного материала стандартного образца

Для создания стандартных образцов кормов были закуплены однородные партии: комбикорма полнорационного для сельскохозяйственной птицы (для

gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/390560

ГСО 7420–97 Стандартный образец состава комбикорма полнорационного для кур (КПДК-01) // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/540186>

ГСО 5816–91 Стандартный образец состава комбикорма типа ВСР-РЖ-81 // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/600536>

ГСО 5815–91 Стандартный образец состава комбикорма типа РКС // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/600537>

ГСО 5814–91 Стандартный образец состава комбикормов типа РЗГК-1 // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/600538>

бройлеров в возрасте от 1 до 4 недель включительно), соответствующего требованиям ГОСТ 18221–2018 «Комбикорма полнорационные для сельскохозяйственной птицы. Общие технические условия», весом 100 кг; шрота подсолнечного, соответствующего ГОСТ 11246–96 «Шрот подсолнечный. Технические условия», весом 150 кг; шрота соевого кормового тостированного, удовлетворяющего требованиям ГОСТ Р 53799–2010 «Шрот соевый кормовой тостированный. Технические условия», весом 110 кг (рис. 1).

Отбор и подготовка проб комбикорма полнорационного для сельскохозяйственной птицы (для бройлеров в возрасте от 1 до 4 недель включительно) проводились в соответствии с требованиями [9], шрота подсолнечного и шрота соевого кормового тостированного (ШСКТ-02) в соответствии с [10]. Особое внимание было уделено требованию на отсутствие плесени, затхлого, гнилостного и других посторонних запахов и зараженности какими-либо вредителями.

Среднюю пробу шрота подсолнечного и соевого предварительно измельчали в ступке или на лабораторной мельнице до прохода через сито с отверстиями диаметром 3 мм.

Для прекращения деятельности ферментов исходный материал комбикорма и шротов подсолнечного и соевого подвергался термической обработке в сушильном шкафу при температуре $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение одного часа. Сушка проводилась в металлических кюветах (размер 25×25 см), в которые засыпалось около 500 г материала.

Далее исходный материал извлекался из сушильного шкафа и после естественного остывания на воздухе пересыпался в чистые просушенные алюминиевые бидоны с плотно закрывающимися крышками.

При последующем хранении партии СО в течение заявленного срока хранения, материал СО необходимо просушивать не реже одного раза в год при температуре $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение одного часа.

Усреднение исходного материала проводилось вручную на полиэтиленовой пленке, расстеленной на полу помещения. Для этого шрот подсолнечный (150 кг) распределялся равномерным слоем на пленке размером 5×5 м. Путем поднятия одной из сторон пленки (за два угла и в середину) усредненный материал перемещался к центру пленки. Таким же образом исходный материал перемещался с другой стороны. Затем аналогичным образом материал перекачивался с двух других сторон и собирался в центре пленки. После этого весь материал заново распределялся ровным слоем на поверхности полиэтиленовой пленки и перекачивался к ее центру. В общей сложности описанная операция повторялась 20 раз.

Расфасовка материала СО проводилась сразу после его усреднения. Для этого пробу массой 100 г брали в виде разовой выемки химическими стаканами с нанесенными на них метками. Отобранные пробы исходного материала помещались в полиэтиленовые пакеты, на которых клеились этикетки с указанием наименования образца, номера и шифра, и запаивались двойным швом с помощью электроприбора «Молния».

Результаты исследований

Исследование однородности материала стандартного образца

Исследование однородности материала СО на аттестуемые показатели проводилась по ГОСТ 8.531-2002 «Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности».

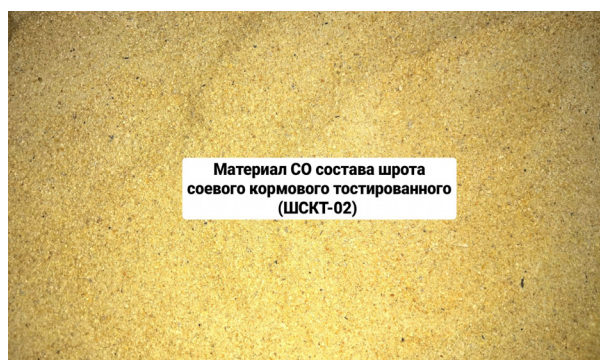


Рис. 1. Материал стандартного образца:

а) ШП – 02 Шрот подсолнечный; б) ШСКТ – 02 Шрот соевый кормовой тостированный

Fig. 1. Reference materials:

а) ShP – 02 Sunflower Meal; б) ShSKT – 02 Toasted soybean feed meal

Исследование однородности материала СО проводилось до начала межлабораторного эксперимента (МЛЭ). Отбор проб для исследования однородности проводился после приготовления материала СО перед его расфасовкой. Результаты исследования однородности компонентов рассчитаны на абсолютно-сухое вещество.

При исследовании однородности материала СО применялись те же методы анализа с той же массой аналитической пробы, что и при проведении межлабораторной аттестации. Анализ каждой пробы проводился в случайной последовательности по всем аттестуемым компонентам.

Исследование однородности материала СО выполняется способом, основанным на многократном измерении содержания аттестуемого компонента в нескольких пробах, отобранных случайным образом от всего материала. Число отбираемых проб (N) определяется по таблице, приведенной в [11], в зависимости от числа измерений (J) и от соотношения:

$$Q = \Delta_{\text{доп.}} / S_{\text{методики измерений}}$$

где: $\Delta_{\text{доп.}}$ – допускаемое значение погрешности аттестованного значения СО;

$S_{\text{методики измерений}}$ – стандартное отклонение повторяемости или промежуточной прецизионности (при различиях по фактору «время»);

$$S_{\text{методики измерений}} \leq \Delta_{\text{доп.}}$$

Анализ проб проводится в 6 параллельных определениях в условиях повторяемости, $J=6$. Расчет коэффициента (Q) и число отбираемых проб для каждого аттестуемого компонента приведены в табл. 1 (на примере шрота подсолнечного).

Из таблицы видно, что число отбираемых проб для каждого аттестуемого компонента – от 13 до 15. Для удобства проведения анализа исследование однородности по всем компонентам проводилось по наибольшему числу отбираемых проб, равному 15.

Таблица 1. Число отбираемых проб для оценивания однородности шрота подсолнечного
Table 1. The number of samples taken to access the uniformity of sunflower meal

Наименование компонента	Единица величины	Допускаемое значение погрешности аттестованного значения СО, $\Delta_{\text{доп.}}$	$S_{\text{методики измерений}}$	$Q = \Delta_{\text{доп.}} / S_{\text{методики измерений}}$	Число отбираемых проб,	Mo/M*
1. Сырой протеин	%	0,56	0,22	2,6	13	1
2. Кальций	%	0,03	0,02	1,5	15	4
3. Фосфор	%	0,08	0,04	2,0	13	4
4. Калий	%	0,05	0,05	1,0	15	4
5. Нитраты	млн ⁻¹	17	12	1,4	15	1
6. Медь	млн ⁻¹	2,3	1,8	1,3	15	1
7. Цинк	млн ⁻¹	6,9	4,7	1,5	15	1
8. Железо	млн ⁻¹	20,6	13,9	1,5	15	1
9. Свинец	млн ⁻¹	0,09	0,07	1,3	15	1
10. Кадмий	млн ⁻¹	0,037	0,030	1,2	15	1
11. Мышьяк	млн ⁻¹	0,003	0,002	1,5	15	1
12. Зола, не растворимая в растворе соляной кислоты с массовой долей 10 %	%	0,02	0,02	1,0	15	1

где Mo/M* – отношение массы отбираемой пробы для исследования однородности к наименьшей представительной пробе для данного компонента.

Математическая модель обработки результатов оценки характеристики однородности материала стандартного образца (на примере шрота подсолнечного) представлена в табл. 2.

Полученные данные об однородности СО шрота подсолнечного обрабатывают по схеме однофакторного дисперсионного анализа:

1. Вычисляют среднее арифметическое значение всех $N \times J$ результатов:

$$\bar{X} = \sum_{n=1}^N \sum_{j=1}^J \frac{X_{nj}}{(N \times J)}, \quad (1)$$

и J результатов для каждой пробы

$$\bar{X}_n = \sum_{j=1}^J \frac{X_{nj}}{J}. \quad (2)$$

2. Вычисляют суммы квадратов отклонений результатов измерений от средних значений для каждой пробы – SS_e :

$$SS_e = \sum_{n=1}^N \sum_{j=1}^J (X_{nj} - \bar{X}_n)^2, \quad (3)$$

и средних арифметических для каждой пробы от среднего арифметического всех результатов – SS_H :

$$SS_H = J \times \sum_{n=1}^N (\bar{X}_n - \bar{X})^2, \quad (4)$$

3. Вычисляют средний квадрат отклонений результатов измерений от средних значений для каждой пробы

$$\bar{SS}_e = \frac{SS_e}{[N \times (J - 1)]}, \quad (5)$$

и между пробами

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

4. Характеристику однородности оценивают по формуле

$$S_H = [(\bar{SS}_H - SS_e) \times (M_0 / M)]^{0.5}, \quad (7)$$

если $SS_H \leq SS_e$, то полагают:

$$S_H = (1/3) \times [\bar{SS}_e \times (M_0 / M)]^{0.5}, \quad (8)$$

Оценка погрешности аттестованного значения СО состава шрота подсолнечного (ШП-02) с учетом погрешности от неоднородности представлена в табл. 3.

Исследования однородности материала СО проводила аккредитованная испытательная лаборатория ФГБУ «Государственный центр агрохимической службы «Московский», аттестат аккредитации № RA.RU.518301.

Статистическая обработка результатов экспериментальной оценки однородности СО состава шрота подсолнечного (ШП-02), шрота соевого кормового тостированного (ШСКТ-02), комбикорма полнорационного для сельскохозяйственной птицы (для бройлеров в возрасте от 1 до 4 недель включительно) (КПДБ-02) показывает, что материал аттестуемых стандартных образцов однороден по всем исследуемым компонентам.

Аттестация стандартных образцов

При установлении аттестованных значений стандартных образцов состава шрота подсолнечного (ШП-02), шрота соевого кормового тостированного (ШСКТ-02), комбикорма полнорационного для сельскохозяйственной птицы (для бройлеров в возрасте от 1 до 4 недель включительно) (КПДБ-02) и характеристик погрешности аттестованного значения использовали метод межлабораторной аттестации стандартных образцов по алгоритму, изложенному в НД [12].

Таблица 2. Форма представления результатов измерений

Table 2. Form of presentation of measurement results

№ пробы	Номер результата, J					
	1	2	3	4	5	6
1.	X_{11}	X_{12}	X_{13}	-----	-----	X_{16}
2.	X_{21}	X_{22}	X_{23}	-----	-----	X_{26}
3.	X_{31}	X_{32}	X_{33}			X_{36}

15.	X_{151}	X_{152}	X_{153}	-----	-----	X_{156}

Таблица 3. Оценивание погрешности аттестованного значения СО шрота подсолнечного ШП-02 с учетом погрешности от неоднородности

Table 3. Estimation of the error of the certified value of reference material for sunflower meal SHP-02 taking into account the error from heterogeneity

Аттестованная характеристика стандартного образца	Единица величины	Аттестованное значение, $\hat{A}$	Погрешность межлабораторной аттестации, $\Delta_{\hat{A}}$	Среднеквадратическое отклонение погрешности от неоднородности, S_n	Погрешность аттестованного значения СО с учетом погрешности от неоднородности, $\Delta_{ат} (D_{ат})$	Допускаемое значение погрешности аттестованного значения СО, $\Delta_{доп.}$
1. Сырой протеин	%	37,53	0,35	0,1001	$\pm 0,40$	0,56
2. Кальций	%	0,44	0,01	0,0103	$\pm 0,02$	0,03
3. Фосфор	%	1,22	0,01	0,0071	$\pm 0,02$	0,08
4. Калий	%	1,63	0,01	0,0030	$\pm 0,01$	0,05
5. Нитраты	млн ⁻¹	370	4	0,8819	± 4	17
6. Медь	млн ⁻¹	33,17	0,19	0,0150	$\pm 0,20$	2,3
7. Цинк	млн ⁻¹	99,0	0,3	0,5273	$\pm 1,1$	6,9
8. Железо	млн ⁻¹	211,3	2,0	0,2766	$\pm 2,1$	20,6
9. Свинец	млн ⁻¹	0,73	0,01	0,0068	$\pm 0,02$	0,09
10. Кадмий	млн ⁻¹	0,316	0,002	0,0012	$\pm 0,003$	0,037
11. Мышьяк	млн ⁻¹	0,022	0,001	0,0005	$\pm 0,001$	0,003
12. Зола, не растворимая в растворе соляной кислоты с массовой долей 10 %	%	0,24	0,01	0,0047	$\pm 0,01$	0,02

Для проведения межлабораторного эксперимента для каждого участника были отобраны пробы массой 200 г, достаточной для проведения испытаний. Пробы материала СО поступили в ИЛ в упакованном виде с наклеенной этикеткой.

Аттестация СО осуществлялась по методикам, представленным в табл. 4.

Прослеживаемость результатов измерений, полученных в рамках межлабораторного эксперимента, к единицам СИ была реализована посредством применения поверенных средств измерений тридцатью компетентными Испытательными лабораториями, аккредитованными на соответствие ГОСТ ИСО/МЭК 17025 [13], при строгом соблюдении процедур

Таблица 4. Перечень аттестуемых характеристик и методов измерений, использованных для аттестационных исследований

Table 4. List of attestation characteristics and measurement methods used for attestation studies

Аттестуемый показатель	Методика измерений	Метод измерения
Сырой протеин	ГОСТ 32044.1–2012 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Определение массовой доли азота и вычисление массовой доли сырого протеина. Часть 1.	Титриметрический
Кальций	ГОСТ 26570–95 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения кальция	Комплексонометрический

Окончание табл. 4
End of Table 4

Аттестуемый показатель	Методика измерений	Метод измерения
Фосфор	ГОСТ 26657–97 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания фосфора. Фотометрический метод определения содержания фосфора	Фотометрический
Калий	ГОСТ 30504–97 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Пламенно – фотометрический метод определения содержания калия	Пламенно-фотометрический
Нитраты	ГОСТ 13496.19–2015 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания нитратов и нитритов. Ионметрический метод определения содержания нитратов	Ионметрический
Медь, свинец, цинк, кадмий	ГОСТ 30692–2000 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Атомно-абсорбционный метод определения содержания свинца, цинка, кадмия, меди	Атомно-абсорбционный
Железо	ГОСТ 27998–88 Корма растительные. Методы определения железа. Атомно-абсорбционный метод определения железа.	Атомно-абсорбционный
Мышьяк	ГОСТ 26930–86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка	Колориметрический
Зола, нерастворимая в растворе соляной кислоты с массовой долей 10%	ГОСТ 13979.6–69 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Методы определения золы. Метод определения массовой доли золы, не растворимой в растворе соляной кислоты с массовой долей 10%	Гравиметрический
Сырая клетчатка	ГОСТ 31675–2012 Корма. Методы определения содержания сырой клетчатки с применением промежуточной фильтрации	Гравиметрический
Сырой жир	ГОСТ 13496.15–2016 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения массовой доли сырого жира	Гравиметрический
Марганец	ГОСТ 27997–88 Корма растительные. Методы определения марганца	Атомно-абсорбционный
Сахар Крахмал	ГОСТ 26176–91 Корма, комбикорма. Методы определения растворимых и легкогидролизуемых углеводов	Фотометрический

измерений к единице «массовой доли», воспроизводимой ГЭТ 176-2019 Государственным первичным эталоном массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрического титрования³, посредством применения при градуировке

³ ГЭТ 176-2019 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии // Фед. информ. фонд

средств измерений стандартных образцов утвержденных типов.

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

по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/1382712>.

СО (табл. 3). Результаты межлабораторного эксперимента СО состава шрота подсолнечного приведены в табл. 5, 6.

Значения аттестованных значений СО шрота соевого кормового тостированного и комбикорма полнорационного для сельскохозяйственной птицы (для

Таблица 5. Результаты межлабораторного эксперимента СО состава шрота подсолнечного (ШП-02)
Table 5. Results of interlaboratory experiment of reference material for the composition of sunflower meal (SHP-02)

№ п/п	Среднее значение компонента								
	Нитраты, млн ⁻¹	Свинец, млн ⁻¹	Кадмий, млн ⁻¹	Мышьяк, млн ⁻¹	Сырой протеин, %	Кальций, %	Фосфор, %	Калий, %	Цинк, млн ⁻¹
1	370	0,73	0,316	0,022	37,51	0,44	1,22	1,63	99,00
2	370	0,73	0,316	0,022	37,40	0,44	1,22	1,63	99,00
3	370	0,73	0,315	0,022	37,30	0,44	1,22	1,63	99,00
4	369	0,73	0,315	0,022	37,30	0,43	1,22	1,63	99,01
5	371	0,73	0,315	0,022	37,30	0,43	1,22	1,63	98,90
6	368	0,73	0,315	0,022	37,10	0,43	1,21	1,63	99,10
7	372	0,73	0,315	0,022	37,10	0,43	1,21	1,62	99,10
8	372	0,74	0,314	0,022	37,06	0,43	1,21	1,62	98,80
9	367	0,74	0,314	0,022	38,00	0,43	1,23	1,62	99,20
10	367	0,74	0,314	0,022	38,00	0,43	1,23	1,62	99,20
11	373	0,74	0,314	0,023	37,00	0,45	1,23	1,62	99,20
12	365	0,74	0,314	0,023	37,00	0,45	1,20	1,62	98,70
13	375	0,74	0,318	0,023	38,06	0,45	1,20	1,62	98,70
14	364	0,74	0,318	0,023	38,12	0,45	1,20	1,62	98,60
15	363	0,74	0,313	0,023	38,12	0,45	1,20	1,62	98,60
16	363	0,74	0,313	0,023	38,19	0,45	1,20	1,64	98,50
17	363	0,72	0,319	0,023	38,20	0,42	1,20	1,64	98,49
18	362	0,72	0,320	0,023	36,84	0,42	1,24	1,64	98,48
19	362	0,72	0,320	0,023	36,82	0,42	1,24	1,64	99,46
20	362	0,72	0,320	0,023	36,82	0,42	1,18	1,61	99,50
21	378	0,72	0,320	0,023	36,80	0,46	1,26	1,61	99,80
22	379	0,75	0,320	0,021	36,80	0,46	1,26	1,61	99,80
23	360	0,75	0,320	0,021	38,30	0,47	1,26	1,65	99,90
24	380	0,71	0,311	0,021	36,70	0,47	1,17	1,60	97,80
25	380	0,76	0,310	0,021	38,43	0,41	1,17	1,60	97,60

Окончание табл. 5
End of Table 5

26	359	0,76	0,310	0,021	36,61	0,41	1,27	1,59	101,00
27	384	0,76	0,310		38,50	0,40	1,28	1,67	96,10
28	384	0,70	0,322		36,50	0,40	1,10	1,68	95,70
29	385	0,69	0,340		38,70	0,49	1,05	1,70	94,50
30	349	0,60	0,284		39,18		0,90	1,76	94,00
Медиана	370	0,73	0,315	0,022	37,30	0,44	1,22	1,63	99,0
MAD0	7	0,01	0,004	0,001	0,69	0,02	0,02	0,01	0,4
Ск	21	0,03	0,012	0,003	2,07	0,06	0,06	0,03	1,2
Аттест. значение $\hat{A}$	370	0,73	0,316	0,022	37,53	0,44	1,22	1,63	99,0
MAD1 (MAD2)	7 MAD1	0,01 MAD2	0,003 MAD2	0,001 MAD1	0,63 MAD1	0,02 MAD2	0,02 MAD2	0,01 MAD2	0,4 MAD2
$S_{\hat{A}}$	10	0,01	0,004	0,002	0,93	0,02	0,03	0,02	0,6
Погреш. межлабор. аттестации $\Delta_{\hat{A}}$	4	0,01	0,002	0,001	0,35	0,01	0,01	0,01	0,3

Таблица 6. Результаты межлабораторного эксперимента СО состава шрота подсолнечного (ШП-02)
Table 6. Results of interlaboratory experiment of reference material for the composition of sunflower meal (SHP-02)

№ п/п	Среднее значение компонента			
	Зола, не растворимая в растворе соляной кислоте, %	Железо, млн ⁻¹	Медь, млн ⁻¹	Цинк, млн ⁻¹
1	0,24	211,2	33,20	99,00
2	0,24	211,0	33,20	99,00
3	0,24	211,0	33,13	99,00
4	0,24	212,0	33,11	99,01
5	0,24	210,3	33,07	98,90
6	0,24	210,0	33,00	99,10
7	0,24	210,0	33,00	99,10
8	0,24	209,7	33,00	98,80
9	0,23	213,0	33,00	99,20
10	0,23	213,3	33,40	99,20

Окончание табл. 6
End of Table 6

11	0,23	209,0	33,40	99,20
12	0,23	214,0	33,40	98,70
13	0,23	208,0	32,90	98,70
14	0,23	208,0	33,50	98,60
15	0,23	216,0	33,50	98,60
16	0,25	206,0	33,50	98,50
17	0,25	204,0	33,50	98,49
18	0,25	219,0	33,50	98,48
19	0,25	220,0	32,82	99,46
20	0,25	220,1	33,60	99,50
21	0,22	220,1	32,70	99,80
22	0,22	202,0	32,60	99,80
23	0,22	221,0	33,80	99,90
24	0,26	201,0	33,80	97,80
25	0,26	200,0	33,80	97,60
26	0,26	226,0	32,40	101,00
27	0,28		32,00	96,10
28	0,32		31,60	95,70
29			31,60	94,50
30			31,20	94,00
Медиана	0,24	211,0	33,12	99,0
MAD0	0,01	4,0	0,38	0,4
Ск	0,03	12,0	1,14	1,2
Аттест. значение $\hat{A}$	0,24	211,3	33,17	99,0
MAD1 (MAD2)	0,01 MAD2	3,3 MAD2	0,33 MAD2	0,4 MAD2
$S_{\hat{A}}$	0,01	4,9	0,49	0,6
Погреш. межлабор. аттестации $\Delta_{\hat{A}}$	0,01	2,0	0,19	0,3

бройлеров в возрасте от 1 до 4 недель включительно) и неопределенность аттестованных значений приведены в табл. 7.

Допускаемое значение погрешности аттестованного значения СО (Δ_d), приведенное в техническом задании, рассчитывалось как $1/3\Delta$ (Δ – погрешность методики измерений). Характеристику погрешности, обусловленной неоднородностью, учитывали при

оценивании погрешности аттестованного значения СО ($\Delta_{ат}$) по формуле:

$$\Delta_{ат} = \sqrt{\Delta_A^2 + 4 \times S_H^2} \quad (9)$$

Оценка стабильности материала СО

Исследование стабильности СО программой испытаний не предусмотрено. Исходя из опыта работы

Таблица 7. Аттестованные значения СО и границы абсолютной погрешности аттестованного значения СО шрота соевого кормового тостированного при доверительной вероятности $P=0,95$

Table 7. Certified values of reference material and limits of absolute error of certified reference material value of toasted soybean meal at a confidence level of $P=0.95$

Наименование аттестованной характеристики, обозначение единицы величины	Аттестованное значение СО ¹ и границы абсолютной погрешности аттестованного значения СО (при $P=0,95$)	
	шрот соевый кормовой тостированный (ШСКТ-02)	комбикорм полнораціонний для сільськогосподарської птиці (бройлерів) КПДБ-02
Массовая доля сырого протеина ² , %	48,1±0,5	24,5±0,4
Массовая доля кальция, %	0,73±0,02	1,12±0,02
Массовая доля фосфора, %	1,04±0,03	0,69±0,01
Массовая доля калия, %	2,56±0,02	1,07±0,01
Массовая доля сырой клетчатки, %	4,12±0,04	4,78±0,07
Массовая доля сырого жира, %	2,74±0,04	7,38±0,11
Массовая доля нитратов, млн ⁻¹	102±4	172±7
Массовая доля меди, млн ⁻¹	33,4±0,3	8,63±0,12
Массовая доля цинка, млн ⁻¹	103,9±1,8	89,0±1,6
Массовая доля железа, млн ⁻¹	203±5	254±6
Массовая доля свинца, млн ⁻¹	0,53±0,01	0,64±0,01
Массовая доля кадмия, млн ⁻¹	0,118±0,002	0,109±0,001
Массовая доля мышьяка, млн ⁻¹	0,030±0,001	0,062±0,001
Массовая доля золы, не растворимой в растворе соляной кислоты с массовой долей 10 %, %	0,21±0,01	0,32±0,01
Массовая доля марганца, млн ⁻¹	147,0±3,2	105,3±2,6
Массовая доля сахара, %	14,44±0,07	9,14±0,03
Массовая доля крахмала, %	3,64±0,03	33,4±0,2

¹ Аттестованное значение рассчитано на материал, высушенный при (105±2) °С в течение 3 часов (на абсолютно-сухое вещество).

² Коэффициент пересчета массовой доли азота на массовую долю сырого протеина равен 6,25.

с материалом данного типа на протяжении длительного времени было установлено, что в течение предполагаемого срока годности (5 лет) состав и структура материала СО не изменяются при соблюдении условий хранения и исключении воздействия агрессивных химических веществ. Использованы результаты исследования стабильности ранее выпущенных ГСО 10055–2011 СО состава шрота подсолнечного (ШП-01)⁴ и ГСО 9625–2010 СО комбикорма полнорационного для бройлеров (КПДБ-01)⁵, материалы которых являются аналогичными по составу и техническим характеристикам материалам разрабатываемых СО. Срок годности ГСО 10055–2011 и ГСО 9625–2010 установлен 5 лет. Срок годности разрабатываемых СО (шрот подсолнечный, шрот соевый кормовой тостированный и комбикорм полнорационный для сельскохозяйственной птицы (бройлеров) также составляет 5 лет.

В период исследований материал СО хранили в защищенном от света месте при температуре $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ в закрытой упаковке в сухом, хорошо проветриваемом помещении, не зараженном вредителями при относительной влажности воздуха не выше 70 %, отдельно от реактивов и создающих вибрацию приборов. Работы со стандартными образцами проводили в помещении при отсутствии паров аммиака с защитой от пыли и загрязнения.

Выводы

В результате исследований были разработаны: ГСО 11612–2020 СО состава шрота подсолнечного (ШП-02), зарегистрированный в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов⁶, срок действия до 07.2025; Отраслевые стандартные образцы шрота соевого кормового тостированного (ШСКТ-02) и комбикорма полнорационного для сельскохозяйственной птицы (бройлеров) (КПДБ-02). Свидетельство на комплект Отраслевых СО утверждено в Министерстве сельского хозяйства Российской

Федерации в 2020 г. (Департамент растениеводства, механизации, химизации и защиты растений).



Рис. 2. ГСО 11612–2020 Стандартный образец состава шрота подсолнечного (ШП-02)

Fig. 2. GSO 11612–2020 Reference materials for sunflower meal (ShP-02)

Стандартные образцы кормов предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений состава шрота подсолнечного и шрота соевого, состава комбикорма полнорационного для сельскохозяйственной птицы (бройлеров), выполняемых по ГОСТ 32044.1–2012 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Определение массовой доли азота и вычисление массовой доли сырого протеина. Часть 1. Метод Кьельдаля, ГОСТ 32045–2012 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания золы, не растворимой в соляной кислоте, ГОСТ 26570–95 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения кальция, ГОСТ 26657–97 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Метод определения содержания фосфора, ГОСТ 30504–97 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Пламенно-фотометрический метод определения содержания калия, ГОСТ 31675–2012 Корма. Методы определения содержания сырой

клетчатки с применением промежуточной фильтрации, ГОСТ 13496.15–2016 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения массовой доли сырого жира, ГОСТ 13496.19–2015 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания нитратов и нитритов, ГОСТ 30692–2000 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Атомно-абсорбционный метод определения содержания меди, свинца, цинка и кадмия, ГОСТ 27998–88 Корма растительные. Методы определения железа, ГОСТ 26930–86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка, ГОСТ 27997–88 Корма растительные. Методы определения марганца, ГОСТ 26176–91 Корма, комбикорма. Методы определения растворимых и легкогидролизуемых углеводов, ГОСТ 26176–91 Корма, комбикорма. Методы определения растворимых и легкогидролизуемых углеводов.

Стандартные образцы состава шрота подсолнечно-го могут быть использованы при установлении и контроле стабильности градуированных (калибровочных) характеристик средств измерений, испытаниях средств измерений и стандартных образцов в целях утверждения типа при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений или программы испытаний в целях утверждения типа.

Благодарности

Авторы выражают благодарность рецензенту статьи за ценные замечания и предложения по тексту статьи.

Вклад соавторов

Ступакова Г. А.: разработка концепции исследования, сбор литературных данных, анализ экспериментальных данных, критический анализ и доработка текста.

Деньгина С. А.: составление технического задания; организация экспериментальных работ по аттестации СО в межлабораторном эксперименте; выполнение вычислений; оформление документов по испытаниям СО в целях утверждения типа.

Игнатъева Е. Э.: организация экспериментальных работ по аттестации СО в межлабораторном эксперименте, получение и обработка экспериментальных данных.

Щиплецова Т. И.: организация экспериментальных работ по аттестации СО в межлабораторном эксперименте, обработка экспериментальных данных.

Митрофанов Д. К.: подготовка растениеводческой продукции, усреднение исходного материала, фасовка, упаковка, организация экспериментальных работ по аттестации СО в межлабораторном эксперименте.

Конфликт интересов

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Давыдова С. А. Кормопроизводство как фактор развития животноводства в современных экономических условиях // Вестник ВНИИМЖ. 2018. № 3(31). С. 139–142.
2. Бастов Д. В. Перспективы развития мирового кормопроизводства // АграрникЪ. 2013. № 10(30). С. 20–22.
3. Основы экспертизы кормов и кормовых добавок // Информационный ресурс agro-archive.ru. [Электронный ресурс]. URL: <https://www.gov.uk/government/publications/living-well-withdementia-strategy> [дата обращения: 20.01.2021].
4. Метрологическое обеспечение лабораторий при агроэкологическом мониторинге / Г. А. Ступакова [и др.] // Стандартные образцы. 2015. № 3. С. 71–79.
5. Налобин Д. П., Осинцева Е. В. Стандартные образцы для оценки безопасности и качества пищевых продуктов и продовольственного сырья // Стандартные образцы. 2008. № 2. С. 16–26.
6. Ступакова Г. А., Лунев М. И., Деньгина С. А. Стандартные образцы в оценке качества и безопасности продукции растениеводства // Международный сельскохозяйственный журнал. 2020. № 3. С. 60–65. <http://dx.doi.org/10.24411/2587-6740-2020-13052>.
7. Деньгина С. А., Ступакова Г. А., Иванова В. М. Стандартные образцы растениеводческой продукции с высоким содержанием токсичных элементов // Плодородие. 2018. № 4(103). С. 59–60.
8. Деятельность ВНИИ агрохимии в рамках Государственной службы стандартных образцов (ГССО) / Г. А. Ступакова [и др.] // Плодородие. 2018. № 2. С. 14–16.
9. ГОСТ 13496.0–2016 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы отбора (переиздание). М.: Стандартинформ, 2020. 13 с.
10. ГОСТ 13979.0–86 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Правила приемки и методы отбора проб. М.: ИПК Издательство стандартов, 2002. 5 с.
11. ГОСТ 8.531-2002 Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности. М.: ИПК Издательство стандартов, 2003. 12 с.
12. ГОСТ 8.532-2002 ГСИ. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержание и порядок проведения работ. Издание официальное. М.: ИПК Издательство стандартов, 2003. 10 с.
13. ГОСТ ISO/IEC 17025–2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий (Переиздание). Издание официальное. М.: Стандартинформ, 2020. 25 с.

REFERENCE

1. Davydova S. A. Food production as a factor of livestock breeding development in the current economical conditions. *Journal of VNIIMZH*. 2018;(3):139–142.
2. Bastov D. V. Perspektivy razvitiia mirovogo kormoproizvodstva [Prospects for the development of world feed production]. *Agrarnik*. 2013;(10):20–22.
3. Osnovy ekspertizy kormov i kormovykh dobavok [Osnovy ekspertizy kormov i kormovykh dobavok]. In: *Informatsionnyi nekommercheskii resurs agro-archive.ru* [Information non-commercial resource agro-archive.ru]. Available from: <https://www.gov.uk/government/publications/living-well-withdementia-strategy> [Accessed 20 January 2021].
4. Stupakova G. A., Ignat'eva E. E., Pankratova K. G., Den'gina S. A., Gromova T. B., Shchelokov V. I. et al. Metrological support of agrochemical laboratories in agroecological monitoring. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2015;(3):71–79. (In Russ.).
5. Nalobin D. P., Osintseva E. V. Methods of establishing traceability of certified values of certified reference materials. *Reference Materials*. 2008;(2):16–26. (In Russ.).
6. Stupakova G. A., Lunev M. I., Dengina S. A. Reference samples for the quality evaluation and safety assessment of plant products. *International agricultural journal*. 2020;(3):60–65. <http://dx.doi.org/10.24411/2587-6740-2020-13052>.
7. Dengina S. A., Stupakova G. A., Ivanova V. M., Ilyushenko I. V. Reference standards of plant products with high content of toxic elements. *Plodorodie*. 2018;(4):59–60.
8. Stupakova G. A., Ignatyeva E. E., Pankratova K. G., Den'gina S. A., Shchelokov V. I., Schipletsova T. I., Mitrofanov D. K. Activity of the pryanishnikov research institute of agricultural chemistry within the state service of certified reference materials. *Plodorodie*. 2018;(2):14–16.
9. GOST 13496.0–2016 Compound feeds, feed raw materials. Methods of sampling. Moscow: Standartinform Publ.; 2020. 13 p.
10. GOST 13979.0–86 Oilcakes, oilmeals and powdered mustard seed cake. Acceptance rules and methods of sampling. Moscow: IPK Izdatel'stvo standartov; 2002. 5 p.
11. GOST 8.531–2002 State system for ensuring the uniformity of measurements. Reference materials of composition of solid and disperse materials. Ways of homogeneity assessment. Moscow: IPK Izdatel'stvo standartov; 2003. 12 p.
12. GOST 8.532–2002 State system for ensuring the uniformity of measurements. Certified reference materials of composition of substances and materials. Interlaboratory metrological certification. Content and order of works. Moscow: IPK Izdatel'stvo standartov; 2003. 10 p.
13. GOST ISO/IEC 17025–2019 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. Moscow: Standartinform Publ.; 2020. 13 p.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Ступакова Галина Алексеевна – канд. биол. наук, заведующая лабораторией метрологического обеспечения агроэкологического мониторинга ФГБНУ «ВНИИ агрохимии». Российская Федерация, 127434, г. Москва, ул. Прянишникова, д. 31а
e-mail: vniiia@list.ru
ORCID: 0000-0002-2846-497

Денгина Светлана Анатольевна – старший научный сотрудник лаборатории метрологического обеспечения агроэкологического мониторинга ФГБНУ «ВНИИ агрохимии». Российская Федерация, 127434, г. Москва, ул. Прянишникова, д. 31а
e-mail: kot9pa_08@mail.ru
ORCID: 0000-0003-2233-8812

Игнатьева Елена Эдуардовна – старший научный сотрудник лаборатории метрологического обеспечения агроэкологического мониторинга ФГБНУ «ВНИИ агрохимии». Российская Федерация, 127434, г. Москва, ул. Прянишникова, д. 31а
e-mail: ignatieva.elena@mail.ru
ORCID: 0000-0002-5585-2302

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Galina A. Stupakova – PhD (Biology), head of the laboratory of metrological support of agroecological monitoring, All-Russian Research Institute of Agrochemistry. 31a Pryanishnikova St., Moscow, 127434, Russian Federation.
e-mail: vniiia@list.ru
ORCID: 0000-0002-2846-497X

Svetlana A. Dengina – senior researcher of the laboratory of metrological support of agroecological monitoring, All-Russian Research Institute of Agrochemistry. 31a Pryanishnikova St., Moscow, 127434, Russian Federation.
e-mail: kot9pa_08@mail.ru
ORCID: 0000-0003-0119-8832

Elena E. Ignatyeva – senior researcher of the laboratory of metrological support of agroecological monitoring, All-Russian Research Institute of Agrochemistry. 31a Pryanishnikova St., Moscow, 127434, Russian Federation.
e-mail: ignatieva.elena@mail.ru
ORCID: 0000-0002-5585-2302

ORCID: 0000-0001-7996-3069

ORCID: 0000-0003-0119-8832

ORCID: 0000-0001-7996-3069

ORCID: 0000-0003-0119-8832

РАЗРАБОТКА КОМПЛЕКСА МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ПИЩЕВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

© А. С. Сергеева¹, Н. Л. Вострикова², М. Ю. Медведевских¹

¹ Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева»

(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), г. Екатеринбург, Россия

Researcher ID: AAE-7942–2021, ORCID: 0000-0001-8347-2633

e-mail: sergeevaas@uniim.ru

² ФГБНУ «Федеральный научный центр пищевых систем им. В. М. Горбатова» Российской академии наук

(ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В. М. Горбатова» РАН), г. Москва, Россия

Поступила в редакцию – 25 февраля 2021 г., после доработки – 12 марта 2021 г.

Принята к публикации – 20 марта 2021 г.

Статья посвящена рассмотрению вклада специалистов лаборатории метрологии влагометрии и стандартных образцов в совершенствование системы метрологического обеспечения пищевой промышленности. В статье обобщены результаты разработки более 40 типов стандартных образцов (СО) состава пищевых продуктов, продовольственного сырья и пищевых добавок в период с 2008 по 2020 г. Разработка каждого нового типа СО включала подготовку материала СО, исследование его стабильности и однородности, установление аттестованного значения с применением Государственных первичного (ГЭТ 173) и вторичного (ГВЭТ 176–1) эталонов, первичных референтных методик измерений (ПРМИ), проведение межлабораторного эксперимента для проверки применимости СО. Создание ГЭТ 173 в 2008 г. сопровождалось разработкой СО состава зерна и сухих молочных продуктов. Утверждение ГВЭТ 176–1 в 2010 г. позволило добавить в СО аттестованное значение массовой доли азота (белка). По результатам успешного участия в сличениях УНИИМ получил 6 строчек калибровочных и измерительных возможностей в базе данных Международного бюро мер и весов по измерению массовой доли азота в глицине, сухом молоке, зерне, яичном порошке, зерновых кашах и кормах. В период 2016–2019 гг. вместе с разработкой ПРМИ массовой доли жира, сырого жира (масличности), золы и углеводов было создано 35 типов СО состава молочных и мясных продуктов, яичного порошка, детского питания, масличных культур и продуктов на их основе, крахмалопродуктов. Кроме того, были разработаны СО состава пищевых добавок (глицин, меламина, цистин) и молочных продуктов для метрологического обеспечения инфракрасных анализаторов, а также СО состава восстановленного молока для контроля результатов измерений методом иммуноферментного анализа. Разработанные СО были систематизированы по областям применения Технических регламентов Таможенного союза и секторам международной модели пищевого треугольника. Разработанные СО позволяют обеспечить единство измерений показателей идентификации и пищевой ценности пищевых продуктов и продовольственного сырья.

Ключевые слова: пищевые продукты, стандартные образцы, эталоны, первичные референтные методики измерений, показатели пищевой ценности, показатели идентификации

Ссылка при цитировании:

Разработка комплекса метрологического обеспечения пищевой промышленности / А. С. Сергеева [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2021. Т. 17. № 1. С. 21–33. <http://dx.doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-1-21-33>.

For citation:

Sergeeva A. S., Vostrikova N. L., Medvedevskikh M. Yu. Development of food industry metrological assurance complex. *Measurement standards. Reference materials*. 2021;17(1): 21–33. <http://dx.doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-1-21-33> (In Russ.).

DEVELOPMENT OF FOOD INDUSTRY METROLOGICAL ASSURANCE COMPLEX

© Anna S. Sergeeva¹, Natalia L. Vostrikova², Maria Yu. Medvedevskikh¹

¹UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology, Ekaterinburg, Russia
Researcher ID: AAE-7942–2021, ORCID: 0000-0001-8347-2633
e-mail: sergeevaas@uniim.ru

²V. M. Gorbatov Federal Research Center for Food Systems of Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia

Received – 25 February, 2021. Revised – 12 March, 2021.

Accepted for publication – 20 March, 2021.

The paper considers the contribution of experts from the Laboratory of Metrology of Moisture Measurement and Reference Materials to the improvement of the food industry metrological assurance system. The information on the results of the development of forty types of reference materials (RM) for the composition of various nutrition, food staples and nutritional supplement in the period 2008–2020 is generalized. The development of each new RM type included preparation of the material, research for its stability and homogeneity, and determination of certified value with the appliance of State primary (GET 173) and secondary (GVET 176–1) standards, as well as primary reference measurement procedures and conducting the interlaboratory experiment for checking the applicability of the RM. The creation in 2008 of GET 173 was accompanied by the development of RMs for the composition of grains and dry milk product. The approval in 2010 of GVET 176–1 allowed to add in the RM the certified value for the mass fraction of nitrogen (protein). As a result of successful participation in comparisons, UNIIM got 6 items of calibration and measurement capabilities on measurements of mass fraction of nitrogen in glycine, milk powder, grain, egg powder, cereal and feed-stuff in the BIPM database. 35 types of RM for the composition of dairy and meat products, egg powder, infant food, oil and starch products together with the development of primary reference measurement procedures for measurement of fat, crude fat, ash and carbohydrates mass fraction were created between 2016 and 2019. Moreover, the RM for the composition of nutritional supplement (glycine, melamine, cystine) and dairy products for metrological assurance of IR-analysers as well as RM for the composition of reconstituted milk were developed for the control of measurement results by the enzyme-linked immunosorbent assay (ELISA). Developed RM were systemized on fields of the appliance of Technical regulations of Customs Union and the sectors of the international food triangle model. These RMs allow providing the measurement uniformity of the identification indicators and the nutritional value of food products and food staples.

Key words: food products, reference material, measurement standard, primary reference measurement procedure, nutrition value indicator, identification indicator

Введение

Информация о показателях пищевой ценности продуктов питания и продовольственного сырья необходима для решения различных задач: планирование производства, технологический контроль, разработка новых продуктов питания, маркировка, установление соответствия продукции требованиям законодательства, разработка рекомендаций по питанию, расчет меню и т. д. К показателям пищевой ценности относятся содержание белков, жиров, углеводов. Для ряда пищевых продуктов и продовольственного сырья

установлены требования по содержанию в них золы. Дополнительным показателем качества пищевых продуктов является содержание воды (влаги) [1]. При измерении перечисленных показателей необходимо использовать методики измерений с установленными показателями точности, при этом должна быть обеспечена метрологическая прослеживаемость к определенной основе для сравнения [2]. Метрологическая прослеживаемость достигается использованием стандартных образцов (СО), аттестованные значения которых установлены с применением Государственных

первичных эталонов и первичных референтных методик измерений (ПРМИ).

Поскольку номенклатура пищевой продукции является очень широкой и невозможно создать СО для каждого продукта, то в начале 1990-х гг. Ассоциация аналитических сообществ (AOAC INTERNATIONAL – Association of Analytical Communities)¹ разработала модель пищевого треугольника [3, 4]. Данная модель позволяет распределить все пищевые продукты на девять секторов в зависимости от содержания белков, жиров и углеводов. Вершины треугольника соответствуют 100 % каждого компонента. Для валидации аналитического метода для большинства продуктов, расположенных в одном секторе, достаточно провести исследования для одной или двух пищевых матриц из этого сектора. Данная модель была принята Национальным институтом стандартов и технологий США (NIST – The National Institute of Standards and Technology)² при разработке СО состава пищевых продуктов и продовольственного сырья [5–8]. В Российской Федерации отсутствовала единая концепция разработки СО. В связи с этим номенклатура имеющихся СО была весьма ограничена как в части матриц, так и аттестованных характеристик. У большинства СО также отсутствовала метрологическая прослеживаемость к Государственным первичным эталонам или ПРМИ.

С целью совершенствования системы метрологического обеспечения пищевой промышленности специалистами лаборатории метрологии влагометрии и стандартных образцов УНИИМ в период с 2008 по 2020 г. было разработано более 40 типов СО состава пищевых продуктов, продовольственного сырья и пищевых добавок. Аттестованные характеристики СО являются прослеживаемыми к Государственным первичным эталонам и ПРМИ. Настоящая статья посвящена рассмотрению результатов разработки СО в УНИИМ в двух аспектах: 1) с учетом требований законодательства Российской Федерации в области обеспечения единства измерений и технического регулирования; 2) в контексте международной модели пищевого треугольника.

Материалы и методы

Поскольку номенклатура пищевой продукции является очень широкой и невозможно создать СО для каждого продукта, то на первом этапе была составлена номенклатура материалов СО [9] в продолжение

перечня, представленного в работе [10]. Во-первых, для каждого из действующих Технических регламентов Таможенного союза³ (ТР ТС) выбирали по несколько стабильных и однородных матриц, представляющих весь круг продукции, на который распространяется ТР ТС (табл. 1).

Во-вторых, выбранные материалы СО были соотнесены с моделью пищевого треугольника [3, 4]. Перечень аттестуемых характеристик (показателей пищевой ценности и идентификации) был выбран с учетом имеющейся эталонной и измерительной базы.

Разработка каждого нового типа СО включала следующие стадии:

- подготовка материала СО (перемешивание, кондиционирование, лиофилизация, выбор фракции);
- исследование долговременной и кратковременной стабильности, однородности материала СО с учетом положений [18];
- установление аттестованного значения с применением Государственных первичного и вторичного эталонов и ПРМИ, оценка стандартной неопределенности аттестованного значения СО от характеристики с учетом положений [19];
- проведение межлабораторного эксперимента для проверки применимости СО.

Для установления аттестованных значений СО на базе УНИИМ были использованы следующие первичный и вторичные эталоны:

- Государственный первичный эталон единиц массовой доли, массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах ГЭТ 173-2017 [20];
- Государственный вторичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе объемного титриметрического метода анализа ГВЭТ 176-1-2010 [21], который, в свою очередь, прослеживается к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019⁴.

³ Действующие Технические регламенты Таможенного союза // Росстандарт [Сайт]. URL: <https://www.rst.gov.ru/portal/gost/home/standarts/technicalregulationses>.

⁴ ГЭТ 176-2019 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/1382712>.

Таблица 1. Выбор номенклатуры стандартного образца
Table 1. Choice of RM nomenclature

Технический регламент	Материал стандартного образца
ТР ТС 015/2011 «О безопасности зерна» [11]	Пшеница, рожь, комбикорм
ТР ТС 021/2011 «О безопасности пищевой продукции» [12]	Яичный порошок, крахмал, шоколад
ТР ТС 024/2011 «Технический регламент на масложировую продукцию» [13]	Арахисовая паста, шрот, жмых
ТР ТС 033/2013 «О безопасности молока и молочной продукции» [14]	Молоко сухое (цельное, обезжиренное), смесь молочная, творог и сметана сублимационной сушки, сыр сухой
ТР ТС 034/2013 «О безопасности мяса» [15]	Мясо говядины, свинины, птицы сублимационной сушки
ТР ТС 027/2012 «О безопасности отдельных видов специализированной пищевой продукции, в том числе диетического лечебного и диетического профилактического питания» [16]	Каша молочная и безмолочная сухая быстрорастворимая для детского питания рисовая, гречневая, кукурузная
ТР ЕАЭС 040/2016 «О безопасности рыбы и рыбной продукции» [17]	Филе минтая сублимационной сушки

Кроме того, для установления аттестованного значения СО были разработаны ПРМИ [22]:

– ПРМИ массовой доли жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье М.241.01/RA.RU.311866/2018⁵;

– ПРМИ массовой доли золы в пищевых продуктах и продовольственном сырье М.241.02/RA.RU.311866/2018⁶ [23];

– ПРМИ массовой доли углеводов в пищевых продуктах и продовольственном сырье⁷;

⁵ Государственная первичная референтная методика измерений массовой доли жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье М.241.01/RA.RU.311866/2018 (ФР. ПР1.31.2019.00001) // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/6/items/595556>

⁶ Государственная первичная референтная методика измерений массовой доли золы в пищевых продуктах и продовольственном сырье М.241.02/RA.RU.311866/2018 (ФР. ПР1.31.2019.00002) // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/6/items/595557>

⁷ Государственная первичная референтная методика измерений массовой доли углеводов в пищевых продуктах и продовольственном сырье (ФР.ПР1.31.2019.00005) // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/6/items/1057023>

– ПРМИ массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе⁸ [24].

Результаты и обсуждения

Первыми разработанными СО для пищевой промышленности стали СО состава зерна, продуктов его переработки и сухих молочных продуктов (табл. 2). Создание СО было выполнено в рамках мероприятий по передаче единиц содержания воды (влаги) от Государственного первичного эталона единиц массовой доли и массовой концентрации влаги в твердых веществах и материалах ГЭТ 173-2008 [25]. ГЭТ 173 был разработан лабораторией в период 2006–2008 гг., далее усовершенствован в 2013 и 2017 г. [20]. При разработке СО был использован накопленный опыт лаборатории по созданию и применению методик измерений влажности, оценке неопределенности результатов измерений, подготовке однородного и стабильного

⁸ Государственная первичная референтная методика измерений массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе (ФР. ПР1.31.2019.00009) // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/6/items/1057069>

материала для межлабораторных сравнительных испытаний и международных сличений [26, 27].

Дальнейшая деятельность лаборатории была направлена на совершенствование ГЭТ 173, разработку и аттестацию методик измерений и оценку применимости СО массовой доли влаги для контроля качества пищевых продуктов [28], а также на создание метрологического обеспечения в области измерений массовой доли азота (белка). В 2010 г. был утвержден Государственный вторичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе объемного титриметрического метода анализа ГВЭТ 176-1-2010 [21]. В рамках исследований по созданию ГВЭТ 176-1-2010 были разработаны ГСО 9734–2010 состава зерна и продуктов его переработки и ГСО 9563–2010 состава молока сухого (табл. 3).

ГСО 9563–2010 был использован при проведении международных сличений под эгидой КОOMET 508/RU/10 (рис. 1). По результатам сличений ГСО 9563–2010 был признан в качестве межгосударственного СО (МСО 1781:2012) и допущен

к применению на территории членов-участников Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации.

Определение массовой доли азота (белка) в ГСО 9563–2010 и ГСО 9734–2010 выполнено с использованием метода Кьельдаля. Данный метод признан в качестве арбитражного рядом международных организаций [29]. Однако он является очень трудоемким и продолжительным по времени. Поэтому испытательные лаборатории все чаще используют экспрессные методы измерений: сжигание по методу Дюма и ИК-спектроскопия [30, 31]. Эти методы требуют построения калибровочных характеристик с использованием чистых веществ. Для метрологического обеспечения экспрессных анализаторов УНИИМ разработал СО состава глицина [32], меламина [33] и цистина (табл. 4).

В последующие годы велись работы по международному признанию измерительных возможностей УНИИМ в области измерений содержания азота. Были проведены ключевые сличения CCQM-K130&P166 по определению массовой доли азота в чистом веществе (глицине) [34], пилотные CCQM-P167 и ключевые

Таблица 2. Стандартные образцы с аттестуемой характеристикой массовой доли влаги

Table 2. RM with certifying characteristic of moisture mass fraction

Наименование СО	Диапазон, %	Погрешность, $\pm \Delta$, %
ГСО 8989–2008 массовой доли влаги зерна 1 разряда	7,0–18,0	0,1
ГСО 8990–2008 массовой доли влаги зерна 2 разряда	7,0–25,0	0,2–0,3
ГСО 9564–2010 массовой доли влаги в продуктах переработки зерна	7,0–16,0	0,2
ГСО 10148–2012 массовой доли влаги в сухих молочных продуктах	2,0–10,0	0,08–0,12

Таблица 3. Стандартные образцы с аттестуемыми характеристиками массовой доли влаги, азота, белка

Table 3. RM with certifying characteristic of mass fraction of moisture, nitrogen (protein)

Наименование СО	Аттестуемые характеристики	Диапазон, %	Погрешность, $\pm \Delta$, %
ГСО 9563–2010 состава молока сухого (АСМ-1) [21]	Массовая доля влаги	2,00–5,00	0,15
	Массовая доля азота*	1,00–7,00	0,03
	Массовая доля белка*	6,0–45,0	0,2
ГСО 9734–2010 состава зерна и продуктов его переработки	Массовая доля влаги	7,0–25,0	0,2–0,3
	Массовая доля азота*	1,00–8,00	0,04–0,06
	Массовая доля белка*	5,00–50,00	0,25–0,35

* значения приведены в пересчете на сухое вещество

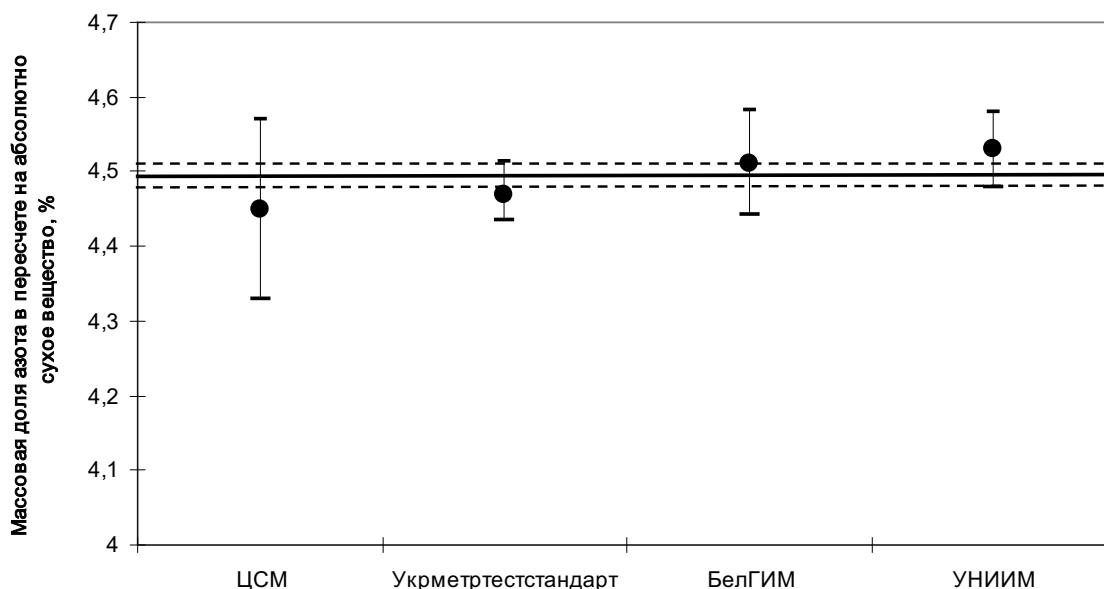


Рис. 1. Результаты сличений COOMET 508/RU/10

Fig. 1. Results of COOMET 508/RU/10 comparisons

Таблица 4. Стандартные образцы состава глицина, меламина и цистина

Table 4. RM for composition of glycine, melamine and cystine

Наименование СО	Аттестуемые характеристики	Диапазон, %	Погрешность, $\pm \Delta$, %
ГСО 10272–2013 состава глицина [32]	Массовая доля азота	18,47–18,66	1,0 отн.
	Массовая доля основного вещества	99,0–100,0	1,0 отн.
ГСО 10825–2016 состава меламина [33]	Массовая доля азота	63,30–66,64	1,5 отн.
	Массовая доля основного вещества	95,0–100,0	1,5 отн.
ГСО 11337–2019 состава цистина	Массовая доля углерода	29,8–30,1	0,3 абс.
	Массовая доля водорода	4,9–5,1	0,2 абс.
	Массовая доля азота	11,5–11,8	0,2 абс.
	Массовая доля серы	26,5–26,8	0,3 абс.

сличения ССQM-K149 по определению массовой доли азота в сухом молоке [35]. Результаты ключевых сличений ССQM-K149 с применением ГСО 9563–2010 представлены на рис. 2. По результатам успешного участия в сличениях УНИИМ получил 6 строчек калибровочных и измерительных возможностей в базе данных Международного бюро мер и весов (BIPM)⁹

⁹ BIPM Bureau International des Poids et Mesures [Сайт]. URL: <https://www.bipm.org>

по измерению массовой доли азота в глицине, сухом молоке, зерне, яичном порошке, зерновых кашах и кормах.

В период 2016–2019 г. лаборатория проводила работы по разработке, утверждению и аттестации ПРМИ для установления операционно-определяемых показателей пищевой ценности: массовой доли жира, сырого жира (масличности), углеводов и золы. С использованием ПРМИ было разработано 35 типов СО состава пищевых продуктов и продовольственного сырья:

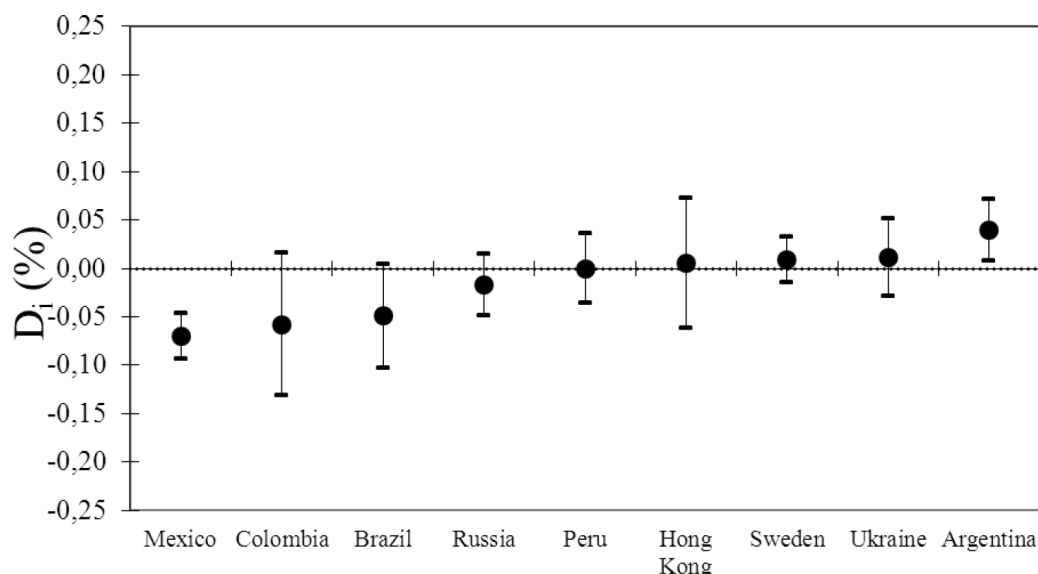


Рис. 2. Результаты сличений CCQM-K149 по определению массовой доли азота в сухом молоке [35]

Fig. 2. Results of CCQM-K149 comparisons on determination of the mass fraction of nitrogen in powdered milk powder [35]

молочных и мясных продуктов, яичного порошка, детского питания, масличных культур и продуктов на их основе, крахмалопродуктов [36]. Хочется отметить, что разработка СО проводилась в тесном сотрудничестве с другими организациями – специалистами в области пищевой промышленности. Так, например, со-разработчиком ГСО 11274–2019/ГСО 11276–2019 состава мясных продуктов сублимационной сушки является ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В. М. Горбатова» РАН (г. Москва) [37]. В качестве примера в табл. 5 приведены метрологические характеристики ГСО 11086–2018/ГСО 11091–2018 состава сухих молочных продуктов (набор АСМ-2 СО УНИИМ) и ГСО 11399–2019 состава молока сухого (АСМ-3 СО УНИИМ).

Применимость ГСО 11086–2018/ГСО 11091–2018 была подтверждена результатами межлабораторных сличительных испытаний по определению показателей качества молока и молочных продуктов МСИ 241-МПЗ. В табл. 6 приведены обобщенные результаты раунда МСИ 241-МПЗ–3, которые демонстрируют применимость СО для контроля точности результатов измерений массовой доли влаги, белка и жира.

В 2020 г. были разработаны СО состава молока и сливок питьевых для метрологического обеспечения экспрессных ИК-анализаторов. Определение аттестованных значений массовых долей сухих веществ, белка, жира и лактозы проведено с применением Государственных эталонов ГЭТ 173-2017, ГВЭТ 176-1-2010 и аттестованных

Таблица 5. Метрологические характеристики ГСО 11086–2018/ГСО 11091–2018 и ГСО 11399–2019
Table 5. Metrological characteristics of GSO 11086–2018/GSO 11091–2018 and GSO 11399–2019

Наименование СО	Аттестуемые характеристики	Диапазон, %	Погрешность, $\pm \Delta$, %
ГСО 11086–2018/ГСО 11091–2018 состава сухих молочных продуктов (набор АСМ-2 СО УНИИМ)	Массовая доля влаги	2,00–10,00	0,08–0,12
	Массовая доля азота*	0,20–11,00	0,03
	Массовая доля белка*	1,2–70,0	0,2
	Массовая доля жира*	0,10–80,00	0,10–0,25
ГСО 11399–2019 состава молока сухого (АСМ-3 СО УНИИМ)	Массовая доля лактозы*	30,0–55,0	5,0
	Массовая доля углеводов*	30,0–70,0	0,4

* значения приведены в пересчете на сухое вещество

Таблица 6. Обобщенные результаты раунда МСИ 241-МПЗ-3/2018 «Определение показателей качества молока и молочных продуктов»

Table 6. Generalized results of interlaboratory comparison tests 241-MP3-3/2018. Determination of milk and dairy products quality data

В процентах

Шифр образца	Определяемый показатель	Процент лабораторий, показавших удовлетворительные результаты	Процент лабораторий, показавших сомнительные результаты	Процент лабораторий, показавших неудовлетворительные результаты
МПЗ(1)	Массовая доля влаги	100	0	0
	Массовая доля белка	84	11	5
	Массовая доля жира	78	18	4
МПЗ(2)	Массовая доля влаги	93	7	0
	Массовая доля белка	90	0	10
	Массовая доля жира	77	0	23

методик измерений, разработанных в ходе расширения области применения ПРМИ (ФР.ПР1.31.2019.00001, ФР.ПР1.31.2019.00005). Дополнительные измерения выполнены в испытательной лаборатории ФГБОУ ВО УрГЭУ (г. Екатеринбург) с применением стандартизованных методик измерений [38].

Новым направлением работы лаборатории является создание метрологического обеспечения для иммуноферментного анализа. Так, в 2018 г. совместно с ООО «ХЕМА» (г. Москва) был разработан ГСО 11168–2018 состава восстановленного

молока (ВМ СО УНИИМ) с аттестованными значениями массовой доли азота и массовой концентрации сухого молока [39].

Таким образом, на сегодняшний день лаборатория метрологии влагометрии и стандартных образцов выпускает более 40 типов СО состава пищевых продуктов, продовольственного сырья и пищевых добавок, необходимых для метрологического обеспечения результатов измерений показателей идентификации пищевой продукции на соответствие требованиям Технических регламентов Таможенного союза (рис. 3).

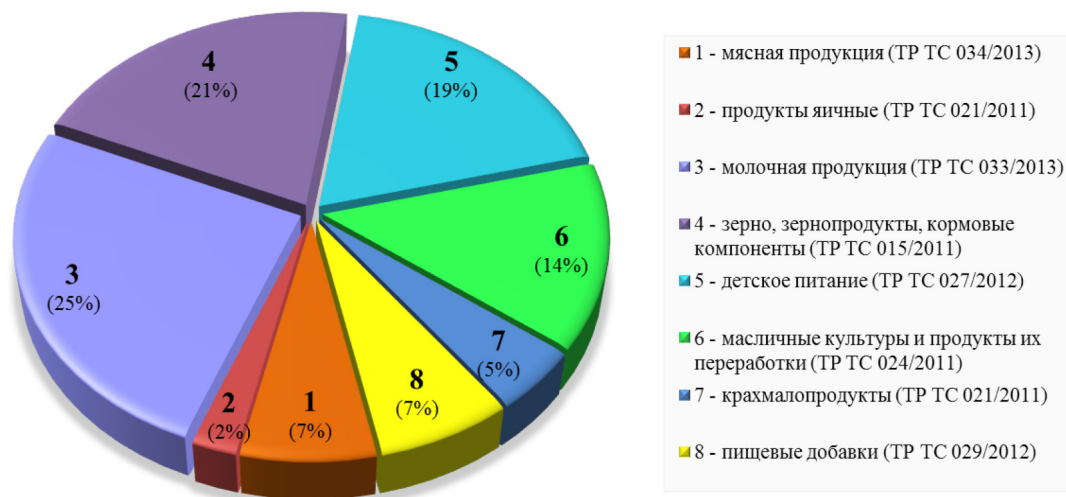


Рис. 3. Распределение выпускаемых СО состава пищевых продуктов в зависимости от объектов ТР ТС

Fig. 3. Distribution of the producing RMs for the composition of food products depending on the objects of the Technical Regulations of the Customs Union

Выпускаемые СО занимают семь из девяти секторов международной модели пищевого треугольника [3, 4] (рис. 4). Следовательно, они могут применяться для валидации аналитических методов для пищевых продуктов и продовольственного сырья, расположенных в этих секторах.

В ближайших планах лаборатории – разработка СО для недостающих секторов пищевого треугольника и групп продукции, указанных в Технических регламентах: СО состава рыбы сублимационной сушки, шоколада, арахиса, соевой муки, сахара. Следующим этапом станет расширение перечня аттестованных характеристик разработанных СО путем включения информации об углеводном, жирно-кислотном и аминокислотном составе.

Заключение

Таким образом, специалистами лаборатории метрологии влагометрии и стандартных образцов УНИИМ в период с 2008 по 2020 г. разработан комплекс для метрологического обеспечения измерений показателей пищевой ценности продуктов питания, который включает государственные эталоны единиц величин (ГЭТ 173-2017; ГВЭТ 176–1–2010), ПРМИ и более 40 типов СО состава пищевых продуктов и продовольственного сырья.

Разработанные СО позволяют обеспечить единство измерений показателей идентификации и пищевой ценности пищевых продуктов и продовольственного

сырья при установлении соответствия продукции требованиям законодательства о техническом регулировании, а также согласованность результатов измерений, полученных на территории Российской Федерации и на международном уровне. С учетом международной модели пищевого треугольника разработанная номенклатура СО позволяет оптимизировать систему метрологического обеспечения пищевой промышленности путем использования ограниченного числа матриц для широкого круга анализируемых объектов.

Вклад соавторов

Сергеева А. С.: определение замысла и методологии статьи, сбор и анализ литературных данных, в том числе на иностранных языках, подготовка первоначального варианта текста статьи, компьютерная работа с текстом, написание текста, доработка текста.

Вострикова Н. Л.: курирование экспериментальных исследований, критический анализ материалов статьи.

Медведевских М. Ю.: концепция и инициирование исследования, определение замысла и методологии статьи, курирование экспериментальных исследований, критический анализ материалов статьи.

Конфликт интересов

Материал статьи подготовлен на основе доклада, представленного на IV Международной

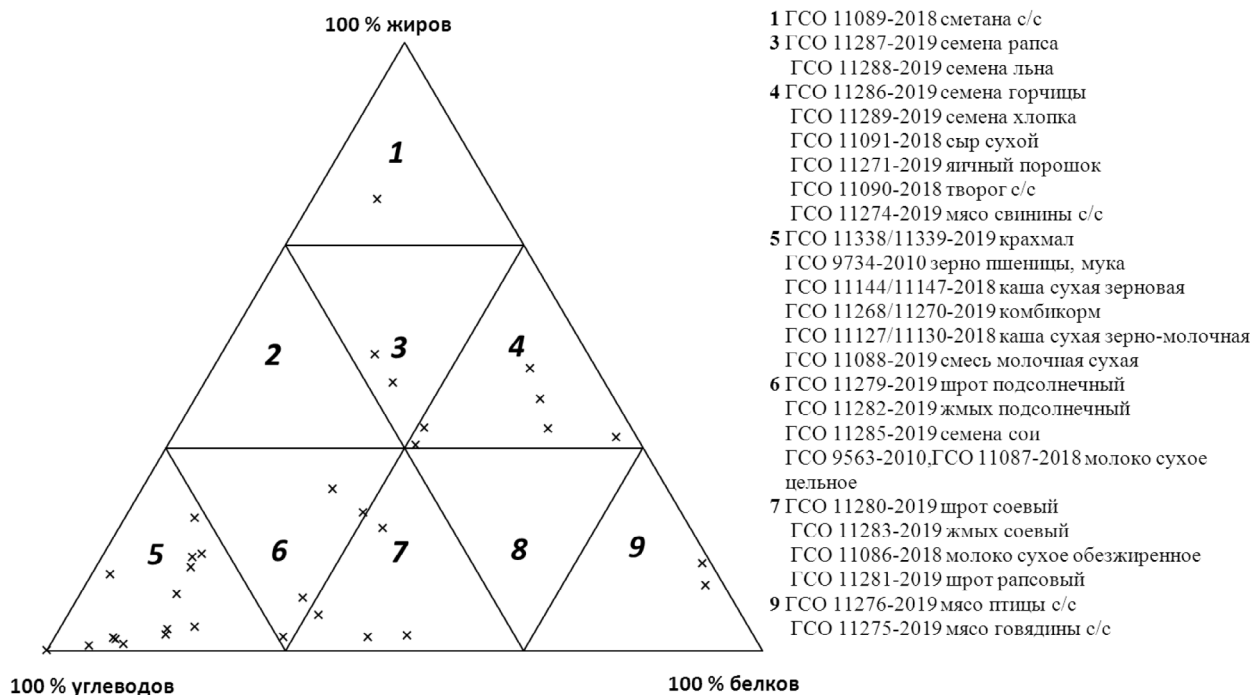


Рис. 4. Распределение выпускаемых СО по секторам пищевого треугольника

Fig. 4. Distribution of the producing RMs divided on the food triangle sectors

научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях» (С.-Петербург, 1–3 декабря 2020 г.). Статья допущена к публикации после доработки тезисов доклада и проведения процедуры рецензирования.

Переводная версия статьи на английском языке планируется к публикации в книге Medvedevskikh S., Sobina E., Kremleva O., Okrepilov M. (eds.). *Reference Materials in Measurement and Technology. RMMT 2020*. Switzerland: Springer, Cham.

ЛИТЕРАТУРА

1. Nielsen S. S. *Food Analysis*. 5th ed. New York: Springer, 2017. 649 p.
2. ISO/IEC 17025:2017 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. Geneva: ISO, 2017.
3. A food matrix organizational system applied to collaborative studies / W. Ikins [et al.] // *The referee AOAC international*. 1993. Vol. 17. № 7. pp. 1–7.
4. Wolf W. R., Andrews K. W. A system for defining reference materials applicable to all food matrices // *Fresenius J Anal Chem*. 1995. Vol. 352. № 1–2. pp. 73–76. <https://doi.org/10.1007/BF00322300>.
5. Recent SRMs for organic and inorganic nutrients in food matrices / K. E. Sharpless [et al.] // *Fresenius journal of analytical chemistry*. 1998. Vol. 360. № 3–4. pp. 456–458. <https://doi.org/10.1007/s002160050738>.
6. Standard reference materials for foods and dietary supplements / K. E. Sharpless [et al.] // *Analytical and Bioanalytical Chemistry*. 2007. Vol. 389. № 1. pp. 171–178. <https://doi.org/10.1007/s00216-007-1315-y>.
7. Phillips M. M., Sharpless K. E., Wise S. A. Standard reference materials for food analysis. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*. 2013. Vol. 405. № 13. pp. 4325–4335. <https://doi.org/10.1007/s00216-013-6890-5>.
8. Wise S. A., Phillips M. M. Evolution of reference materials for the determination of organic nutrients in food and dietary supplements—a critical review // *Analytical and Bioanalytical Chemistry*. 2019. Vol. 411. № 1. pp. 97–127. <https://doi.org/10.1007/s00216-018-1473-0>.
9. О разработке стандартных образцов показателей качества пищевых продуктов / М. Ю. Медведевских [и др.] // Стандартные образцы в измерениях и технологиях: сб. тез. докладов III Междунар. науч. конф., Екатеринбург, 11–14 сентября 2018 г. / Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии [и др.]. Екатеринбург: УНИИМ, 2018. С. 129–131.
10. Запорожец А. С., Парфенова Е. Г., Гущина М. О. Метрологическое обеспечение влагометрии продукции (в рамках требований Технических регламентов таможенного союза) // *Методы оценки соответствия*. 2013. № 9. С. 19–22.
11. TR TC 015/2011 On Safety of Grain: Technical Regulations of the Customs Union // European Commission website. URL: https://ec.europa.eu/food/sites/food/files/safety/docs/ia_eu-ru_sps-req_decision-874_en.pdf. (Accessed 09 February 2021).
12. TR CU 021/2011 On food safety: Technical Regulations of the Customs Union // IFCG Encyclopedia. URL: https://en.cyclopedia.ifcg.ru/wiki/Technical_Regulation_of_the_Customs_Union_021/2011_%22On_food_safety%22. (Accessed 09 February 2021).
13. TR CU 024/2011 On safety of fat-and-oil products: Technical Regulations of the Customs Union // IFCG Encyclopedia. URL: https://en.cyclopedia.ifcg.ru/wiki/Technical_Regulation_of_the_Customs_Union_024/2011_%22On_safety_of_fat-and-oil_products%22. (Accessed 09 February 2021).
14. TR CU 033/2013 On safety of milk and dairy products: Technical Regulations of the Customs Union // IFCG Encyclopedia. URL: https://en.cyclopedia.ifcg.ru/wiki/Technical_Regulation_of_the_Customs_Union_033/2013_%22On_safety_of_milk_and_dairy_products%22. (Accessed 09 February 2021).
15. TR CU 034/2013 On safety of meat and meat products: Technical Regulations of the Customs Union // IFCG Encyclopedia. URL: https://en.cyclopedia.ifcg.ru/wiki/Technical_Regulation_of_the_Customs_Union_034/2013_%22On_safety_of_meat_and_meat_products%22. (Accessed 09 February 2021).
16. TR CU 027/2012 On safety of certain types of specialized food products including the therapeutic and preventive dietary food: Technical Regulations of the Customs Union // European Commission website. URL: https://ec.europa.eu/food/sites/food/files/safety/docs/ia_eu-ru_sps-req_decision-34_annex_en.pdf.
17. TR EAEU 040/2016 On safety of fish and fish products: Technical Regulation of the Eurasian Economic Union // IFCG Encyclopedia. URL: https://en.cyclopedia.ifcg.ru/wiki/Technical_Regulation_of_the_Eurasian_Economic_Union_040/2016_%22On_safety_of_fish_and_fish_products%22. (Accessed 09 February 2021).
18. ISO Guide 35:2017 Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability. Geneva: ISO, 2017.
19. Eurachem/CITAC Guide: Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement / Ellison S. L. R., Williams A. 3th ed. 2012. 141 p. URL: https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/QUAM2012_P1.pdf. (Accessed 09 February 2021).
20. Создание эталонов сравнения для реализации Государственной поверочной схемы средств измерений содержания воды / М. Ю. Медведевских [и др.] // *Измерительная техника*. 2019. № 6. С. 70–80. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2019-6-3-10>.
21. Оценка метрологических характеристик стандартного образца состава молока сухого с использованием первичного и вторичного государственных эталонов / М. П. Крашенинина [и др.] // *Измерительная техника*. 2013. № 9. С. 67–71.
22. Применение первичных референтных методик измерений в сфере обеспечения единства измерений / А. С. Сергеева [и др.] // *Законодательная и прикладная метрология*. 2020. № 5 (167). С. 5–9.

23. Государственная первичная референтная методика измерений массовой доли золы в пищевых продуктах и продовольственном сырье / М. Ю. Медведевских [и др.] // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2019. Т. 85. № 6. С. 70–80. <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2019-85-6-70-80>.
24. Сергеева А. С., Парфенова Е. Г., Голынец О. С. Разработка первичной референтной методики измерений и стандартных образцов массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе // Эталон. Стандартные образцы. 2020. Т. 16. № 3. С. 37–51. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2020-16-3-37-51>.
25. Государственный первичный эталон единиц массовой доли и массовой концентрации влаги в твердых веществах и материалах / В. В. Горшков [и др.] // Измерительная техника. 2010. № 4. С. 24–27.
26. Медведевских С. В., Медведевских М. Ю., Карпов Ю. А. Общие подходы к оценке неопределенности результатов воспроизведения единиц содержания воды в твердых веществах и материалах // Измерительная техника. 2015. № 8. С. 65–70.
27. Medvedevskikh S. V., Medvedevskikh M. Y., Krasheninina M. P. Quality assessment of the preparation of reference materials of moist solid substances // Reference Materials in Measurement and Technology. RMMT 2018. S. V. Medvedevskikh [et al.]. Switzerland: Springer, Cham, 2020. pp. 153–173. https://doi.org/10.1007/978-3-030-32534-3_16.
28. Медведевских М. Ю., Казеннова Н. К., Крашенинина М. П. Аттестация методов измерений и оценка применимости стандартных образцов массовой доли влаги для контроля качества пищевых продуктов в процессе их производства, переработки и хранения // Стандартные образцы. 2013. № 4. С. 40–45.
29. Moore J. C., DeVries J. W., Lipp M., Griffiths J. C., Abernethy D. R. Total protein methods and their potential utility to reduce the risk of food protein adulteration // Comprehensive reviews in food science and food safety. 2010. Vol. 9. № 4. pp. 330–351. <https://doi.org/10.1111/j.1541-4337.2010.00114.x>.
30. Ingle P. D., Christian R., Purohit P., Zarraga V., Handley E., Freely K., Abdo S. Determination of protein content by NIR spectroscopy in protein powder mix products // Journal of AOAC INTERNATIONAL. 2016. Vol. 99. № 2. pp. 360–363. <https://doi.org/10.5740/jaoacint.15-0115>.
31. Protein determination – methods matter / H. K. Maehre [et al.] // Foods. 2018. Vol. 7. № 1. pp. 5. <https://doi.org/10.3390/foods7010005>.
32. Создание стандартного образца состава глицина (СГ СО УНИИМ) / М. П. Крашенинина [и др.] // Стандартные образцы. 2015. № 1. С. 23–33.
33. Крашенинина М. П., Макарова С. Г., Шохина О. С. Разработка высокоточной методики определения азота и основного вещества в меламине методом Кьельдаля // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2017. Т. 83. № 6. С. 64–71.
34. Final report of CCQM-K130 nitrogen mass fraction measurements in glycine / M. Medvedevskikh [et al.] // Metrologia. 2017. Vol. 54. № 1A. 08004. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/54/1A/08004>.
35. Report of CCQM-K149 nitrogen mass fraction measurements in milk powder / M. Medvedevskikh [et al.] // Metrologia. 2019. Vol. 56. № 1A. 08011. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/56/1A/08011>.
36. Медведевских М. Ю., Сергеева А. С. Вопросы обеспечения метрологической прослеживаемости результатов измерений показателей качества пищевых продуктов и продовольственного сырья // Измерительная техника. 2020. № 3. С. 64–70. <https://doi.org/10.32446/0132-4713.2020-3-64-70>.
37. About the development of reference materials of meat and meat product composition / M. Medvedevskikh [et al.] // Journal of physics: conference series. 2019. 1420. 012030. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1420/1/012030>.
38. Стандартные образцы состава молочных продуктов для поверки ИК-анализаторов молока / М. Ю. Медведевских [и др.] // Пищевая промышленность. 2021. № 1. С. 16–19. <https://doi.org/10.24411/0235-2486-2021-10003>.
39. Методики идентификации и контроля качества молока и молочных продуктов: особенности разработки и применения в сфере технического регулирования / М. Ю. Медведевских [и др.] // Законодательная и прикладная метрология. 2020. № 4 (166). С. 13–16.

REFERENCES

1. Nielsen S. S. Food Analysis. 5th ed. New York: Springer; 2017. 649 p.
2. ISO/IEC 17025:2017 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. Geneva: ISO; 2017.
3. Ikins W., De Vries J., Wolf W. R., Oles P., Carpenter D., Fraley N. et al. A food matrix organizational system applied to collaborative studies. The referee AOAC international. 1993;17(7):1–7.
4. Wolf W. R., Andrews K. W. A system for defining reference materials applicable to all food matrices. The referee AOAC international. 1995;352(1–2):73–76. <https://doi.org/10.1007/BF00322300>.
5. Sharpless K. E., Welch M. J., Greenberg R. R., Iyengar G. V., Colbert J. C. Recent SRMs for organic and inorganic nutrients in food matrices. Fresenius journal of analytical chemistry. 1998;360(3–4):456–458. <https://doi.org/10.1007/s002160050738>.
6. Sharpless K. E., Thomas J. B., Christopher S. J., Greenberg R. R., Sander L. C., Schantz M. M. et al. Standard reference materials for foods and dietary supplements. Analytical and Bioanalytical Chemistry. 2007;389(1):171–178. <https://doi.org/10.1007/s00216-007-1315-y>.
7. Phillips M. M., Sharpless K. E., Wise S. A. Standard reference materials for food analysis. Analytical and Bioanalytical Chemistry. 2013;405(13):4325–4335. <https://doi.org/10.1007/s00216-013-6890-5>.

8. Wise S. A., Phillips M. M. Evolution of reference materials for the determination of organic nutrients in food and dietary supplements—a critical review. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*. 2019;411(1):97–127. <https://doi.org/10.1007/s00216-018-1473-0>.
9. Medvedevskikh M. Y., Krasheninina M. P., Sergeeva A. S., Nikonova N. A. On the development of reference materials of food quality indicators. In: *Reference materials in measurement and technology: Conference abstracts III International scientific conference*, 11–14 September 2018. Yekaterinburg, Russia. Yekaterinburg: UNIM; 2018. p.129–131. (in Russ.).
10. Zaporozhets A. S., Parfenova E. G., Gushchina M. O. Metrological support of product moisture measurement (within the framework of the requirements of Customs Union Technical Regulations). *Conformity assessment methods*. 2013;9:19–22. (In Russ.).
11. TR CU 015/2011 On safety of grain: Technical Regulations of the Customs Union. Available from: https://ec.europa.eu/food/sites/food/files/safety/docs/ia_eu-ru_sps-req_decision-874_en.pdf. (Accessed 09 February 2021).
12. TR CU 021/2011 On food safety: Technical Regulations of the Customs Union. Available from: https://en.cyclopedia.ifcg.ru/wiki/Technical_Regulation_of_the_Customs_Union_021/2011_%22On_food_safety%22. (Accessed 09 February 2021).
13. TR CU 024/2011 On safety of fat-and-oil products: Technical Regulations of the Customs Union. Available from: https://en.cyclopedia.ifcg.ru/wiki/Technical_Regulation_of_the_Customs_Union_024/2011_%22On_safety_of_fat-and-oil_products%22. (Accessed 09 February 2021).
14. TR CU 033/2013 On safety of milk and dairy products: Technical Regulations of the Customs Union. Available from: https://en.cyclopedia.ifcg.ru/wiki/Technical_Regulation_of_the_Customs_Union_033/2013_%22On_safety_of_milk_and_dairy_products%22. (Accessed 09 February 2021).
15. TR CU 034/2013 On safety of meat and meat products: Technical Regulations of the Customs Union. Available from: https://en.cyclopedia.ifcg.ru/wiki/Technical_Regulation_of_the_Customs_Union_034/2013_%22On_safety_of_meat_and_meat_products%22. (Accessed 09 February 2021).
16. TR CU 027/2012 On safety of certain types of specialized food products including the therapeutic and preventive dietary food: Technical Regulations of the Customs Union. Available from: https://ec.europa.eu/food/sites/food/files/safety/docs/ia_eu-ru_sps-req_decision-34_annex_en.pdf. (Accessed 09 February 2021).
17. TR EAEU 040/2016 On safety of fish and fish products: Technical Regulation of the Eurasian Economic Union. Available from: https://en.cyclopedia.ifcg.ru/wiki/Technical_Regulation_of_the_Eurasian_Economic_Union_040/2016_%22On_safety_of_fish_and_fish_products%22. (Accessed 09 February 2021).
18. ISO Guide 35:2017 Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability. Geneva: ISO; 2017.
19. Ellison S. L. R., Williams A. (eds.). *Eurachem/CITAC guide: Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*. 3th ed. 2012. Available from: https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/QUAM2012_P1.pdf. (Accessed 09 February 2021).
20. Medvedevskikh M. Y., Sergeeva A. S., Krasheninina M. P., Shokhina O. S. Creating reference standards for the implementation of the State verification scheme for water content measurement. *Measurement Techniques*. 2019;62(6):475–483. <https://doi.org/10.1007/s11018-019-01649-3>.
21. Krasheninina M. P., Medvedevskikh M. Yu., Medvedevskikh S. V., Sobina E. P., Neudachina L. K. An estimate of the metrological characteristics of a standard sample of the composition of dried whole milk using primary and secondary state standards. *Measurement Techniques*. 2013;56(9):1076–1082. <https://doi.org/10.1007/s11018-013-0333-8>.
22. Sergeeva A. S., Medvedevskikh M. Y., Studenok V. V., Parfenova E. G. Use of primary reference measurement techniques in the field of assurance of measurement uniformity. *Zakonodatel'naya i prikladnaya metrologiya = Legal and Applied Metrology*. 2020;5(167):5–9. (In Russ.).
23. Medvedevskikh M. Yu., Sergeeva A. S., Krasheninina M. P., Shokhina O. S. State primary reference procedure for the measurement of ash mass fraction in food, foodstuff and alimentary raw materials. *Industrial laboratory. Diagnostics of materials*. 2019;85(6):70–80. (In Russ.). <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2019-85-6-70-80>.
24. Sergeeva A. S., Parfenova E. G., Golynets O. S. Development of primary reference measurement procedure and reference materials for mass fraction of crude fat (oil content) in oilseeds and other products on their base. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2020;16(3):37–51. (In Russ.) <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2020-16-3-37-51>.
25. Gorshkov V. V., Koryakov V. I., Medvedevskikh M. Yu., Medvedevskikh S. V. State primary standard of unit of mass fraction and unit of mass concentration of moisture in solid substances and solid fabricated materials. *Measurement Techniques*. 2010;53(4):386–390. <https://doi.org/10.1007/s11018-010-9515-9>.
26. Medvedevskikh S. V., Medvedevskikh M. Y., Karpov Y. A. General approaches to the estimation of uncertainty in the results of reproducing units of water content in solids and materials. *Measurement Techniques*. 2015;58(8):926–933. <https://doi.org/10.1007/s11018-015-0819-7>.
27. Medvedevskikh S. V., Medvedevskikh M. Y., Krasheninina M. P. Quality assessment of the preparation of reference materials of moist solid substances. In: *Medvedevskikh S., Kremleva O., Vasil'eva I., Sobina E. (eds.). Reference Materials in Measurement and Technology. RMMT 2018*. Switzerland: Springer, Cham; 2020. p. 153–173. https://doi.org/10.1007/978-3-030-32534-3_16.
28. Medvedevskikh M. Yu., Kazennova N. K., Krasheninina M. P. Certification of measurement procedures and applicability evaluation of reference materials of moisture mass fraction for quality control of food products in the course of their production, processing and storage. *Reference Materials*. 2013;4:40–45. (In Russ.).

29. Moore J. C., DeVries J. W., Lipp M., Griffiths J. C., Abernethy D. R. Total protein methods and their potential utility to reduce the risk of food protein adulteration. *Comprehensive reviews in Food Science and Food Safety*. 2010;9(4):330–351. <https://doi.org/10.1111/j.1541-4337.2010.00114.x>.
30. Ingle P. D., Christian R., Purohit P., Zarraga V., Handley E., Freel K., Abdo S. Determination of protein content by NIR spectroscopy in protein powder mix products. *Journal of AOAC INTERNATIONAL*. 2016;99(2):360–363. <https://doi.org/10.5740/jaoacint.15-0115>.
31. Maehre H. K., Dalheim L., Edvinsen S. K., Elvevoll E. O., Jensen I.-J. Protein determination – methods matter. *Foods*. 2018;7(1):5. <https://doi.org/10.3390/foods7010005>.
32. Krasheninina M. P., Neudachina L. K., Sergeeva A. S., Sobina E. P. Creation of certified reference material based on glycine. *Reference materials*. 2015;(1):23–33. (In Russ.)
33. Krasheninina M. P., Makarova S. G., Shokhina O. S. Development of high-precision method for determination of nitrogen and basic substance in melamine by the Kjeldahl method. *Industrial laboratory. Diagnostics of materials*. 2017;83(6):64–71. (In Russ.).
34. Medvedevskikh M., Krasheninina M., Rego E. C. P. D., Wollinger W., Monteiro T. M., Carvalho L. J. D. et al. Final report of CCQM-K130 nitrogen mass fraction measurements in glycine. *Metrologia*. 2017;54(1A):08004. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/54/1A/08004>.
35. Medvedevskikh M., Krasheninina M., Cárdenas I. A. G., Erazo L. V. M., Forigua D. A. A. et al. Report of CCQM-K149 nitrogen mass fraction measurements in milk powder. *Metrologia*. 2019;56(1A):08011. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/56/1A/08011>.
36. Medvedevskikh M. Yu., Sergeeva A. S. Problems of ensuring metrological traceability of measurement results of indicators of quality for food products and food raw materials. *Measurement Techniques*. 2020;3:64–70. (In Russ.). <https://doi.org/10.32446/0132-4713.2020-3-64-70>.
37. Medvedevskikh M. Yu., Sergeeva A. S., Krasheninina M. P., Vostrikova N. L., Semenova A. A., Kuznetsova O. A. About the development of reference materials of meat and meat product composition. *Journal of Physics: Conference Series*. 2019;1420:012030. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1420/1/012030>.
38. Medvedevskikh M. Yu., Sergeeva A. S., Kasilyunas A. V., Shatskikh E. V., Kolberg N. A. Certified reference materials of dairy products composition for IR milk analyzers verification. *Food Industry*. 2021;1:16–19. (In Russ.). <https://doi.org/10.24411/0235-2486-2021-10003>.
39. Medvedevskikh M. Yu., Medvedevskikh S. V., Sergeeva A. S., Petukhov P. A. Methods of identification and quality control of milk and dairy products: development and application in the field of technical regulation. *Zakonodatel'naya i prikladnaya metrologiya = Legal and Applied Metrology*. 2020;4(166):13–16. (In Russ.).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Сергеева Анна Сергеевна – канд. хим. наук, старший научный сотрудник лаборатории метрологии влагометрии и стандартных образцов УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

620075, Россия, г. Екатеринбург,
ул. Красноармейская, д. 4
e-mail: sergeevaas@uniim.ru
Researcher ID: AAE-7942–2021
ORCID: 0000-0001-8347-2633

Вострикова Наталья Леонидовна – д. техн. наук, руководитель научно-исследовательского испытательного центра ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В. М. Горбатова» РАН

109316, Россия, г. Москва,
ул. Талалихина, д. 26
e-mail: n.vostrikova@fncps.ru
Researcher ID: D-3058–2014
ORCID: 0000-0002-9395-705X

Медведевских Мария Юрьевна – канд. техн. наук, заведующий лабораторией метрологии влагометрии и стандартных образцов УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

620075, Россия, г. Екатеринбург,
ул. Красноармейская, д. 4
Тел: (343) 350-60-63
e-mail: lab241@uniim.ru
Researcher ID: G-6171–2017

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Anna S. Sergeeva – PhD (Chem.), senior researcher, laboratory for metrological support of moisture measurement and reference materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology.

4 Krasnoarmeyskaya str., Ekaterinburg,
620075, Russia
e-mail: sergeevaas@uniim.ru
Researcher ID: AAE-7942–2021
ORCID: 0000-0001-8347-2633

Natalia L. Vostrikova – D. Sc. (Eng.), head of the research and development center V. M. Gorbатов Federal Research Center for Food Systems of Russian Academy of Sciences.

26 Talalikhina str., Moscow,
109316, Russia
e-mail: n.vostrikova@fncps.ru
Researcher ID: D-3058–2014
ORCID: 0000-0002-9395-705X

Mary Yu. Medvedevskikh – PhD (Eng.), head of laboratory for metrological support of moisture measurement and reference materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology.

4 Krasnoarmeyskaya str., Ekaterinburg,
620075, Russian Federation
e-mail: lab241@uniim.ru
Researcher ID: G-6171–2017

ПРИМЕНЕНИЕ СИСТЕМЫ ЛИОФИЛЬНОЙ СУШКИ ДЛЯ ПОДГОТОВКИ МАТЕРИАЛА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

© М. Ю. Медведевских¹, Н. Л. Вострикова², А. С. Сергеева¹, В. В. Студенок¹

¹Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева»

(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), г. Екатеринбург, Россия

Researcher ID: G-6171-2017, e-mail: lab241@uniim.ru

²ФГБНУ «Федеральный научный центр пищевых систем им. В. М. Горбатова» Российской Академии Наук

(ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В. М. Горбатова» РАН), г. Москва, Россия

Поступила в редакцию – 19 февраля 2021 г., после доработки – 03 марта 2021 г.

Принята к публикации – 20 марта 2021 г.

Статья посвящена применению системы лиофильной сушки для подготовки материала стандартных образцов (СО) состава пищевых продуктов. Целью исследования являлась разработка методики лиофильной сушки для приготовления материала СО состава мяса птицы с аттестованными значениями массовой доли влаги, азота (белка) и жира.

В качестве исходного материала для приготовления СО использовали мясо птицы: белое (грудка, образец 1) и красное (бедро, образец 2). Процедура приготовления СО включала измельчение, варку, замораживание и лиофильную сушку. Исследование однородности материала выполняли с помощью эталонной установки воздушно-тепловой сушки из состава Государственного первичного эталона ГЭТ 173-2017. Измерение массовой доли азота (белка) осуществляли на Государственном вторичном эталоне ГВЭТ 176-1-2010. Измерения массовой доли жира проводили в соответствии с Государственной первичной референтной методикой измерений.

Общее время лиофильной сушки для образцов № 1 и № 2 составило 19 и 28 часов соответственно. Общая потеря массы образца № 1 – около 63 %, образца № 2 – около 65 %. Разница в значениях массовой доли влаги материала, высушенного на разных полках сублимационной сушилки, являлась статистически значимой, т. е. материал был неоднородным. Для получения однородного материала проводили дополнительную процедуру гомогенизации: измельчение на лабораторной мельнице, просеивание через сито, тщательное перемешивание и кондиционирование. Аттестованные значения массовой доли влаги, азота, белка, жира для образца № 1 составили 4,5 %, 14,74 %, 92,1 %, 7,9 % соответственно, для образца № 2 – 6,3 %, 12,21 %, 76,3 %, 23,8 %. Разработана методика лиофильной сушки для производства СО состава мяса птицы вареного сублимационной сушки. Применение системы лиофильной сушки позволило обеспечить срок годности СО, равный 6 месяцам, при температуре окружающего воздуха (7±3) °С и относительной влажности не более 60 %. По результатам испытаний СО состава мяса птицы вареного сублимационной сушки внесен в реестр утвержденных типов под номером ГСО 11276–2019.

Ссылка при цитировании:

Применение системы лиофильной сушки для подготовки материала стандартных образцов состава пищевых продуктов / М. Ю. Медведевских [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2021. Т. 17. № 1. С. 35–45. <http://dx.doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-1-35-45>

For citation:

Medvedevskikh M. Yu., Vostrikova N. L., Sergeeva A. S., Studenok V. V. Application of the lyophilization system for preparation of reference materials for composition of nutrition products. *Measurement standards. Reference materials*. 2021;17(1): 35–45. <http://dx.doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-1-35-45> (In Russ.).

Ключевые слова: пищевые продукты, стандартные образцы, эталоны, первичные референтные методики измерений, лиофильная сушка, сублимационная сушка, показатели пищевой ценности

DOI: 10.20915/2687-0886-2021-17-1-35-45

APPLICATION OF THE LYOPHILIZATION SYSTEM FOR PREPARATION OF REFERENCE MATERIALS FOR COMPOSITION OF NUTRITION PRODUCTS

© Maria Y. Medvedevskikh¹, Natalia L. Vostrikova², Anna S. Sergeeva¹, Valeriya V. Studenok¹

¹UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology, Ekaterinburg, Russia
Researcher ID: G-6171–2017, e-mail: lab241@uniim.ru

²V. M. Gorbатов Federal Research Center for Food Systems of Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia

Received – 19 February, 2021. Revised – 03 March, 2021.

Accepted for publication – 20 March, 2021.

The article presents the application of the lyophilization system for preparation of reference materials (RM) for composition of nutritive products samples. The purpose of the research was the development of lyophilization procedure of RM for composition of poultry meat samples preparation with certified values of mass fraction of moisture, nitrogen (protein) and fat.

The poultry meat of two types was used as the primary material for RM for poultry meat composition preparation – 1) white meat (chicken breast); 2) red meat (chicken thigh). The procedure included pounding, boiling, freezing and lyophilisation (syn. freeze drying). The researches for homogeneity were implemented with hot air dryer standard system from the State primary standard GET 173-2017. Measurement of nitrogen (protein) mass fraction was performed on State secondary standard GVET 176-1-2010. Measurements of fat mass fraction were performed with accordance to State Primary Reference Measurement Procedure.

The total time of lyophilization process for samples № 1 and № 2 was 19 and 28 hours, respectively. The total mass loss for sample № 1 was about 63 %, for sample № 2 was about 65 %. The difference in material moisture mass fraction values of materials dried on different trays of freeze dryer was statistically significant, i. e., material was non-homogeneous. To obtain a homogeneous material, an additional homogenization procedure was performed: grinding in a laboratory mill, sieving through a sieve, thorough mixing and conditioning. The certified values of moisture, nitrogen, protein, fat mass fraction for the sample № 1 were accordingly 4,5 %, 14,74 %, 92,1 %, 7,9 %. The same values in the same sequence were 6,3 %, 12,21 %, 76,3 %, 23,8 %.

The procedure of lyophilisation was developed for production of reference materials for composition of boiled and freeze-dried poultry meat. The usage of this lyophilisation system allowed to ensure a RM expiration date of six months at ambient temperature of (7±3) °C and relative humidity no more than 60 %. The Reference Materials for composition of boiled and freeze-dried poultry meat was added into Register of certified RMs under № GSO 11276–2019 by the results.

Key words: nutritive products, reference materials, standards, primary reference measurement procedures, lyophilisation, freeze drying, nutritive values

Введение

В соответствии с Руководством ISO Guide 35 [1] вода является основной мешающей примесью при разработке стандартных образцов (далее – СО). Повышенное содержание воды приводит к увеличению неоднородности материала СО и снижает срок его годности.

Поэтому при создании СО необходимо минимизировать содержание воды. Это особенно актуально при разработке СО состава пищевых продуктов, поскольку массовая доля воды в исходных материалах может достигать 80 % и более. При этом важно не только удалить избыточную воду, но и сохранить структурную

целостность продукта, его белковый состав, содержание микро- и макроэлементов. Данную задачу позволяет решить применение лиофильной (сублимационной) сушки.

Леофильная сушка – это способ сушки веществ, при котором перед высушиванием вещество в жидком или твердом агрегатном состоянии подвергается глубокой заморозке (температура от минус 25 °С до минус 105 °С), а потом помещается в камеру, в которой под действием вакуума и низкой температуры происходит удаление замороженного растворителя (возгонка), т. е. растворитель переходит в газообразное состояние из твердого, минуя жидкое. Это позволяет получать сухие ткани, препараты, продукты и т. п. без потери их структурной целостности и биологической активности, достигать высокой однородности, значительно увеличивать сроки хранения [2].

Леофильную сушку широко используют для производства СО состава пищевого сырья и продуктов питания. При этом решаются две задачи. Во-первых, повышение стабильности и увеличение сроков годности СО, например, при производстве СО состава сока [3, 4], мясных продуктов [5]. Во-вторых, применение леофильной сушки позволяет вводить в процессе приготовления в состав СО дополнительные компоненты: витамины, тяжелые металлы, микотоксины, полициклические ароматические углеводороды (ПАУ), пестициды, антибиотики и т. д. [6–12]. Однако до настоящего времени в Российской Федерации данный способ приготовления материала СО не применялся.

В связи с этим актуальным является разработка методик леофильной сушки для производства однородных и стабильных СО состава пищевых продуктов. Настоящая работа посвящена применению системы леофильной сушки для подготовки материала СО состава

пищевых продуктов на примере СО состава мяса птицы с аттестованными значениями массовой доли влаги, азота (белка) и жира.

Материалы и методы

В качестве исходного материала для приготовления СО использовали мясо птицы: белое (грудка, образец 1) и красное (бедро, образец 2). Для проведения леофилизации применяли морозильную камеру LCexv 4010–23B-001 производства фирмы «Liebherr» (Австрия) и сублимационную сушилку Scientz-10ND производства фирмы Scientz (Китай). Сушилка Scientz-10ND имеет три полки для сушки (1 – верхняя, 2 – средняя, 3 – нижняя) на разном расстоянии от основного устройства, условия высушивания которых могут варьироваться. Основные технические параметры испытательного оборудования, используемого для леофилизации, приведены в табл. 1.

Перед проведением процедуры леофилизации образцы мяса отваривали в течение 1 часа, освобождали от костей, разрезали на кусочки размером сторон не более 5 мм. Измельченное мясо распределяли тонким слоем в три лотка из комплекта сублимационной сушилки Scientz-10ND. Лотки с мясом помещали в морозильную камеру LCexv 4010–23B-001 при температуре минус 25 °С. На каждой стадии подготовки проводили взвешивание получаемого материала. Процесс леофильной сушки проводили в несколько этапов (три или четыре в зависимости от массы исходного материала и начального содержания влаги). Каждый этап включал в себя предварительное замораживание в морозильной камере в течение не менее 12 часов и последующую леофильную сушку. После первого этапа выполняли измельчение материала на лабораторной мельнице «Вьюга» производства фирмы ООО «ЭКАН» (Россия)

Таблица 1. Основные технические параметры оборудования для леофилизации

Table 1. Main technical parameters of lyophilization equipment

Испытательное оборудование	Параметр	Значение
Scientz-10ND	Температура конденсатора	до -55 °С (без загрузки)
	Предельное остаточное давление	до 10 кПа (без загрузки)
	Производительность	3 кг/24 часа
LCexv 4010–23B-001	Диапазон рабочих температур	(7...–30) °С
	Нестабильность поддержания температуры	±0,6 °С
	Отклонение температуры от заданной при –25 °С	+1,5 °С

в течение 60 с при скорости вращения 12 500 об/мин и повторное размещение измельченного материала в лотках для сушки. При проведении лиофильной сушки в лоток с исследуемым материалом помещали термопару, которая позволяла отслеживать его температуру. За окончание процесса лиофильной сушки принимали время достижения образцом температуры около 20 °С. После последнего этапа лиофилизированное мясо растирали пестиком в ступке, просеивали через сито с номинальными размерами ячеек 500 мкм, тщательно перемешивали, помещали в герметично закрытый контейнер и выдерживали в термостате при температуре (7±3) °С в течение 24 ч.

Измерения массовой доли влаги в высушенном материале осуществляли с применением эталонной установки воздушно-тепловой сушки из состава Государственного первичного эталона единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах ГЭТ 173-2017 [13]. Измерения массовой доли азота (белка) выполняли методом Кельдаля на Государственном вторичном эталоне единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе объемного титриметрического метода анализа ГВЭТ 176-1-2010 [14]. Измерения массовой доли жира проводили в соответствии с Государственной первичной референтной методикой измерений (ПРМИ) массовой доли жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье¹.

¹ Государственная первичная референтная методика измерений массовой доли жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье М.241.01/RA.RU.311866/2018 (ФР. ПР1.31.2019.00001) // Федер. информац. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/6/items/595556>

Результаты и обсуждения

Исследование процесса лиофильной сушки при приготовлении материала стандартных образцов

На каждом этапе приготовления материала СО происходило уменьшение его массы (табл. 2). Как видно из табл. 2, убыль массы в процессе варки для образца № 1 составила около 40 %, для образца № 2 – около 60 %.

В процессе лиофильной сушки наблюдалось изменение температуры образцов. Особенностью анализа является размещение охлажденного образца (из морозильной камеры) на лотках из комплекта сублимационной сушилки Scientz-10ND, имеющих комнатную температуру. При этом датчик термометра помещали в слой образца, размещенного непосредственно на поверхности лотка. В связи с этим на границе материала образца и лотка в начале эксперимента наблюдался максимальный градиент температур. В течение анализа температуры лотка и образца выравнивались. Далее по тексту эта температура идентифицирует температуру образца. На рис. 1 представлено изменение температуры образца № 2 (бедро куриное) на каждом этапе лиофильной сушки.

За окончание процесса лиофильной сушки принимали время достижения образцом температуры около 20 °С. Дальнейшее повышение температуры будет приводить к разрушению материала и выходу отличных от воды компонентов. Общее время лиофильной сушки для образцов № 1 и № 2 составило 19 и 28 часов соответственно.

Процесс лиофильной сушки сопровождался значительными потерями массы образцов. Результаты расчета потери массы образцов № 1 и № 2 для каждой полки в процессе лиофильной сушки представлены соответственно в табл. 3 и 4.

Таблица 2. Изменение массы материала кандидата СО на различных стадиях приготовления

Table 2. Material of the RM claimant mass changes on different stages

№ п/п	Исходная масса образца до варки, г	Масса образца после варки, г	Номер полки	Масса образца после варки на каждой полке сублимационной сушилки, г
1	1300	786,03	1	229,08
			2	276,98
			3	279,97
2	1752	697,30	1	210,45
			2	233,15
			3	253,70

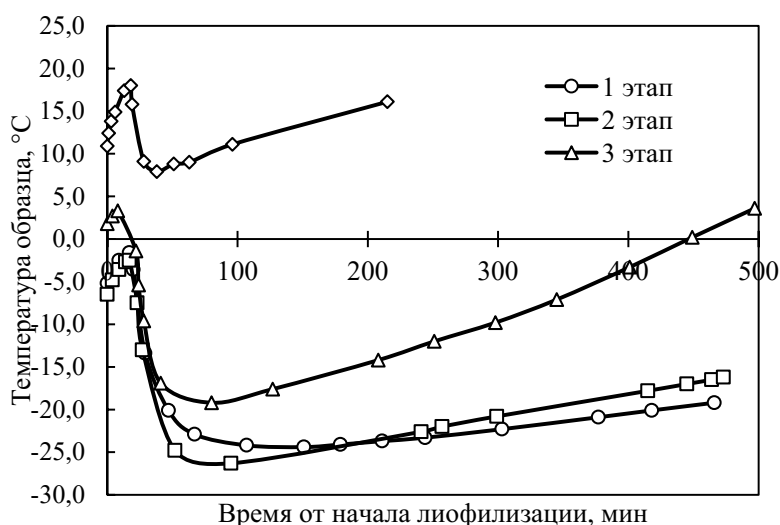


Рис. 1. Изменение температуры образца № 2 (бедро куриное)

Fig. 1. Sample 2 temperature changes

Таблица 3. Результаты расчета потери массы образца № 1 (мясо птицы: белое (грудка))

Table 3. Results of sample 1 mass loss estimation (breast)

№ полки	Масса пустого лотка, г	Масса лотка с образцом до лиофилизации, г	Масса лотка с образцом после лиофилизации, г	Потеря массы образца после лиофилизации, %	Относительное СКО потери в массе между полками, %
1 ЭТАП					
1	242,67	467,65	372,30	42,38	9,6
2	245,37	518,05	422,10	35,19	
3	241,13	516,45	413,00	37,57	
2 ЭТАП					
1	243,85	305,95	296,95	14,49	10,4
2	245,55	344,55	331,10	13,59	
3	242,30	315,45	303,30	16,61	
3 ЭТАП					
1	243,85	296,95	284,55	23,35	22,6
2	245,55	331,10	299,85	36,53	
3	242,30	303,30	285,95	28,44	

Общая потеря массы образца № 1 в процессе сушки составила около 63 %, образца № 2 – около 65 %.

Оценивание однородности материала С0

Следующим этапом проводили оценивание однородности материала, высушенного на разных полках, по показателю массовая доля влаги с применением эталонной установки, реализующей термогравиметрический

метод, из состава Государственного первичного эталона единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах ГЭТ 173-2017. От материала, высушенного на каждой полке ($m = 3$) отбирали навески ($n = 4$) и проводили измерение массовой доли влаги. Результаты измерений массовой доли влаги в образце № 1 и № 2 представлены соответственно в табл. 5.

Таблица 4. Результаты расчета потери массы образца № 2 (мясо птицы: красное (бедро))
Table 4. Results of sample 2 mass loss estimation (thigh)

№ полки	Масса пустого лотка, г	Масса лотка с образцом до лиофилизации, г	Масса лотка с образцом после лиофилизации, г	Потеря массы образца после лиофилизации, %	Относительное СКО потери в массе между полками, %
1 ЭТАП					
1	245,20	455,65	389,95	31,22	14,1
2	246,70	479,85	418,85	26,16	
3	243,65	497,35	437,05	23,77	
2 ЭТАП					
1	245,00	386,95	339,70	33,29	7,5
2	246,00	414,70	362,25	31,09	
3	243,20	432,65	378,40	28,64	
3 ЭТАП					
1	245,00	340,35	319,80	21,55	15,2
2	246,00	362,60	329,70	28,22	
3	243,20	378,55	339,85	28,59	
4 ЭТАП					
1	245,00	320,75	319,25	1,98	67,4
2	246,00	330,40	326,65	4,44	
3	243,20	340,40	331,95	8,69	

Таблица 5. Результаты измерений массовой доли влаги в образцах № 1 и № 2 на ГЭТ 173-2017
Table 5. Measurement results of moisture mass fraction in both samples by GET 173-2017

В процентах

№ полки	№ навески				Среднее	Отн. СКО
	1	2	3	4		
Образец № 1						
1	3,596	3,493	3,473	3,524	3,52	1,5
2	3,206	3,221	3,195	3,270	3,22	1,0
3	3,634	3,679	3,695	3,778	3,70	1,6
Образец № 2						
1	5,125	5,117	5,106	5,155	5,13	0,4
2	5,321	5,289	5,413	5,416	5,36	1,2
3	5,488	5,553	5,531	5,542	5,53	0,5

Обработку результатов по табл. 5 проводили по алгоритму, изложенному в работе [15].

Рассчитывали величины

$$W_i = \frac{1}{n_i} \sum_{j=1}^{n_i} W_{ij}, \quad (1)$$

$$S_i^2 = \frac{1}{n_i - 1} \sum_{j=1}^{n_i} (W_{ij} - W_i)^2, \quad (2)$$

для каждого $i = 1 \dots m$

W_i – среднее значение массовой доли влаги i -группы, %

W_{ij} – результат измерения массовой доли влаги j -навески из i -группы, %

S_i^2 – внутригрупповые дисперсии.

На следующем этапе по критерию Кохрена проверяли гипотезу о равенстве дисперсий S_i^2 , для чего рассчитывали величину:

$$G_0 = \frac{S_{\max}^2}{\sum_{i=1}^m S_i^2}, \quad (3)$$

где $S_{\max}^2$ – максимальное значение внутригрупповой дисперсии,

S_i^2 – внутригрупповые дисперсии.

Если выполнялось неравенство:

$$G_0 \leq G_{\alpha, m, n-1}$$

где $G_{\alpha, m, n-1}$ – коэффициент Кохрена с уровнем значимости $\alpha = 0,05$ [16], то гипотеза о равенстве дисперсий не отвергается. Если гипотеза о равенстве дисперсий не принимается, то необходима более тщательная пробоподготовка.

Если гипотезу о равенстве дисперсий принимали, то вычисляли следующие величины:

$$n = \sum_{i=1}^m n_i, \quad (4)$$

$$W = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^{n_i} W_{ij}, \quad (5)$$

$$S_{01}^2 = \frac{1}{n - m} \sum_{i=1}^m (n_i - 1) S_i^2, \quad (6)$$

$$S_{02}^2 = \frac{1}{m - 1} \sum_{i=1}^m n_i (W_i - W)^2, \quad (7)$$

$$F_0 = \frac{S_{02}^2}{S_{01}^2}, \quad (8)$$

где n – количество навесок в m группах

W – среднее значение массовой доли влаги по всем группам, %

S_{01}^2 – средняя внутригрупповая дисперсия

S_{02}^2 – дисперсия между группами

W_i и S_i^2 – рассчитывают по формулам (1) и (2) соответственно. Если выполняется неравенство

$$F_0 \leq F_{\alpha, m-1, n-m}, \quad (9)$$

где $F_{\alpha, m-1, n-m}$ – квантиль распределения Фишера с $m-1$ и $n-m$ степенями свободы и уровнем значимости $\alpha = 0,05$ [16], то пробоподготовка материала для дальнейших исследований принималась удовлетворительной.

Результаты оценки однородности материала образцов № 1 и № 2 представлены в табл. 6.

Как видно из табл. 6, разница в значениях массовой доли влаги материала, высушенного на разных полках, статистически значима, следовательно, материал неоднороден. С целью снижения неоднородности проводили дополнительную процедуру гомогенизации путем растирания пестиком, просеивания через сито, тщательного перемешивания и кондиционирования.

Испытания стандартного образца

Полученный лиофилизированный и гомогенизированный материал был расфасован по 50 г в двойные герметичные полиэтиленовые пакеты. Для оценки аттестованного значения и характеристики неоднородности материала СО использовали 6 экземпляров СО. В каждом из шести экземпляров СО, случайным образом отобранных от подготовленных партий, проводили по 8 параллельных определений массовой доли влаги и 5 параллельных определений массовой доли азота (белка), жира. Обработку результатов измерений, выполненных для 6 экземпляров СО, с целью оценки однородности материала СО проводили по схеме однофакторного дисперсионного анализа согласно положениям ISO Guide 35 [1]. Исследование стабильности при температуре окружающего воздуха $(7 \pm 3)^\circ\text{C}$ и относительной влажности не более 60 % проводили классическим методом согласно положениям ISO Guide 35 [1], обработку результатов – методом регрессионного анализа. Срок годности СО составил 6 месяцев.

Результаты измерений значений аттестуемых характеристик представлены в табл. 7.

Таблица 6. Результаты оценки однородности материала состава мяса птицы: белое (грудка, образец 1) и красное (бедро, образец 2)

Table 6. Results of homogeneity estimation of material of composition of poultry meat: white (breast, sample 1) and red (thigh, sample 2)

Параметр	Значение параметра	
	Образец № 1	Образец № 2
G_0	0,478	0,771
$G(0,05;3;3)$	0,798	0,798
W	3,48	5,34
S_{01}^2	0,0025	0,0018
S_{02}^2	0,2295	0,1641
F_0	90,097	91,029
$F(0,05;3;9)$	4,256	4,459

Таблица 7. Результаты измерений массовых долей влаги, азота (белка) и жира в мясе птицы варенном сублимационной сушки

Table 7. Measurement results of mass fraction of moisture, nitrogen (protein) and fat in boiled freeze-dried poultry meat

Показатель	Значение показателя	
	Образец 1	Образец 2
Массовая доля влаги, %	4,5	6,3
Массовая доля азота*, %	14,74	12,21
Массовая доля белка*, %	92,1	76,3
Массовая доля жира*, %	7,9	23,8

* в пересчете на абсолютно-сухое вещество

Дополнительные измерения значений аттестуемых характеристик были проведены в Научно-исследовательском испытательном центре (НИИЦ) ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В. М. Горбатова» РАН (г. Москва) с использованием стандартизованных методик измерений [17]. Согласованность результатов УНИИМ и НИИЦ подтвердили применимость СО для контроля точности результатов измерений показателей пищевой ценности мясных продуктов.

Заключение

Проведены экспериментальные исследования процесса лиофильной сушки при подготовке материала стандартных образцов. Оценено содержание воды (влаги) и неоднородность материала стандартного образца, подготовленного с применением системы лиофильной

сушки, с использованием термогравиметрической установки из состава ГЭТ 173-2017.

Разработана методика лиофильной сушки для производства СО состава мяса птицы вареного сублимационной сушки с различным содержанием влаги, азота (белка) и жира. Применение системы лиофильной сушки позволило обеспечить срок годности СО, равный 6 месяцам, при температуре окружающего воздуха $(7 \pm 3)^\circ\text{C}$ и относительной влажности не более 60 %. По результатам испытаний СО состава мяса птицы вареного сублимационной сушки внесен в реестр утвержденных типов под номером ГСО 11274–2019/ ГСО 11276–2019².

² ГСО 11274–2019/ ГСО 11276–2019 Стандартный образец состава мясных продуктов сублимационной сушки (набор МП-1 СО УНИИМ) // Федер. информац. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/537358>

Данные исследования лиофилизации для приготовления материала СО будут продолжены в связи с выявленной необходимостью выбора параметров лиофилизации для каждого конкретного вещества.

Вклад соавторов

Медведевских М. Ю.: концепция и инициирование исследования, определение замысла и методологии статьи, курирование экспериментальных исследований.

Вострикова Н. Л.: курирование экспериментальных исследований, критический анализ материалов статьи.

Сергеева А. С.: сбор и анализ литературных данных, в том числе на иностранных языках, подготовка первоначального варианта текста статьи, компьютерная работа с текстом, написание текста, доработка текста.

Студенок В. В.: сбор и анализ литературных данных, в том числе на иностранных языках, критический анализ материалов статьи.

Конфликт интересов

Материал статьи подготовлен на основе доклада, представленного на IV Международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях» (С.-Петербург, 1–3 декабря 2020 г.). Материал статьи допущен к публикации после доработки тезисов доклада, оформления статьи и проведения процедуры рецензирования.

Переводная версия статьи на английском языке планируется к публикации в книге *Medvedevskikh S., Sobina E., Kremleva O., Okrepilov M. (eds.). Reference Materials in Measurement and Technology. RMMT 2020. Switzerland: Springer, Cham.*

ЛИТЕРАТУРА

1. ISO Guide 35:2017 Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability. Geneva: ISO, 2017.
2. Панфилов В. А. Теоретические основы пищевых технологий. В 2-х кн. Кн. 2. М.: Колос, 2009. 800 с.
3. Comparison of some additives used in the preparation of freeze-dried lemon juice candidate reference materials / W. Ooghe [et al.] // *Fresenius journal of analytical chemistry*. 1998. Vol. 360. № 3–4. P. 445–448. <https://doi.org/10.1007/s002160050734>.
4. The freeze-drying of orange juice for the preparation of reference materials / G. N. Kramer [et al.] // *Fresenius' zeitschrift für analytische chemie*. 1988. № 332. P. 694697. <https://doi.org/10.1007/BF00472671>.
5. Ihnat M., Cloutier R., Wood D. Reference materials for agricultural and food analysis: preparation and physical characterization of a bovine muscle powder candidate reference material // *Fresenius' zeitschrift für analytische chemie*. 1987. № 326. P. 627–633. <https://doi.org/10.1007/BF00473517>.
6. Joy M., Rufino-Moya P. J., Lobón S., Blanco M. Simultaneous determination of carotenoids, tocopherols, retinol and cholesterol in ovine lyophilised samples of milk, meat, and liver and in unprocessed raw samples of fat / J. R. Bertolin [et al.] // *Food Chemistry*. 2018. Vol. 257. P. 182–188. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.02.139>.
7. Carron P., Emteborg H., Hess P. Freeze-drying for the stabilisation of shellfish toxins in mussel tissue (*Mytilus edulis*) reference materials // *Analytical and bioanalytical chemistry*. 2007. Vol. 387. № 7. P. 2475–2486. <https://doi.org/10.1007/s00216-006-1104-z>.
8. Aflatoxin M1 in milk powders: Processing, homogeneity and stability testing of certified reference materials / R. Josephs [et al.] // *Food Additives and Contaminants*. 2005. Vol. 22. № 9. P. 864–874. <https://doi.org/10.1080/0265203050016653>.
9. Paks in baby food: assessment of three different processing techniques for the preparation of reference materials / J. F. Huertas-Pérez [et al.] // *Analytical and bioanalytical chemistry*. 2015. Vol. 407. P. 3069–3081. <https://doi.org/10.1007/s00216-015-8490-z>.
10. Olsen S. B., Ulberth F., Emons H., Zeleny R., Grimalt S. Development of a new cucumber reference material for pesticide residue analysis: feasibility study for material processing, homogeneity and stability assessment / H. Saldanha [et al.] // *Analytical and bioanalytical chemistry*. 2015. Vol. 407. P. 3083–3091. <https://doi.org/10.1007/s00216-015-8476-x>.
11. Emteborg H., Charoud-Got J., Schimmel H., Nia Y., Mutel I., Ostyn A., Herbin S., Hennekinne J.-A. Development of a reference material for staphylococcus aureus enterotoxin A in cheese: feasibility study, processing, homogeneity and stability assessment / R. Zeleny [et al.] // *Food Chemistry*. 2015. Vol. 168. P. 241–246. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.07.066>.
12. Won S. H., Lee C.-H., Kim B. Development of certified reference materials for accurate determination of fluoroquinolone antibiotics in chicken meat. *Food Chemistry*. 2017. Vol. 229. P. 472–478. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.02.112>.
13. Создание эталонов сравнения для реализации Государственной поверочной схемы средств измерений содержания воды / М. Ю. Медведевских [и др.] // *Измерительная техника*. 2019. № 6. С. 70–80. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2019-6-3-10>.
14. Оценка метрологических характеристик стандартного образца состава молока сухого с использованием первичного и вторичного государственных эталонов / М. П. Крашенинина [и др.] // *Измерительная техника*. 2013. № 9. С. 67–71.
15. Иванов В. П., Медведевских С. В. Обработка результатов измерений содержаний воды в твердых веществах. Методические рекомендации. Свердловск: Уро АН СССР, 1988. 200 с.
16. Большев Л. Н., Смирнов Н. В. Таблицы математической статистики. М.: Наука. Главная редакция физико-математической литературы, 1983. 416 с.

17. About the development of reference materials of meat and meat product composition / M. Yu. Medvedevskikh [et al.] // Journal of Physics: Conference Series. 2019. 1420012030. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1420/1/012030>.

REFERENCES

1. ISO Guide 35:2017 Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability. Geneva: ISO; 2017.
2. Panfilov V. A. Theoretical foundations of food technologies. In 2 books. Of book 2. Moscow: Kolos; 2009. 800 p. (In Russ.).
3. Ooghe W., Kramer G. N., Schimmel H., Pauwels J. Comparison of some additives used in the preparation of freeze-dried lemon juice candidate reference materials. *Fresenius journal of analytical chemistry*. 1998;360(3–4):445–448. <https://doi.org/10.1007/s002160050734>.
4. Kramer G. N., Angelis L. D., Pauwels J., Ooghe W., Belliardo J. J. The freeze-drying of orange juice for the preparation of reference materials. *Fresenius journal of analytical chemistry*. 1988;332: 694–697. <https://doi.org/10.1007/BF00472671>.
5. Ihnat M., Cloutier R., Wood D. Reference materials for agricultural and food analysis: preparation and physical characterization of a bovine muscle powder candidate reference material. *Fresenius' zeitschrift für analytische chemie*. 1987;326:627–633. <https://doi.org/10.1007/BF00473517>.
6. Bertolin J. R., Joy M., Rufino-Moya P. J., Lobón S., Blanco M. Simultaneous determination of carotenoids, tocopherols, retinol and cholesterol in ovine lyophilised samples of milk, meat, and liver and in unprocessed raw samples of fat. *Food Chemistry*. 2018;257:182–188. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.02.139>.
7. Carron P., Emteborg H., Hess P. Freeze-drying for the stabilisation of shellfish toxins in mussel tissue (*Mytilus edulis*) reference materials. *Analytical and bioanalytical chemistry*. 2007;387(7):2475–2486. <https://doi.org/10.1007/s00216-006-1104-z>.
8. Josephs R., Ulberth F. E., Van Egmond H. P., Emons H. Aflatoxin M1 in milk powders: Processing, homogeneity and stability testing of certified reference materials. *Food Additives and Contaminants*. 2005;22(9):864–874. <https://doi.org/10.1080/0265203050016653>.
9. Huertas-Pérez J. F., Bordajandi L. R., Sejerøe-Olsen B., Emteborg H., Baù A., Schimmel H., Dabrio M. Pabs in baby food: assessment of three different processing techniques for the preparation of reference materials. *Analytical and bioanalytical chemistry*. 2015;407:3069–3081. <https://doi.org/10.1007/s00216-015-8490-z>.
10. Saldanha H., Olsen S. B., Ulberth F., Emons H., Zeleny R., Grimalt S. Development of a new cucumber reference material for pesticide residue analysis: feasibility study for material processing, homogeneity and stability assessment. *Analytical and bioanalytical chemistry*. 2015;407:3083–3091. <https://doi.org/10.1007/s00216-015-8476-x>.
11. Zeleny R., Emteborg H., Charoud-Got J., Schimmel H., Nia Y., Mutel I., Ostyn A., Herbin S., Hennekinne J.-A. Development of a reference material for staphylococcus aureus enterotoxin A in cheese: feasibility study, processing, homogeneity and stability assessment. *Food chemistry*. 2015;168:241–246. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.07.066>.
12. Won S. H., Lee C.-H., Kim B. Development of certified reference materials for accurate determination of fluoroquinolone antibiotics in chicken meat. *Food Chemistry*. 2017;229:472–478. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.02.112>.
13. Medvedevskikh M. Y., Sergeeva A. S., Krasheninina M. P., Shokhina O. S. Creating reference standards for the implementation of the State verification scheme for water content measurement. *Measurement Techniques*. 2019;62(6):475–483. (In Russ). <https://doi.org/10.1007/s11018-019-01649-3>.
14. Krasheninina M. P., Medvedevskikh M. Yu., Medvedevskikh S. V., Sobina E. P., Neudachina L. K. An estimate of the metrological characteristics of a standard sample of the composition of dried whole milk using primary and secondary state standards. *Measurement Techniques*. 2013;56(9):1076–1082. (In Russ). <https://doi.org/10.1007/s11018-013-0333-8>.
15. Ivanov V. P., Medvedevskikh S. V. Processing of the measurement results of water content in solid substances. Guidelines. Sverdlovsk: Uro AN SSSR; 1988. 200 p. (In Russ).
16. Bol'shev L. N., Smirnov N. V. Tables of mathematical statistics. Moscow: Science. Main editorial office of physical and mathematical literature; 1983. 416 p. (In Russ).
17. Medvedevskikh M. Yu., Sergeeva A. S., Krasheninina M. P., Vostrikova N. L., Semenova A. A., Kuznetsova O. A. About the development of reference materials of meat and meat product composition. *Journal of physics: conference series*. 2019;1420:012030. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1420/1/012030>.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Медведевских Мария Юрьевна – канд. техн. наук, заведующий лабораторией метрологии влагометрии и стандартных образцов УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

620075, Россия, г. Екатеринбург,
ул. Красноармейская, д. 4

Тел: (343) 350-60-63

e-mail: lab241@uniim.ru

Researcher ID: G-6171-2017

Наталья Леонидовна Вострикова – док. тех. наук, руководитель научно-исследовательского испытательного центра ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В. М. Горбатова» РАН

109316, Россия, г. Москва,

ул. Талалихина, д. 26

e-mail: n.vostrikova@fncps.ru

Researcher ID: D-3058-2014

ORCID: 0000-0002-9395-705X

Анна Сергеевна Сергеева – канд. хим. наук, старший научный сотрудник лаборатории метрологии влагометрии и стандартных образцов УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

620075, Россия, г. Екатеринбург,

ул. Красноармейская, д. 4

e-mail: sergeevaas@uniim.ru

Researcher ID: AAE-7942-2021

ORCID: 0000-0001-8347-2633

Студенок Валерия Владимировна – инженер отдела Государственной службы стандартных образцов УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

620075, Россия, г. Екатеринбург,

ул. Красноармейская, д. 4

e-mail: studenok@list.ru

ORCID: 0000-0002-3363-3133

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Mary Yu. Medvedevskikh – PhD (Eng.), head of laboratory for metrological support of moisture measurement and reference materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology.

4 Krasnoarmeyskaya str., Ekaterinburg,

620075, Russian Federation

e-mail: lab241@uniim.ru

Researcher ID: G-6171-2017

Natalia L. Vostrikova – D. Sc. (Eng.), head of the research and development center V. M. Gorbatov Federal Research Center for Food Systems of Russian Academy of Sciences.

26 Talalikhina str., Moscow,

109316, Russia

e-mail: n.vostrikova@fncps.ru

Researcher ID: D-3058-2014

ORCID: 0000-0002-9395-705X

Anna S. Sergeeva – PhD (Chem.), senior researcher, laboratory for metrological support of moisture measurement and reference materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology.

4 Krasnoarmeyskaya str., Ekaterinburg,

620075, Russia

e-mail: sergeevaas@uniim.ru

Researcher ID: AAE-7942-2021

ORCID: 0000-0001-8347-2633

Valeriya V. Studenok – engineer of the department of the state service of reference materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology.

4 Krasnoarmeyskaya str., Ekaterinburg,

620075, Russia

e-mail: studenok@list.ru

ORCID: 0000-0002-3363-3133

ГРАДУИРОВКА ЯМР-АНАЛИЗАТОРОВ АМВ-1006М С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ НАТУРАЛЬНЫХ ОБРАЗЦОВ И ОБРАЗЦОВ-ИМИТАТОРОВ

© О. С. Агафонов, С. М. Прудников

ФГБНУ Федеральный научный центр «Всероссийский научно-исследовательский институт масличных культур
имени В. С. Пустовойта» (ФГБНУ ФНЦ ВНИИМК), г. Краснодар, Россия

ORCID: 0000-0002-0209-5432

e-mail: sacred_jktu@bk.ru

Поступила в редакцию – 12 февраля 2021 г., после доработки – 17 марта 2021 г.

Принята к публикации – 25 марта 2021 г.

Для получения повторяемых и воспроизводимых результатов измерений показателей качества сельскохозяйственного сырья, с использованием инструментальных средств измерений, большое значение имеет процесс градуировки. Градуировку возможно проводить различными способами. В статье представлены результаты исследования метрологических характеристик ЯМР-анализаторов АМВ-1006М, полученные при их градуировке для определения массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника. Градуировка производилась с использованием семян подсолнечника и специально разработанных стандартных образцов (СО)-имитаторов массовой доли олеиновой кислоты в масле семян. Разработанные СО-имитаторы обладают высокой долговременной стабильностью своих физико-химических показателей, не требуют особых условий хранения и эксплуатации. Полученные данные подтвердили целесообразность использования для целей градуировки именно СО-имитаторов массовой доли олеиновой кислоты. При проведении градуировки анализаторов границы величины случайной погрешности результатов измерений при использовании СО-имитаторов были в 3 раза меньше, по сравнению с результатами, полученными при градуировке анализаторов с использованием натуральных образцов семян. Исследование влияния температуры на результаты градуировки показало, что среднеквадратическое отклонение результатов измерений для СО-имитаторов не превышает 0,8 % абс., в то время как при использовании натуральных семян были получены значения 2,5 % абс.

Ключевые слова: семена подсолнечника, массовая доля олеиновой кислоты, ядерно-магнитная релаксация, стандартные образцы-имитаторы, градуировка, метрологическое обеспечение

Ссылка при цитировании:

Градуировка ЯМР-анализаторов АМВ-1006М с использованием натуральных образцов и образцов-имитаторов / О. С. Агафонов [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2021. Т. 17. № 1. С. 47–57. <http://dx.doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-1-47-57>.

For citation:

Agafonov O. S., Prudnikov S. M. Graduation of AMR-1006M NMR analyzers using natural samples and samples-imitators. *Measurement standards. Reference materials*. 2021;17(1): 47–57. <http://dx.doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-1-47-57> (In Russ.).

GRADUATION OF AMR-1006M NMR ANALYZERS USING NATURAL SAMPLES AND SAMPLES-IMITATORS

© Oleg S. Agafonov, Sergey M. Prudnikov

V. S. Pustovoit All-Russian Research Institute of Oil Crops, Krasnodar, Russia
ORCID: 0000-0002-0209-5432
e-mail: sacred_jktu@bk.ru

Received – 12 February, 2021. Revised – 17 March, 2021.

Accepted for publication – 25 March, 2021.

The article presents the results of the study of the metrological characteristics of NMR analyzers AMV-1006M obtained during their calibration to determine the mass fraction of oleic acid in sunflower seed oil using sunflower seeds and specially developed reference materials (RM) – imitators of the mass fraction of oleic acid in seed oil. When calibrating an NMR analyzer under repeatability conditions, it was found that the relative standard deviations of the measurement results and the limits of the confidence random error of the measurement results using RM simulators are almost 3 times lower than the results of the measurement with use of natural sunflower seeds. When checking the reproducibility of the calibration results using four NMR analyzers, it was found that the reproducibility of the calibration of NMR analyzers using RM simulators of the mass fraction of oleic acid is more than 3 times better than when using sunflower seeds. The data obtained is explained by the fact that RM-simulators have a fairly homogeneous structure, which is formed during their manufacture. Sunflower seeds are a complex heterogeneous system with a heterogeneous structure in the volume of the analyzed sample. The study of the effect of temperature on the calibration results showed that the standard deviation of the measurement results for RM-simulators does not exceed 0.8% abs., while the using of natural seeds, values of 2.5% abs. were obtained. Thus, the use of RM simulators can significantly reduce the calibration error of NMR analyzers associated with the effect of temperature. The obtained data confirmed the expediency of using for calibration of the AMV-1006M NMR analyzers precisely CO-simulators of the mass fraction of oleic acid.

Key words: sunflower seeds, mass fraction of oleic acid, nuclear magnetic decomposition, imitators of reference materials, express method

Используемые в статье сокращения:

ИК-спектроскопия – Инфракрасная спектроскопия;
СО – стандартные образцы;
ЯМР – ядерный магнитный резонанс

Abbreviations used in the article:

IR-spectrometry;
RM-reference materials;
NMR-nuclear magnetic resonance

Введение

В настоящее время одним из ключевых условий стабильного развития предприятий является внедрение управляющих систем с реализацией принципов обратной связи. Внедрение подобных систем позволяет улучшить качество готовой продукции и гарантировать ее стабильное качество. На этапе заготовки семян подсолнечника, в соответствии с нормативными документами [1], предприятия масложировой отрасли отслеживают показатели масличности и влажности, которые непосредственно влияют на выход масла, условия хранения и переработки. Появление новых

видов сырья, в частности семян высокоолеинового подсолнечника [2], поставило перед предприятиями новую задачу – контроль содержания олеиновой кислоты в масле семян. В настоящее время данный показатель не регламентируется государственными стандартами, а устанавливается предприятиями самостоятельно (минимальное базисное значение, которое в зависимости от требований предприятия может изменяться в пределах от 78 до 85 %).

Значительное влияние на массовую долю олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника оказывают не только видовые особенности, но и условия

выращивания семян [3–5]. Возможен вариант и преднамеренной фальсификации семян (ввиду более высокой стоимости такого сырья). Указанные факторы ставят перед предприятиями задачу необходимости оперативного контроля данного показателя.

В настоящее время для определения массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника в качестве арбитражного метода используется хроматографический [6, 7]. Недостатком такого способа является его низкая производительность, большая трудоемкость, высокие требования к квалификации персонала и наличие расходных материалов. Перечисленные недостатки не позволяют использовать хроматографический метод при оперативном контроле массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника.

Встречающиеся в литературных источниках экспрессные способы с использованием рефрактометрического метода [8], а также метода ИК-спектроскопии [9–11] сложно реализуемы в условиях заводских лабораторий, обладают малой представительностью, требуют больших затрат времени на реализацию и получение градуировочных зависимостей и их уточнение в процессе работы, а коэффициенты корреляции не превышают 85 %.

Ранее нами был разработан инструментальный способ определения массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника [12] с использованием импульсного метода ЯМР. Преимуществом данного способа является оперативность (время анализа одной пробы менее 1 минуты), отсутствие сложной пробоподготовки, высокая представительность, а также возможность одновременного определения нескольких показателей.

Для обеспечения высокой повторяемости и воспроизводимости результатов измерений с использованием косвенных инструментальных способов большое значение имеет методика проведения градуировки анализаторов. В настоящее время для измерительных приборов нет универсальных методик их градуировки, а существующие нормативные документы носят рекомендательный характер. Кроме того, измерительные приборы имеют большое разнообразие по номенклатуре.

Анализ литературных источников показал, что при проведении градуировок количественных анализаторов в масложировой отрасли используются следующие основные методы:

- с использованием натуральных образцов масличных семян [13, 14]. Очевидным минусом является их невысокая долговременная стабильность, так как они являются сложными биологическими объектами,

а их физико-химические показатели изменяются при хранении;

- разнообразностью градуировки с использованием натуральных образцов является изготовление стандартных образцов (СО) с использованием натуральных компонентов, например шротов и масла [15]. Преимуществом перед натуральными образцами у таких СО является возможность получить повторяемые характеристики, минус – они требуют особых условий хранения, сложны в изготовлении;

- с использованием СО-имитаторов, изготовленных из химически инертных веществ. Они позволяют получать метрологические характеристики в заданном диапазоне, не требуют особых условий при хранении, обладают высокой долговременной стабильностью [16, 17].

Для выполнения градуировки ЯМР-анализаторов АМВ-1006М¹ нами был разработан специальный комплект СО-имитаторов массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника [18].

Целью данной работы является изучение влияния используемых образцов на результаты градуировки ЯМР-анализаторов при определении массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника. Результаты работы позволят практически обосновать эффективность применения СО-имитаторов для градуировки количественных ЯМР-анализаторов.

Материалы и методы

Исследования проводились на центральной экспериментальной базе (ЦЭБ) ФГБНУ ФНЦ ВНИИМК (г. Краснодар) в 2017–2020 гг. Пробоподготовку семян подсолнечника проводили в соответствии с ГОСТ 8.597-2010 [19], который используется при определении масличности и влажности семян масличных культур с использованием импульсного метода ЯМР [20]. Которая заключалась в выделении из анализируемого образца навески семян подсолнечника массой (150 ± 5) г и просеивании выбранной пробы через сито с диаметром отверстий 3 мм, для удаления сорной примеси. Каждая пробу перед измерениями проверяли на наличие металлов примесей. Подготовленные пробы хранили в плотно закрытых емкостях при температуре 23 °С. Измерение олеиновой кислоты проводили с использованием количественного ЯМР-анализатора АМВ-1006М (ФГБНУ ФНЦ ВНИИМК, Краснодар). Данный анализатор используется на большинстве предприятий масложировой отрасли России и стран СНГ для экспрессного определения

¹ ЯМР-анализаторы АМВ-1006М // Федер. информац. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/325229>

масличности и влажности семян масличных культур и продуктов их переработки. Анализатор был специально модернизирован с целью определения содержания олеиновой кислоты с использованием специального программного обеспечения [20].

Массовая доля олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника, подготовленных для исследований, изменялась в диапазоне от 31 % до 86 % (табл. 1).

Из подготовленных образцов семян, с помощью лабораторного пресса извлекали масло. Полученное масло отфильтровывали для удаления примесей. Затем масло растворяли в гексане, после чего к нему добавляли свежеприготовленный раствор этилата натрия в метаноле, с концентрацией 2 моль/дм³. После интенсивного перемешивания с последующим отстаиванием, полученную смесь отфильтровывали через бумажный фильтр [6].

Жирнокислотный состав масла семян подсолнечника определяли на хроматографе «Хроматэк-Кристалл

5000» (ЗАО СКБ Хроматэк, г. Йошкар-Ола). Подготовку анализатора к работе и анализ приготовленных метиловых эфиров проводили в соответствии с руководством по эксплуатации хроматографа.

СО-имитаторы массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника были разработаны и запатентованы во ВНИИМК для упрощения процесса градуировки количественных ЯМР-анализаторов АМВ-1006М [21]. Внешне они представляют собой герметичные керамические ампулы. Внутренняя часть которых заполнена смесью кремнийорганических жидкостей, имитирующих различное содержание олеиновой кислоты. Средневзвешенное значение времени спин-спиновой релаксации протонов используемых кремнийорганических жидкостей изменяется в диапазоне от 100 до 200 мс. Имитируемые значения массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника в СО-имитаторах представлены в табл. 2.

Таблица 1. Жирнокислотный состав масла семян подсолнечника, используемых для градуировки
Table 1. Fatty acid composition of sunflower seed oil used for graduation.

Образец	Массовая доля жирных кислот в масле семян подсолнечника, % к общей сумме:					
	Пальмитиновая C 16:0	Стеариновая C 18:0	Олеиновая C 18:1	Линолевая C 18:2	Линоленовая C 18:3	Прочие
1	5	3,6	31,1	60,1	0,1	0,1
2	5,9	3,9	47,6	41,2	0,2	1,2
3	5,2	2,1	68,9	18,5	3,9	1,4
4	5,7	6,7	72,1	13,9	0,1	1,5
5	4,3	3,7	79,0	11,2	0,4	1,4
6	4,3	3,7	86,2	5,5	0,1	0,2

Таблица 2. Характеристика СО-имитаторов массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника

Table 2. Characteristics of imitators of RM for mass fraction of oleic acid in sunflower seed oil

Номер образца	Аттестованное значение- имитируемая массовая доля олеиновой кислоты СО, %	Границы абсолютной погрешности аттестованных значений СО (P=0,95), %
1	31	±1
2	52	
3	62	
4	73	
5	81	
6	93	

Для аттестации значений массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника разработанных СО-имитаторов использовали модернизированный вариант ЯМР-анализатора АМВ-1006М (условно – образцовая установка, так как в настоящее время данная методика только разрабатывается и не утверждена). Указанный анализатор был отградуирован по натуральным образцам семян подсолнечника, массовую долю олеиновой кислоты в которых определяли в соответствии с ГОСТ 31663–2012 «Масла растительные и жиры животные. Определение методом газовой хроматографии массовой доли метиловых эфиров жирных кислот» [7]. В соответствии с указанным ГОСТом повторяемость результатов измерений не превышает 1 % абс. Для уменьшения величины случайной составляющей погрешности измерений использовали средние значения массовой доли олеиновой кислоты десяти параллельных определений для каждого образца семян подсолнечника.

Следует отметить, что в большинстве случаев на масложировых предприятиях используется ГОСТ 30418–96, что снижает точно получаемых результатов в виду его большей погрешности до 5 % абс. [6].

С использованием аттестованных СО-имитаторов проводили градуировку других ЯМР-анализаторов, указанных в исследовании. Данные исследования

проводили с целью показать преимущества использования СО-имитаторов для градуировки других (условно рабочих) ЯМР-анализаторов АМВ-1006М с целью обеспечения воспроизводимости результатов градуировки и обеспечения единства результатов дальнейших измерений на всех рабочих ЯМР-анализаторах. В будущем предполагается, что аттестация всех комплектов СО-имитаторов будет проводиться на одной (условно – образцовой установке).

При проведении измерения ядерно-магнитных релаксационных (ЯМ-релаксационных) характеристик анализируемые образцы термостатировали при необходимой температуре в течение 2 часов.

Полученная с помощью натуральных образцов семян подсолнечника градуировочная зависимость имеет вид, представленный на рис. 1. Из представленных данных видно, что между ЯМ-релаксационными характеристиками протонов олеиновой кислоты и содержанием олеиновой кислоты в масле семян наблюдается линейная зависимость с коэффициентом корреляции более 0,991. Линейный характер сохраняется во всем исследуемом диапазоне содержания олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника.

Для обработки данных, полученных в ходе исследования, использовались методы математического и физического моделирования, статистической

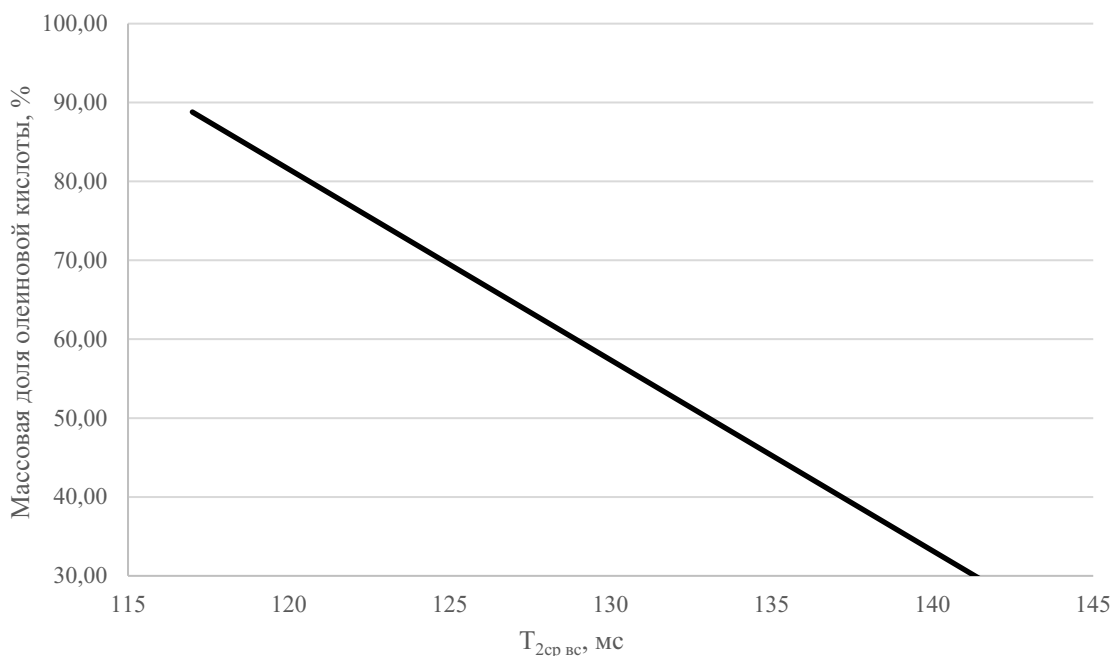


Рис. 1. Градуировочный график для определения массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечник, с использованием импульсного метода ЯМР

Fig. 1. Calibration chart of oleic acid mass fraction in sunflower seed oil determination with use of NMR pulse method

обработки, интерполяции и корреляционного анализа из пакета программ Mathcad. 8 (Professional) и Matlab 5.1 «Relaxsometr».

Результаты и обсуждения

На первом этапе исследований были получены результаты повторяемости градуировки одного ЯМР-анализатора АМВ-1006М с использованием СО-имитаторов и натуральных образцов семян. В табл. 3 представлены данные результатов измерений СО-имитаторов и семян подсолнечника с различными аттестованными значениями массовой доли олеиновой кислоты, выполненных в 12 повторениях на одном и том же ЯМР-анализаторе.

Относительные среднеквадратические отклонения результатов измерений ($S_{\bar{x}}$) и границы доверительной случайной погрешности результатов измерений (ε) для

результатов измерений при применении СО-имитаторов практически в 3 раза ниже по сравнению с результатами измерений с использованием семян подсолнечника.

Для проверки воспроизводимости результатов градуировок с использованием СО-имитаторов и образцов семян подсолнечника были использованы четыре ЯМР-анализатора АМВ-1006М, находящихся в одинаковых условиях эксплуатации для исключения влияния температуры на результаты градуировок (табл. 4 и 5).

Подготовленные образцы семян и СО-имитаторы массовой доли олеиновой кислоты термостатировали при температуре $23 \pm 0,5$ °С в течение 2 часов перед каждой градуировкой.

Из данных табл. 4 и 5 следует, что результаты воспроизводимости градуировки ЯМР-анализаторов с использованием СО-имитаторов массовой доли олеиновой кислоты также практически в 3 раза лучше

Таблица 3. Результаты повторяемости метрологических характеристик при градуировке ЯМР-анализатора АМВ-1006М с использованием СО-имитаторов и натуральных образцов семян
Table 3. Results of repeatability of metrological characteristics during АМВ-1006М NMR analyser calibration with use of RM-imitators and natural RMs of seeds

Измерение	Измеренное значение массовой доли олеиновой кислоты, %			
	СО-имитаторы		семена	
	31	81	31	79
1	30	80	30	77
2	30	80	29	75
3	31	80	31	78
4	30	82	34	79
5	30	80	28	77
6	32	81	32	76
7	31	82	32	79
8	30	80	30	76
9	31	82	35	82
10	32	81	36	81
11	31	81	35	78
12	32	80	34	83
$\bar{x}$	30,8	80,8	32,2	78,4
$S_{\bar{x}}$	0,25	0,26	0,79	0,75
ε	0,57	0,59	1,79	1,71

Таблица 4. Воспроизводимость результатов измерений при градуировке ЯМР-анализаторов с использованием СО-имитаторов массовой доли олеиновой кислоты

Table 4. Reproducibility of measurement results of NMR analysers calibration with use of RM-imitators for mass fraction of oleic acid

Образец	Аттестованное значение, %	Результаты измерений массовой доли олеиновой кислоты, на четырех анализаторах, %				S_x	ε
		1	2	3	4		
1	31	30,4	31,1	31,6	32,3	0,40	1,28
2	52	51,7	53,2	52,6	51,6	0,38	1,21
3	62	61,4	62,7	62,5	60,9	0,43	1,38
4	73	72,3	73,4	73,7	74,0	0,37	1,18
5	81	81,9	79,9	80,2	80,7	0,44	1,40
6	93	93,8	94,1	92,6	94,3	0,38	1,21

Таблица 5. Воспроизводимость результатов измерений при градуировке ЯМР-анализаторов с использованием семян подсолнечника

Table 5. Reproducibility of measurement results of NMR analysers calibration with use of sunflower seeds

Образец	Аттестованное значение, %	Результаты измерений массовой доли олеиновой кислоты, на четырех анализаторах, %				S_x	ε
		1	2	3	4		
1	31	28,3	32,4	31,9	33,6	1,14	3,63
2	48	45,3	45,1	46,7	49,7	1,06	3,38
3	69	71,7	65,8	71,6	70,8	1,41	4,47
4	72	76,2	73,5	73,4	70,3	1,21	3,83
5	79	75,8	82,3	80,4	80,9	1,41	4,48
6	86	83,3	84,2	83,4	87,8	1,06	3,37

по сравнению с результатами градуировки с использованием натуральных образцов семян подсолнечника.

Проведенные нами исследования показывают, что использование СО-имитаторов позволяет обеспечить более высокие значения метрологических характеристик градуировки ЯМР-анализаторов, по сравнению с использованием натуральных образцов семян в качестве стандартных образцов.

Это объясняется тем, что СО-имитаторы имеют однородную структуру, которая формируется в процессе их изготовления. Семена подсолнечника являются сложной гетерогенной системой с неоднородной структурой даже в одной анализируемой пробе.

Далее исследовалось влияние температуры на результаты градуировки ЯМР-анализаторов. Исследование проводилось в помещении эксплуатации ЯМР-анализатора АМВ-1006М, в которой температура изменялась в диапазоне 23 ± 1 °С. Такой режим соответствовал рядовым условиям в заводских лабораториях с использованием сплит-систем. В течение 12 часов периодически (каждые 30 минут) проводили градуировку анализатора при фактической, измеряемой цифровым термометром, температуре в помещении (рис. 2). Цвет маркера обозначает вид используемых образцов: чёрный – СО-имитаторы массовой доли олеиновой кислоты, серые – натуральные семена подсолнечника.

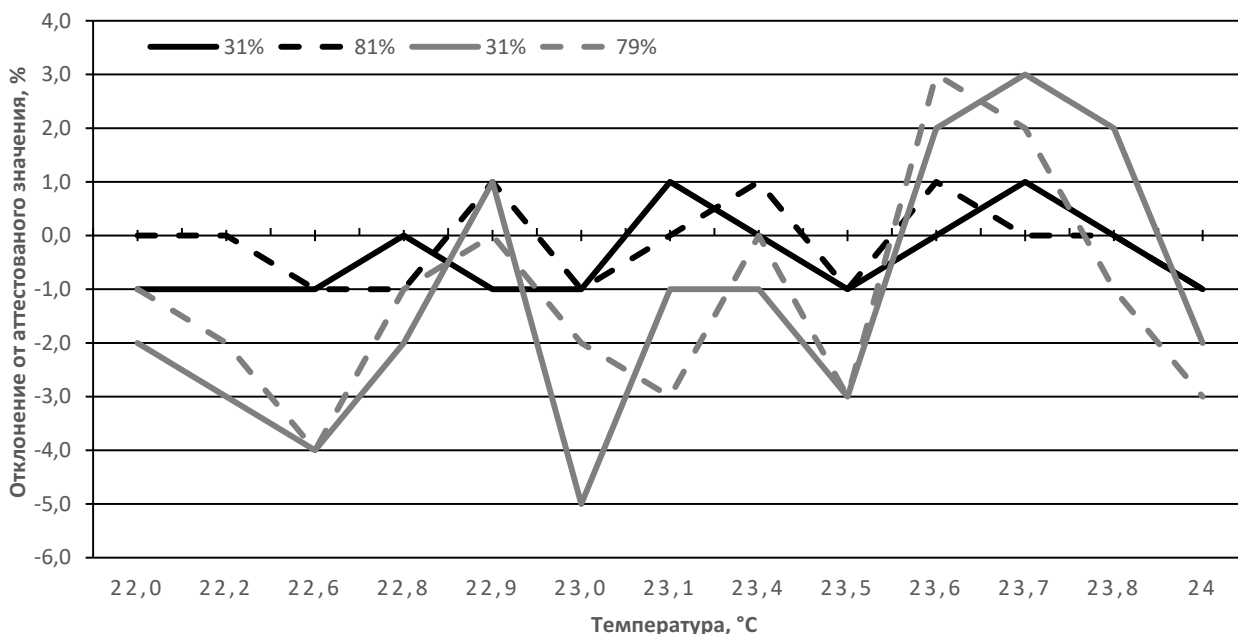


Рис. 2. Погрешность градуировки ЯМР-анализатора AMB-1006M при различной температуре

Fig. 2. Calibration error of NMR analyser AMB-1006M at different temperature

Представленные данные показывают, что ядерно-магнитные релаксационные характеристики протонов масла в семенах в большей степени, чем аналогичные характеристики протонов СО-имитаторов массовой доли олеиновой кислоты подвержены влиянию температуры. Так, среднеквадратическое отклонение для СО-имитаторов не превышает 0,8 %, в то время как для семян были получены значения 2,5 %. Такой характер воздействия температуры можно объяснить тем, что температура в меньшей степени влияет на подвижность протонов, содержащиеся в веществах-имитаторах, чем в натуральных семенах.

Заключение

Цель представленного исследования заключалась в метрологической оценке влияния применяемых для градуировки количественных ЯМР-анализаторов массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника на показатели повторяемости и воспроизводимости градуировок. Сравнения проводили с использованием натуральных образцов семян подсолнечника и разработанных авторами СО-имитаторов массовой доли олеиновой кислоты в масле семян.

Исследование показало, что использование СО-имитаторов массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника позволяет улучшить показатели повторяемости и воспроизводимости результатов

градуировок практически в три раза. Это достигается высокой однородностью СО-имитаторов. Она формируется в процессе их производства, а также благодаря применяемым веществам-имитаторам ЯМ-релаксационных характеристик.

Разработанные СО-имитаторы меньше подвержены влиянию температуры, обладают более высокой стабильностью своих физико-химических показателей, а следовательно, и аттестованных значений. Важной является простота использования СО-имитаторов по сравнению с натуральными образцами. Разработан и запатентован комплект СО, позволяющий имитировать массовую долю олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника от 31 % до 93 % [18].

Так как данная работа затрагивает только вопросы повторяемости и воспроизводимости результатов градуировки количественных ЯМР-анализаторов с использованием СО-имитаторов и натуральных семян подсолнечника, в дальнейшем будет рассмотрен вопрос правильности измеренных результатов показателя массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника, полученных с использованием импульсного метода ЯМР. Данные исследования проводятся с 2019 г. по настоящее время на масложировых предприятиях России: Урюпинском и Сорочинском элеваторах, Большеглушицком ХПП (Самарская область), ООО «Олсам» и АО «Павловск-агропродукт» (Воронежская область).

Вклад соавторов

Авторы внесли равноценный вклад в подготовку и написание статьи.

Конфликт интересов

Материал статьи подготовлен на основе доклада, представленного на IV Международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях» (С.-Петербург, 1–3 декабря 2020 г.). Материал

статьи допущен к публикации после доработки тезисов доклада, оформления статьи и проведения процедуры рецензирования.

Переводная версия статьи на английском языке планируется к публикации в книге *Medvedevskikh S., Sobina E., Kremleva O., Okrepilov M. (eds.). Reference Materials in Measurement and Technology. RMMT 2020. Switzerland: Springer, Cham.*

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ 22391–2015 Подсолнечник. Технические условия. М.: Стандартинформ, 2019.
2. Four types of sunflower oil // National Sunflower Association. URL: <https://sunflowerusa.com/oil/Four-Types-of-Sunflower-Oil/> (дата обращения: 15.01.2021).
3. Fadul O. Changes in oil fatty acid composition during seed development of sunflower // Asian journal of plant sciences. 2012. № 11. P. 241–245. <https://doi.org/10.3923/ajps.2012.241.245>.
4. Van der Merwe R., Labuschagne M. Effects of temperature on oleic acid percentage during grain-filling in sunflowers and other oil crops // ResearchGate. 2014. URL: https://www.researchgate.net/publication/293071400_Effects_of_temperature_on_oleic_acid_percentage_during_grain-filling_in_sunflowers_and_other_oil_crops. (дата обращения: 15.01.2021).
5. Akkaya M., Çil A., Yücel H., Kola O. The influence of sowing dates on the oil content and fatty acid composition of standard, mid-oleic and high-oleic types of sunflower (*Helianthus annuus* L.) // Food science and technology international. 2019. № 39. С. 448–453. <https://doi.org/10.1590/fst.20118>.
6. ГОСТ 30418–96. Масла растительные. Метод определения жирнокислотного состава. Минск: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации, 2013. С. 7.
7. ГОСТ 31663–2012. Масла растительные и жиры животные. Определение методом газовой хроматографии массовой доли метиловых эфиров жирных кислот. Москва: Стандартинформ, 2019. С. 7.
8. ГОСТ 28238–89 Подсолнечник. Метод определения массовой доли олеиновой кислоты по показателю преломления масла. Москва: Стандартинформ, 2010. С. 4.
9. Determination of oleic acid in sunflower seeds by infrared spectroscopy and multivariate calibration method / M. A. Cantarelli [et al.] // Talanta. 2009. V. 80. № 2. P. 489–492. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2009.07.004>.
10. 10. фименко С. Г., Ефименко С. К. Экспресс-оценка содержания олеиновой и линолевой жирных кислот масла в измельченных семянках подсолнечника с помощью ИК-спектроскопии // Масличные культуры. Научно-технический бюллетень ВНИИМК. 2018. 4(176). С. 58–63.
11. Pérez-Vich B., Velasco L., Fernández-Martínez J. Determination of seed oil content and fatty acid composition in sunflower through the analysis of intact seeds, husked seeds, meal and oil by near-infrared reflectance spectroscopy // Journal of the American Oil Chemists' Society. 1998. V. 75. № 5. С. 547–555. <https://doi.org/10.1007/s11746-998-0064-1>.
12. Применение метода ЯМР для определения содержания олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника / О. С. Агафонов [и др.] // Развитие биологических и постгеномных технологий для оценки качества сельскохозяйственного сырья и создания продуктов здорового питания: материалы 18 междунар. науч.-практич. конф., посвященная памяти В. М. Горбачева. М, 2015. С. 24–27.
13. The minispec Масличность и влажность в семенах и орехах // Высотехнологичное научное оборудование. URL: http://spectrante.ru/images/pdf_series/Zernovie.pdf. (дата обращения: 15.01.2021).
14. ГСО 10899–2017 Стандартный образец массовой доли жира (масличности) в семенах подсолнечника (комплект) // Росстандарт [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/389300> (дата обращения: 15.01.2021).
15. К вопросу о стандартизации определения содержания масла в семенах сои методом ЯМР-релаксации / О. Харчук [и др.] // Biotehnologii avansate – realizări și perspective: Simpozionul științific național cu participare internațională. Ed. III, Chișinău 24–25 octombrie 2013 / под ред. Botnari V. [и др.]. Chișinău, Republica Moldova: Tipografia Academiei de Științe a Moldovei, 2013. P. 48.
16. Имитатор свободной процессии ядерного магнитного резонанса и спинного эхо масла с различной массовой долей олеиновой кислоты в семенах подсолнечника: пат. 2001610425 РФ; заявл. 20.02.2018; опуб. 18.01.2019, Бюл. 2.
17. ГСО 3107–84 Стандартный образец масличности и влажности семян подсолнечника (комплект) // Росстандарт [сайт]. URL: [www.fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/393823](https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/393823)
18. Агафонов О. С., Прудников С. М. Разработка стандартных образцов-имитаторов массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника. Эталоны. Стандартные образцы. 2019. Т. 15. № 4. С. 42–48. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2019-15-4-41-48>.
19. ГОСТ 8.597–2010 ГСИ. Семена масличных культур и продукты их переработки. Методика выполнения измерений масличности и влажности методом импульсного ядерного магнитного резонанса. Москва: Стандартинформ, 2011. 8 с.

20. Прудников С. М., Зверев Л. В., Джиоев Т. Е. Система приема и обработки сигналов импульсных релаксметров ядерного магнитного резонанса, свидетельство об официальной регистрации программы для ЭВМ № 2001610425, Москва: 2001.
21. Имитатор сигналов свободной прецессии ядерного магнитного резонанса и спинового эхо протонов масла с различной массовой долей олеиновой кислоты в семенах подсолнечника: пат. 2677644 С1 РФ; заявл. 20.02.2018; опуб. 18.01.2019, Бюл. 2.

REFERENCE

1. GOST 22391–2015 Sunflower. Specifications. Moscow: Standartinform Publ.; 2020. 13 p. (In Russ.).
2. Four types of sunflower oil. Available from: <https://sunflowerusa.com/oil/Four-Types-of-Sunflower-Oil/>. [Accessed 15 January 2021].
3. Fadul O. Changes in oil fatty acid composition during seed development of sunflower. *Asian journal of plant sciences*. 2012;(11):241–245. <https://doi.org/10.3923/ajps.2012.241.245>
4. Van der Merwe R., Labuschagne M. Effects of temperature on oleic acid percentage during grain-filling in sunflowers and other oil crops. Available from: https://www.researchgate.net/publication/293071400_Effects_of_temperature_on_oleic_acid_percentage_during_grain-filling_in_sunflowers_and_other_oil_crops. [Accessed 15 January 2021].
5. Akkaya M., Çil A., Yücel H., Kola O. The influence of sowing dates on the oil content and fatty acid composition of standard, mid-oleic and high-oleic types of sunflower (*Helianthus annuus* L.). *Food science and technology international*. 2019;(39):448–453. <https://doi.org/10.1590/fst.20118>.
6. GOST 30418–96. Vegetable oils. Method for determination of fatty acid content. Minsk, 2013. 7 p. (In Russ.).
7. GOST 31663–2012. Vegetable oils and animal fats. Determination of methyl esters of fatty acids by gaz chromatography method. Moscow: Standartinform Publ., 2019. (In Russ.).
8. GOST 28238–89 Sunflower. Method for determination of oleic acid mass fraction according to the oil refraction index. Moscow, Standartinform Publ., 2010. 6 p. (In Russ.).
9. Cantarel M. A., Funes I. G., Marchevsky E. J., Camiña J. M. Determination of oleic acid in sunflower seeds by infrared spectroscopy and multivariate calibration method. *Talanta*. 2009;80(2):489–492. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2009.07.004>.
10. Efimenko S. G., Efimenko S. K. Express-evaluation of oleic and linoleic fatty acids content in oil in milled sunflower kernels by means of IR-spectrometry. *Oil Crops*. 2018;176(4):58–63. (In Russ.).
11. Pérez-Vich B., Velasco L., Fernández-Martínez J. Determination of seed oil content and fatty acid composition in sunflower through the analysis of intact seeds, husked seeds, meal and oil by near-infrared reflectance spectroscopy. *Journal of the American Oil Chemists' Society*. 1998;75(5):547–555. <https://doi.org/10.1007/s11746-998-0064-1>.
12. Agafonov O. S., Prudnikov S. M., Zverev L. V., Rusnak G. V. Application of the NMR method to determine the content of oleic acid in sunflower seed oil. In: *Development of biological and post-genomic technologies for assessing the quality of agricultural raw materials and creating healthy food products: materials of the 18th international scientific and practical conference dedicated to the memory of V. M. Gorbachev*. Moscow, 2015. pp. 24–27. (In Russ.).
13. The minispec Oil content and moisture in seeds and nuts. Available from: http://spectrante.ru/images/pdf_series/Zernovie.pdf. [Accessed 15 June 2020].
14. SRM 10899–2017 Standartnyi obrazets massovoi doli zhira (maslchnosti) v semenakh podsolnechnika (komplekt) [Reference material of mass fraction of fat (oil content) in sunflower seeds (set)]. Available from: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/389300>. [Accessed 15 January 2021]. (In Russ.).
15. Kharchuk O., Kuznetsov E., Kirilov A., Geru I. K voprosu o standartizatsii opredeleniia soderzhaniia masla v semenakh soi metom laMR-relaksatsii [On the issue of standardization of determining the oil content in soybean seeds by NMR relaxation]. In: *Biotehnologii avansate – realizări și perspective: Simpozionul științific național cu participare internațională*. Ed. III, Botnari V. eds. Chișinău, Republica Moldova: Tipografia Academiei de Științe a Moldovei, 2013. p. 48. (In Russ.).
16. Prudnikov S. M., Agafonov O. S., Zverev L. V., Vitiuk B. I., Gorelikova I. A. Imitator svobodnoi protsessii iadernogo magnitnogo rezonansa i spinovogo ekho masla s razlichnoi massovoi dolei oleinovoii kisloty v semenakh podsolnechnika [Oil with the oleinic acid in sunflower seeds various weight fraction protons nuclear magnetic resonance free precession and spin echo signals simulator]. Patent RF, no. 2001610425, 2001. (In Russ.).
17. SRM 3107–84 Standartnyi obrazets maslchnosti i vlazhnosti semian podsolnechnika (komplekt) [Reference material of oil content and humidity of sunflower seeds (set)]. Available from: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/393823>. [Accessed 15 January 2021]. (In Russ.).
18. Agafonov O. S., Prudnikov S. M. Development of simulator reference materials of oleic acid mass fraction in sunflower seed oil. *Reference Materials*. 2019;15(4):42–48. (In Russ.) <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2019-15-4-41-48>.
19. GOST 8.597–2010 State system for ensuring the uniformity of measurements. Oilseeds and oilseeds residues. Determination of oil and moisture content using pulsed nuclear magnetic resonance spectrometry. Moscow: Standartinform Publ., 2011. (In Russ.).
20. Prudnikov S. M., Zverev L. V., Dzhioev T. E. Sistema priema i obrabotki signalov impul'snykh relaksometrov iadernogo magnitnogo rezonansa, svidetel'stvo ob ofitsial'noi registratsii programmy dlia EVM № 2001610425 [A system for receiving and processing signals from pulsed relaxometers of nuclear magnetic resonance. Certificate of official registration of the computer program no. 2001610425]. Moscow, 2001. (In Russ.).

21. Prudnikov S. M., Agafonov O. S., Zverev L. V., Vitiuk B. Ya., Gorelikova I. A. Imitator signalov svobodnoi pretsessii iadernogo magnitnogo rezonansa i spinovogo ekho protonov masla s razlichnoi massovoi dolei oleinovo kisloty v semenakh podsolnechnika [Simulator of a free precession of nuclear magnetic resonance and spin echo oil with a different mass fraction of oleic acid in sunflower seeds]. Patent RF, no. 2677644, 2019. (In Russ.).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Агафонов Олег Сергеевич – канд. техн. наук, старший научный сотрудник отдела физических методов исследований Всероссийского научно-исследовательского института масличных культур им. В. С. Пустовойта. Российская Федерация, 350038, г. Краснодар, ул. им. Филатова, 17. e-mail: sacred_jktu@bk.ru ORCID: 0000-0002-0209-5432

Прудников Сергей Михайлович – д. техн. наук, профессор, заведующий отделом физических методов исследований Всероссийского научно-исследовательского института масличных культур имени В. С. Пустовойта. Российская Федерация, 350038, г. Краснодар, ул. им. Филатова, 17. e-mail: vniimk@rambler.ru ORCID: 0000-0002-5768-0807

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Oleg S. Agafonov – PhD (Eng.), Senior Researcher at the Department of Physical Methods of Research, V. S. Pustovoit All-Russian Research Institute of Oil Crops. 17 Filatova str., Krasnodar, 350038, Russia e-mail: sacred_jktu@bk.ru ORCID: 0000-0002-0209-5432

Sergey M. Prudnikov – D. Sci. (Eng.), Professor, Head of the Department of Physical Methods of Research, V. S. Pustovoit All-Russian Research Institute of Oil Crops. 17 Filatova str., Krasnodar, 350038, Russia e-mail: vniimk@rambler.ru ORCID: 0000-0002-5768-0807

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ ДЛЯ ОПТИЧЕСКИХ НАНОСЕНСОРНЫХ СИСТЕМ: ВОССТАНОВЛЕННЫЙ ГЛУТАТИОН И ХЛОРАМФЕНИКОЛ

© А. А. Юшина, М. К. Аленичев

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

Поступила в редакцию – 25 февраля 2021 г., после доработки – 8 марта 2021 г.
Принята к публикации – 20 марта 2021 г.

В настоящей работе авторами статьи представлен подход по разработке стандартных образцов предприятия (СОП) для наносенсорной системы на основе динамического рассеяния света и флуоресценции для качественного и количественного определения загрязнителя пищевой продукции – антибиотика хлорамфеникола (левомицетина), а также маркера ишемического инсульта и ряда других заболеваний – восстановленного глутатиона. Материалами-кандидатами СОП были выбраны хлорамфеникол и восстановленный глутатион. Для установления аттестованного значения СОП использовали методику аттестации, основанную на расчетно-экспериментальном методе по процедуре приготовления. В ходе исследования определены метрологические характеристики стандартного образца. Аттестованное значение массовой доли СОП восстановленного глутатиона – 98,5%, расширенная неопределенность аттестованного значения при коэффициенте охвата $k=2$ составляет $\pm 0,3\%$. Аттестованное значение массовой концентрации СОП хлорамфеникола – $10,0 \text{ г/дм}^3$, расширенная неопределенность аттестованного значения при коэффициенте охвата $k=2 \pm 4,0\%$. Применение разработанных СОП показало их пригодность для калибровки оптических наносенсорных систем на основе динамического рассеяния света и флуоресценции. Предполагается, что разработанные стандартные образцы предприятия в дальнейшем также могут быть аттестованы в качестве стандартного образца утвержденного типа и быть использованы для поверки, калибровки, градуировки разрабатываемых компактных детектирующих устройств типа «point of care diagnostics», предназначенных для экспресс-анализа непосредственно на месте взятия пробы.

Ключевые слова: стандартный образец, оптическая наносенсорная система, маркер заболевания, загрязнитель пищевой продукции, динамическое рассеяние света, флуоресценция

Ссылка при цитировании:

Юшина А. А., Аленичев М. К. Стандартные образцы для оптических наносенсорных систем: восстановленный глутатион и хлорамфеникол // Эталоны. Стандартные образцы. 2021. Т. 17. № 1. С. 59–69. <http://dx.doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-1-59-69>.

For citation:

Yushina A. A., Alenichev M. K. Reference materials for optic nanosensor systems: reduced glutathione and chloramphenicol. *Measurement standards. Reference materials*. 2021;17(1): 59–69. <http://dx.doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-1-59-69> (In Russ.).

REFERENCE MATERIALS FOR OPTIC NANOSENSOR SYSTEMS: REDUCED GLUTATHIONE AND CHLORAMPHENICOL

© Anna A. Yushina, Mikhail K. Alenichev

All-Russian Scientific Research Institute for Optical and Physical Measurements (VNIIOFI),
Moscow, Russia
e-mail: leighstranger@yandex.ru

Received – 25 February, 2021. Revised – 8 March, 2021.

Accepted for publication – 20 March, 2021.

The research provides enterprise reference material (ERM) development approach for nanosensor system on the basis of dynamic light scattering and fluorescence for qualitative and quantitative determination of nutrition pollutant – chloramphenicol antibiotic (laevomycetin), as well as marker of ischaemic stroke and a number of other diseases – reduced glutathione.

ERM candidate materials were chosen chloramphenicol and reduced glutathione. The attestation procedure based on calculating-experimental approach by preparation procedure was used to determine the certified value of ERM. During the tests there were determined metrological characteristics of reference material. The certified value of ERM for reduced glutathione mass fraction is 98,5%, the expanded uncertainty of certified value with coverage factor $k=2$ is $\pm 0,3\%$. The certified value of ERM for chloramphenicol mass concentration is 10,0 g/dm³, the expanded uncertainty of certified value with coverage factor $k = 2$ is $\pm 4,0\%$.

The implementation of the developed ERMs showed their appropriateness for optic nanosensor systems calibration on the base of dynamic light scattering and fluorescence.

We suppose that the developed enterprise reference materials further may be certified as CRM (certified reference material) and used for verification, calibration and graduation of compact detection devices of the «point of care diagnostics» type under development, which are intended for express analysis on the sampling site directly.

Key words: reference material, optic nanosensor system, disease marker, nutrition pollutant, dynamic light scattering, fluorescence

Введение

Направление разработки оптических наносенсорных систем в последние годы активно развивается, поскольку уникальные оптические свойства наноразмерных объектов позволяют осуществлять высокочувствительное детектирование химических веществ, микроорганизмов и биологических молекул, включая химические загрязнители пищевых продуктов и объектов окружающей среды, а также маркеров заболеваний [1]. Во многих случаях такие системы позволяют проводить экспресс-анализ непосредственно на месте взятия пробы (point of care diagnostics). Основой для оптических наносенсоров является измерение поглощения, флуоресценции или рассеяния света наночастицами, которые взаимодействуют с анализируемым веществом [2].

Широко распространены оптические наносенсорные системы, основанные на эффекте поверхностного

плазмонного резонанса [3] и на различных эффектах флуоресценции, таких как эффект резонансного переноса энергии флуоресценции (FRET) [4, 5], эффект переноса энергии возбуждения флуорофора [6, 7] или эффект внутреннего фильтра [8, 9]. Кроме того, существует большое количество наносенсорных систем на основе динамического рассеяния света (ДРС) [10–12]. Наносенсорные системы, предназначенные для количественного анализа, требуют построения градуировочных графиков, для чего необходимы стандартные образцы соответствующих аналитов. Требования, предъявляемые к стандартным образцам для наносенсорных систем, включают: соответствие диапазонов концентраций, простоту приготовления рабочих растворов из стандартных образцов, стабильность, чистоту, устойчивость к внешним воздействиям, а также согласование сред. В идеале матрикс стандартного образца

должен соответствовать матриксу образца, который мы собираемся в дальнейшем анализировать. К сожалению, на практике это условие не всегда реализуемо.

Во ФГУП «ВНИИОФИ» (г. Москва) были разработаны оптические наносенсорные системы на основе ДРС и флуоресценции [1, 13]. Система на основе ДРС разработана с использованием подхода конкурентного анализа и предназначена для определения антибиотика хлорамфеникола (торговое наименование левомицетин), противомикробного препарата, являющегося опасным загрязнителем пищевой продукции и питьевой воды, а также сточных вод [14]. Флуоресцентные наносенсорные системы предназначены для детектирования и количественного определения восстановленного глутатиона, маркера ишемического инсульта и ряда других заболеваний, и основаны на эффекте FRET и эффекте переноса энергии возбуждения квантовых точек. Для целей метрологического обеспечения измерений, выполняемых с помощью оптических наносенсорных систем на основе ДРС и флуоресценции, необходимо было разработать стандартные образцы, отвечающие сформулированным выше требованиям и позволяющие воспроизводить массовые концентрации восстановленного глутатиона и хлорамфеникола.

В настоящей статье мы хотим рассмотреть возможность разработки стандартных образцов предприятия, предназначенных для метрологического обеспечения методик измерений хлорамфеникола и восстановленного глутатиона. Определение аттестованных значений массовой концентрации этих аналитов производилось на основе результатов измерений массы, производимых с помощью аналитических весов, прослеживаемых к ГПЭ массы и объема, выполняемых с помощью дозаторов, прослеживаемых к ГПЭ объема жидкости. Метрологические характеристики высокоточных весов и дозаторов, имеющих во ФГУП «ВНИИОФИ», позволяют обеспечить расширенные неопределенности аттестованных значений массовой концентрации, не превышающие 4,0% для хлорамфеникола и 0,3% для восстановленного глутатиона.

Материалы и методы

Характеристики материала стандартного образца

Восстановленный глутатион

Глутатион (γ -L-Glutamyl-L-cysteinylglycine) – трипептид γ -глутамил-L-цистеинилглицин, состоящий из остатков глутаминовой кислоты, цистеина и глицина. Представляет собой белый кристаллический порошок или бесцветные кристаллы, легко растворим в воде, практически не растворим в метаноле и диэтиловом эфире [15].

Материалом-кандидатом для изготовления СОП восстановленного глутатиона был выбран коммерческий продукт фирмы Sigma-Aldrich, CAS № 70-18-8, кат. № PHR1359¹, со степенью чистоты не менее 98,5%. Представляет собой вторичный эталонный стандарт, разработанный в соответствии с ISO 17034 [16] и ISO/IEC17025 [17]. Вторичный эталонный стандарт был подготовлен гравиметрическим методом с использованием весов, аттестованных и откалиброванных в соответствии с требованиями ISO 17025. Во всех калибровках использовали гири, отслеживаемые по NIST, которые калибруются лабораторией, аккредитованной ISO 17025, в соответствии со стандартами NIST. Прослеживаемость к соответствующему первичному эталону достигается путем прямого сравнительного анализа.

Исследования по оценке однородности кандидата-материала СОП не проводились, так как применение СОП предполагает однократное растворение в деионизованной воде и использование всего имеющегося в пробирке количества материала СОП.

Хлорамфеникол

Хлорамфеникол (Chloramphenicol) – антибиотик, вещество которого представляет собой белый кристаллический порошок, тонкие кристаллы или продолговатые пластинки. Хорошо растворим в этаноле, растворим в этилацетате, плохо растворим в воде [18].

Материалом – кандидатом для изготовления СОП хлорамфеникола выбран коммерческий продукт фирмы Sigma-Aldrich, CAS № 56-75-7, кат. № C0378², со степенью чистоты не менее 98,0% (99%).

В качестве растворителя выбрали этанол, соответствующий ГОСТ 5962–2013 [19]. Исследования однородности материала-кандидата СОП не проводили, т. к. вследствие высокой растворимости хлорамфеникола в этаноле молекулы хлорамфеникола равномерно распределены по всему объему раствора за счет броуновской диффузии молекул в жидкости и их одинакового заряда, что обеспечивает близкие друг к другу расстояния между молекулами хлорамфеникола, СОП представляет собой истинный раствор и источники неопределенности, связанные с неоднородностью, отсутствуют.

¹ Pharmaceutical Secondary Standard; Certified Reference Material Glutathione 70-18-8 // Sigma-Aldrich [Сайт]. URL: <https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sial/phr1359?lang=en®ion=RU> (дата обращения: 15.04.2021)

² C0378 Chloramphenicol $\geq 98\%$ HPLC // Sigma-Aldrich [Сайт]. URL: <https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigma/c0378?lang=en®ion=RU> (дата обращения: 15.04.2021)

Для этих стандартных образцов была выбрана категория «стандартный образец предприятия» (СОП).

Определение аттестованных значений стандартного образца и оценивание расширенной неопределенности аттестованных значений

Восстановленный глутатион

Определение аттестованного значения СОП осуществлялось производителем материала для СОП, аккредитованным в соответствии с ISO/IEC17025. Для установления аттестованного значения СОП массовой доли восстановленного глутатиона использовалась методика аттестации, основанная на применении стандартного образца восстановленного глутатиона фармакопеи США (US glutathione reference standard).

При определении аттестованного значения массовой доли восстановленного глутатиона использовался метод высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Условия проведения измерений:

- Колонка: Ascentis Express C18, 4,6×50 мм, 2,7 мкм.
- Подвижная фаза: 6,8 г/л K_2HPO_4 и 2,02 г/л гептансульфоната натрия в воде (pH 3,3) – метанол (96:4).
- Скорость потока: 1 мл/мин.
- Температура исследования: 30 °С.
- Объем пробы: 3 мкл.
- Длина волны детектирования: 210 нм.

В соответствии с данной методикой с помощью стандартного образца глутатиона Фармакопеи США (USP) USP LOT R106J0 с содержанием восстановленного глутатиона 0,99 мг/мг проводили предварительную

калибровку высокоэффективного жидкостного хроматографа с последующим измерением массовой доли восстановленного глутатиона в материале разрабатываемого СОП.

Метрологическая прослеживаемость аттестованного значения СОП устанавливается к стандартному образцу восстановленного глутатиона фармакопеи США.

Хлорамфеникол

Аттестованное значение материала – кандидата СОП хлорамфеникола устанавливали расчетным путем по процедуре приготовления, при этом прослеживаемость значений массовой концентрации достигали путем использования средств измерения массы (аналитических весов), прослеживаемых к Государственному первичному эталону единицы массы ГЭТ 3–2020³, и средств измерения объема жидкости (дозатора), прослеживаемых к Государственному первичному эталону единицы объема жидкости ГЭТ 216–2018⁴. Схема метрологической прослеживаемости результатов измерений массовой концентрации хлорамфеникола представлены на рис. 1.

³ ГЭТ 3–2020 Государственный первичный эталон единицы массы (килограмма) // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/1385582>. (дата обращения: 15.04.2021)

⁴ ГЭТ 216–2018 Государственный первичный эталон единицы объема жидкости в диапазоне от 1,0·10⁻⁹ м³ до 1,0 м³ // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397905>. (дата обращения: 15.04.2021)



Рис. 1. Схема метрологической прослеживаемости измерений массовой концентрации хлорамфеникола

Fig. 1. Scheme of metrological traceability of chloramphenicol mass concentration measurements

Для установления аттестованного значения СОП массовой концентрации хлорамфеникола использовали методику аттестации, основанную на расчетно-экспериментальном методе по процедуре приготовления [20]. Для определения аттестованных значений массовой концентрации хлорамфеникола использовали следующие средства измерений.

- Весы лабораторные общего назначения I класса точности по ГОСТ OIML R76-1-2011 [21] с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более $\pm 0,0001$ г.
- Гиря эталонная массой 1 мг⁵ по ГОСТ OIML R111-1-2009 [22].
- Дозатор пипеточный с переменным объемом от 1000 до 10000 мкл⁶. Предел допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности $\pm 1,0\%$. Предел допускаемого среднеквадратичного отклонения случайной составляющей относительной погрешности 1,0%.
- Измеритель параметров микроклимата Метеоскоп-М⁷.

В предварительно взвешенный стеклянный стаканчик для взвешивания с крышкой вместимостью не менее 10 см³ помещали навеску хлорамфеникола массой 0,05 г куда с помощью дозатора добавляли 5 см³ этанола. Стаканчик для взвешивания закрывали крышкой и тщательно перемешивали его содержимое до полного растворения хлорамфеникола в этаноле, после чего полученный раствор переводили в тару для хранения СОП.

При измерении массы навески хлорамфеникола и не переведенного в раствор остатка хлорамфеникола в стеклянном стаканчике для взвешивания с крышкой процедура взвешивания проводили следующим образом.

На чашку весов помещали стаканчик для взвешивания с крышкой и производили его взвешивание 5 раз. На ту же чашу весов добавляли эталонную гирю массой 1 мг (действительное значение массы 1,001 мг) и производили ее взвешивание вместе со стаканчиком для взвешивания с крышкой 5 раз.

⁵ Гири классов точности E1, E2, F1, F2 и M1 (номер в госреестре 36068–07) // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/345346>. (дата обращения: 15.04.2021)

⁶ Дозаторы пипеточные одно- и многоканальные (номер в госреестре 37432–13) // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/346979>. (дата обращения: 15.04.2021)

⁷ Измерители параметров микроклимата (номер в госреестре 32014–11) // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/340205>. (дата обращения: 15.04.2021)

Рассчитывали цену одного дискретного отсчета весов (δm) по формуле:

$$\delta m = \frac{1 \text{ мг}}{(n_{\delta+г} - n_{\delta})}, \quad (1)$$

где $n_{\delta+г}$ – среднее число дискретных отсчетов при взвешивании стаканчика для взвешивания с крышкой с гирей; n_{δ} – среднее число дискретных отсчетов при взвешивании чистого стаканчика для взвешивания.

С чашки весов удаляли эталонную гирю, а в стаканчик для взвешивания с крышкой помещали навеску хлорамфеникола и производили взвешивание с навеской 5 раз.

Рассчитывали массу навески (m_n) по формуле:

$$m_n = (n_{\delta+n} - n_{\delta}) \cdot 1 \text{ мг}, \quad (2)$$

где $n_{\delta+n}$ – показания весов при взвешивании стаканчика для взвешивания с крышкой и навеской хлорамфеникола, мг; n_{δ} – показания весов при взвешивании стаканчика для взвешивания с крышкой без хлорамфеникола, мг.

Массовую концентрацию хлорамфеникола в растворе C (мг/дм³) рассчитывали по формуле:

$$C = \frac{1000 \cdot (m_n - m_o)}{V}, \quad (3)$$

где m_n – масса навески хлорамфеникола, взятой для приготовления СОП, г; m_o – масса не переведенного в раствор остатка хлорамфеникола, г; V – объем этанола, взятого для приготовления СОП, см³.

Массу не переведенного в раствор остатка СОП в стаканчике для взвешивания определяли по формуле 2, в соответствии с вышеописанной процедурой.

Количественная оценка стандартной неопределенности аттестованного значения СОП связана с определением массы навески хлорамфеникола и объемом этанола, используемых для приготовления СОП.

Согласно описанию типа на весы лабораторные аналитические марки Ohaus Explorer Pro модификации EP114C I класса точности, с дискретностью 0,1 мг⁸ систематическая погрешность взвешивания составляет 0,75 мг. Аддитивная составляющая систематической погрешности была исключена методом компенсации погрешности по знаку, который предполагает проведение измерений таким образом, чтобы погрешность измерений вошла бы один раз с одним знаком,

⁸ Весы электронные (номер в госреестре 16313–08) // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/315230>. (дата обращения: 15.04.2021)

а другой раз – с противоположным. В соответствии с этим при определениях массы навески хлорамфеникола и не переведенного в раствор остатка производили по два взвешивания, при одном из которых взвешивали чистую лабораторную посуду, а при другом взвешивали – лабораторную посуду с навеской хлорамфеникола или с не переведенным в раствор остатком. Массу навески определяли как разность между результатами двух названных взвешиваний, в результате чего аддитивную часть систематической погрешности исключали. Неисключенную (мультипликативную) часть систематической погрешности принимали равной дискретности весов, т. е. 0,1 мг. Таким образом, расширенную неопределенность типа В, связанную с техническими характеристиками весов, принимали равной неисключенной части систематической погрешности. В соответствии с этим стандартную неопределенность типа В определяли по формуле:

$$u_B = \frac{d}{1,96}, \quad (4)$$

где d – дискретность используемых весов, т. е. 0,1 мг.

Стандартную неопределенность типа А, связанную с взвешиванием навески хлорамфеникола, оценивали по формуле:

$$u_A = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (m_i - m_{cp})^2}{n(n-1)}}, \quad (5)$$

где m_i – результаты измерений массы навески хлорамфеникола, мг; m_{cp} – среднее арифметическое значение массы навески хлорамфеникола по n измерениям, мг; n – количество измерений массы навески хлорамфеникола.

Стандартную неопределенность (u_V), связанную с объемом этанола, оценивали, используя данные из свидетельства о поверке используемого пипеточного дозатора, и рассчитывали по формуле:

$$u_V = \sqrt{u_A^2 + u_B^2}, \quad (6)$$

где u_A – стандартная неопределенность типа А, принятая равной пределу допускаемого СКО случайной составляющей относительной погрешности, см³, u_B – стандартная неопределенность типа В, принятая равной пределу допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности, см³.

Согласно описанию типа на пипеточный дозатор переменного объема от 1000 до 10000 мкл⁶ предел допускаемого значения СКО случайной составляющей

относительной погрешности составляет 1,0%, предел допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности составляет $\pm 1,0\%$. Значения стандартной неопределенности типа А и типа В принимают равными, соответственно, пределу допускаемого среднеквадратичного отклонения случайной составляющей относительной погрешности и пределу допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности измерения объема этанола.

Суммарную стандартную неопределенность аттестованного значения СОП от способа установления аттестованного значения СОП (u_c) оценивали по формуле:

$$u_c = 100 \cdot \sqrt{\left(\frac{1,41 \cdot u_B}{m_n - m_o}\right)^2 + \left(\frac{u_V}{V}\right)^2}, \quad (7)$$

где u_c – суммарная стандартная неопределенность массовой концентрации хлорамфеникола в стандартном образце, %; u_B – стандартная неопределенность измерения массы при взвешивании, мг; u_n – масса навески хлорамфеникола, взятой для приготовления стандартного образца, мг; u_o – масса не переведенного в раствор остатка хлорамфеникола, мг; u_V – стандартная неопределенность измерения объема, обусловленная дозатором, см³; V – добавленный объем этанола, взятый для приготовления суспензии, см³.

Суммарную стандартную неопределенность аттестованного значения (u) принимали равной стандартной неопределенности от способа установления аттестованного значения СОП:

$$u = u_c, \quad (8)$$

где u_c – стандартная неопределенность от способа установления аттестованного значения СОП, %.

Расширенная неопределенность (при $k=2$) аттестованного значения СОП оценивалась по формуле:

$$U_p = 1,96 \cdot u. \quad (9)$$

Результаты расчета суммарной стандартной и расширенной неопределенностей приведены в табл. 1.

Исследования стабильности материала для обоих СОП не проводили, так как установленный срок годности разрабатываемых СОП значительно меньше, чем установленный срок годности исходного материала СОП. Срок годности СОП восстановленного глутатиона составляет 6 месяцев при сроке годности материала СОП 3 года, а срок годности СОП хлорамфеникола составляет 1 месяц при сроке годности материала СОП (хлорамфеникола) 4 года.

Таблица 1. Результаты характеристик неопределенностей СОП хлорамфеникола
Table 1. Results of uncertainty characteristics of ERM for chloramphenicol

Характеристика неопределенности СОП	Результат расчета, %
Стандартная неопределенность от способа установления аттестованного значения СОП	2,0
Суммарная стандартная неопределенность	2,0
Расширенная неопределенность аттестованного значения при коэффициенте охвата $k=2$	4,0

Результаты и обсуждения

Восстановленный глутатион

Для воспроизведения массовой концентрации восстановленного глутатиона мы разработали СОП массовой доли восстановленного глутатиона. Метрологическими характеристиками СОП восстановленного глутатиона являются массовая доля восстановленного глутатиона в составе СОП и значение расширенной неопределенности аттестованного значения при коэффициенте охвата $k=2$ (табл. 2). СОП представляет собой порошок с массовой долей аналита 98,5% и предназначен для приготовления рабочих растворов заданной концентрации непосредственно перед их использованием. В качестве растворителя используется деионизованная вода. СОП предназначен для поверки, калибровки, градуировки средств измерений, а также контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний; контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений, применяемых на предприятии, при определении массовой концентрации восстановленного глутатиона в воде и других жидких и биологических средах с помощью оптической наносенсорной системы на основе флуоресценции.

В первую очередь разработанный СОП предназначен для построения градуировочных графиков при определении восстановленного глутатиона в неизвестных образцах, поскольку в разработанных ФГУП «ВНИИОФИ»

наносенсорных системах существует прямая зависимость интенсивности флуоресценции квантовых точек от концентрации восстановленного глутатиона. Например, градуировочный график, построенный для измерения концентрации восстановленного глутатиона в образцах плазмы человеческой крови с помощью системы, основанной на эффекте переноса энергии возбуждения квантовых точек, представлен на рис. 2. Разработанная система позволяет определять восстановленный глутатион в диапазоне концентраций от 0 до 100 мкмоль/дм³, что соответствует физиологической концентрации глутатиона в плазме крови.

Хлорамфеникол

Для воспроизведения массовой концентрации хлорамфеникола был разработан СОП с метрологическими характеристиками, представленными массовой концентрацией хлорамфеникола в этаноле и значением расширенной неопределенности аттестованного значения при коэффициенте охвата $k=2$ (табл. 2). СОП представляет собой раствор хлорамфеникола в этаноле с массовой концентрацией 10,0 г/дм³, предполагается его разбавление для приготовления рабочих растворов заданной концентрации непосредственно перед использованием. Назначение СОП: поверка, калибровка, градуировка средств измерений, а также контроль метрологических характеристик при проведении их

Таблица 2. Метрологические характеристики разработанных СОП
Table 2. Metrological characteristics for developed ERM

Стандартный образец предприятия	Наименование аттестуемой характеристики	Аттестованное значение	Расширенная неопределенность аттестованного значения при $k = 2$, %
Восстановленный глутатион	Массовая доля, %	98,5	$\pm 0,3$
Хлорамфеникол	Массовая концентрация, г/дм ³	10,0	$\pm 4,0$

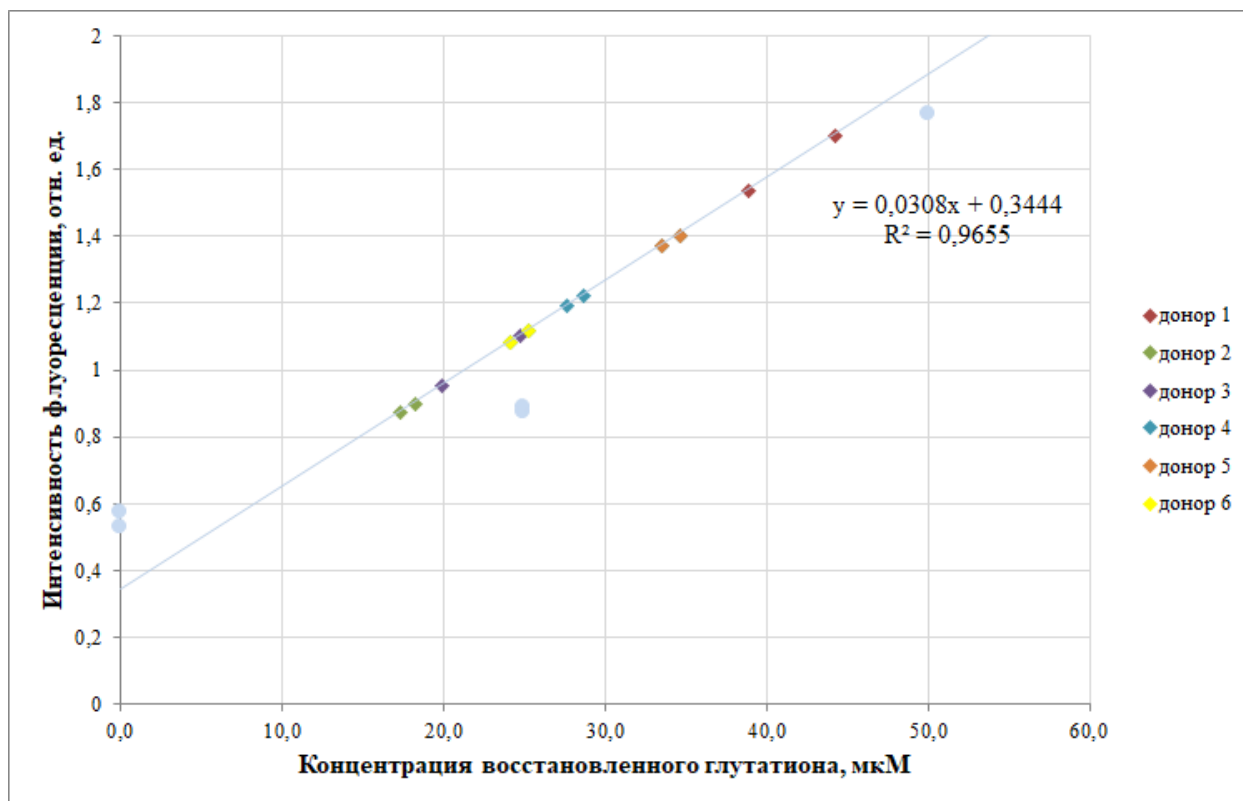


Рис. 2. Градуировочный график и значения концентраций восстановленного глутатиона в плазме, определенные с помощью наносенсорной системы на основе эффекта переноса энергии возбуждения квантовых точек

Fig 2. Calibration chart and values of reduced glutathione concentration in plasma determined with nanosensor system on the base of quantum dots excitation energy carry-over effect

испытаний; контроль точности результатов измерений и аттестации методик измерений, применяемых на предприятии, при определении массовой концентрации хлорамфеникола в воде и жидких и биологических средах, в т. ч. в продуктах питания, пищевом сырье, объектах окружающей среды.

На рис. 3 представлен пример градуировочного графика, построенного для измерения массовой концентрации хлорамфеникола методом ДРС с помощью наносенсорной системы на основе конкурентного анализа, разработанной ФГУП «ВНИИОФИ».

Заключение

В настоящей статье мы рассмотрели возможность разработки стандартных образцов предприятия, предназначенных для метрологического обеспечения методик измерений хлорамфеникола и восстановленного глутатиона с помощью оптических наносенсорных систем, для определения антибиотика хлорамфеникола (торговое наименование левомицетин) и детектирования, а также количественного

определения восстановленного глутатиона, маркера ишемического инсульта и ряда других заболеваний. Аттестованное значение СОП хлорамфеникола прослеживаются к ГЭТ 3–2020 и ГЭТ 216–2018, а аттестованное значение СОП восстановленного глутатиона прослеживается к стандартному образцу восстановленного глутатиона фармакопей США.

Разработанные СОП хлорамфеникола и восстановленного глутатиона в дальнейшем могут быть аттестованы в качестве стандартного образца утвержденного типа и использованы для поверки, калибровки, градуировки разрабатываемых компактных детектирующих устройств типа «point of care diagnostics», предназначенных для экспресс-анализа непосредственно на месте взятия пробы.

Благодарности

Авторы выражают признательность ведущему научному сотруднику лаборатории аналитической спектроскопии и метрологии наночастиц ФГУП «ВНИИОФИ» доктору технических наук Левину Александру

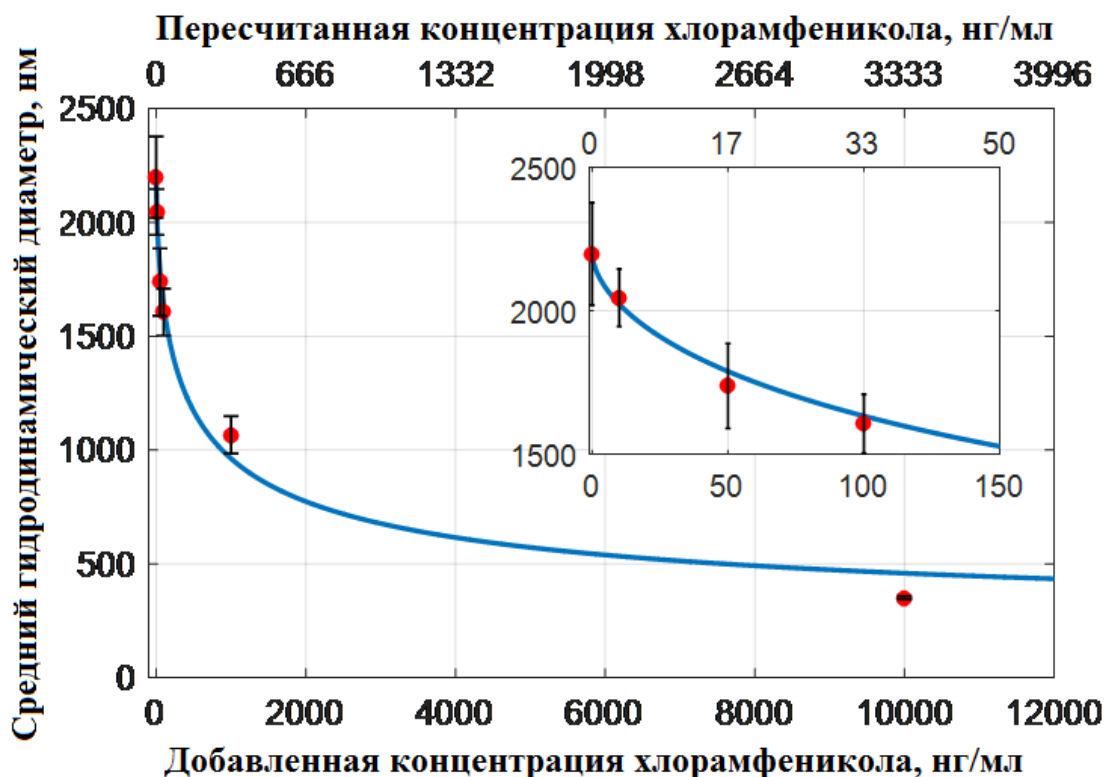


Рис. 3. Зависимость размеров функционализированных золотых наночастиц от концентрации хлорамфеникола в водном растворе

Fig. 3. Functionalized gold nanoparticles size dependence on chloramphenicol concentration in aqueous liquid

Давидовичу за проведенные расчеты и помощь в подготовке к публикации.

Все измерения проводили с использованием оборудования ФГУП «ВНИИОФИ».

Вклад соавторов

Юшина А. А.: сбор литературных данных, составление технического задания; получение и обработка экспериментальных данных, анализ экспериментальных данных.

Аленичев М. К.: разработка концепции исследования, получение и обработка экспериментальных данных, оформление документов по испытаниям СО в целях утверждения типа.

Конфликт интересов

Материал статьи подготовлен на основе доклада, представленного на IV Международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях» (С.-Петербург, 1–3 декабря 2020 г.). Статья допущена к публикации после доработки материалов тезисов доклада, оформления статьи и проведения процедуры рецензирования.

Переводная версия статьи на английском языке планируется к публикации в книге Medvedevskikh S., Sobina E., Kremleva O., Okrepilov M. (eds.). Reference Materials in Measurement and Technology. RMMT 2020. Switzerland: Springer, Cham.

ЛИТЕРАТУРА

1. Флуоресцентный наносенсор на коллоидных квантовых точках для определения восстановленного глутатиона / Аленичев М. К. [и др.] // Измерительная техника. 2019. № 9. С. 16–21.
2. Yarak M. T., Tan Y. N. Recent Advances in metallic nanobiosensors development: colorimetric, dynamic light scattering and fluorescence detection // Sensors international. 2020. P. 100049. <https://doi.org/10.1016/J.SINTL.2020.100049>.
3. Detection of chloramphenicol using a novel apta-sensing platform based on aptamer terminal-lock in milk samples / M. Javidi [et al.] // Analytica chimica Acta. 2018. Vol. 1039. P. 116–123. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2018.07.041>.
4. A sensitive label-free FRET probe for glutathione based on CdSe/ZnS quantum dots and MnO₂ nanosheets / Y. Mi [et al.] // Analytical methods. 2018. Vol. 10. № 34. P. 4170–4177. <https://doi.org/10.1039/C8AY01532E>.

5. Ambrin G., Kausar H., Ahmad A. Designing and construction of genetically encoded FRET-based nanosensor for qualitative analysis of digoxin // *Journal of biotechnology*. 2020. Vol. 323. P. 322–330. <https://doi.org/10.1016/j.jbiotec.2020.09.008>.
6. Liu J. et al. Highly selective detection of glutathione using a quantum-dot-based OFF–ON fluorescent probe // *Chemical communications*. 2010. Vol. 46. № 17. P. 2971–2973. <https://doi.org/10.1039/b924299f>.
7. Yu L. et al. A fluorescent switch sensor for glutathione detection based on Mn-doped CdTe quantum dots-methyl viologen nanohybrids // *Journal of fluorescence*. 2016. Vol. 26. № 2. P. 651–660. <https://doi.org/10.1007/s10895-015-1751-6>.
8. Wu D. et al. Fluorometric determination and imaging of glutathione based on a thiol-triggered inner filter effect on the fluorescence of carbon dots // *Microchimica Acta*. 2017. Vol. 184. № 7. P. 1923–1931. <https://doi.org/10.1007/s00604-017-2187-2/>
9. Rezaei B., Shahshahanipour M., Ensafi A. A. In situ production of silver nanoparticles for high sensitive detection of ascorbic acid via inner filter effect // *Materials Science and Engineering: C*. 2017. Vol. 71. P. 663–668. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2016.10.046>.
10. Heng T., Bott S., Huo Q. Techniques for accurate sizing of gold nanoparticles using dynamic light scattering with particular application to chemical and biological sensing based on aggregate formation // *ACS applied materials & interfaces*. 2016. Vol. 8. № 33. P. 21585–21594. <https://doi.org/10.1021/acsami.6b06903>.
11. Mustafaoglu N., Kiziltepe T., Bilgicer B. Site-specific conjugation of an antibody on a gold nanoparticle surface for one-step diagnosis of prostate specific antigen with dynamic light scattering // *Nanoscale*. 2017. Vol. 9. № 25. P. 8684–8694. <https://doi.org/10.1039/C7NR03096G>.
12. A rapid blood test to determine the active status and duration of acute viral infection / T. Zheng [et al.] // *ACS infectious diseases*. 2017. Vol. 3. № 11. P. 866–873. <https://doi.org/10.1021/acsinfecdis.7b00137>.
13. Dynamic light scattering biosensing based on analyte-induced inhibition of nanoparticle aggregation / A. D. Levin [et al.] // *Analytical and bioanalytical chemistry*. 2020. Vol. 412. P. 3423–3431. <https://doi.org/10.1007/s00216-020-02605-9>.
14. Разработка методики определения хлорамфеникола в мясных продуктах / Уланова Т. С. [и др.] // *Анализ риска здоровью*. 2013. № 4. С. 82–90. <https://doi.org/10.21668/health.risk/2013.4.11>.
15. Alanazi A. M., Mostafa G. A. E., Al-Badr A. A. Glutathione // *Profiles of drug substances, excipients and related methodology*. 2015. Vol. 40. P. 43–158.
16. ISO Guide 35–2015 Стандартные образцы – Общие и статистические принципы сертификации (аттестации). Москва: Стандартинформ, 2016. 61 с.
17. ГОСТ ISO/IEC17025–2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. Москва: Стандартинформ, 2019. 25 с.
18. Государственная фармакопея Российской Федерации. Издание XIV. Том III. Лекарственные средства синтетического и минерального происхождения // Федеральная электронная медицинская библиотека [сайт]. URL: <http://femb.ru/femb/pharmacopea.phr>. (дата обращения: 15.01.2021).
19. ГОСТ 5962–2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия. Москва: Стандартинформ, 2014. 9 с.
20. PMГ 93–2015 Государственная система обеспечения единства измерений. Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов // Электронный фонд правовых и нормативно-технических документов [сайт]. URL: <https://beta.docs.cntd.ru/document/1200138923> (дата обращения: 15.01.2021)
21. ГОСТ OIML R76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания (с Поправкой). Москва: Стандартинформ, 2013. 140 с.
22. Государственная система обеспечения единства измерений. Гири классов точности Е (индекса 1), Е (индекса 2), F (индекса 1), F (индекса 2), М (индекса 1), М (индекса 1–2), М (индекса 2), М (индекса 2–3) и М (индекса 3). Часть 1. Метрологические и технические требования. Москва: Стандартинформ, 2012. 102 с.

REFERENCE

1. Alenichev M. K., Yushina A. A., Drozhennikova E. B., Filimonov I. S., Levin A. D., Baranova O. A., Chekanov A. V. Fluorescent nanosensors based on colloidal quantum dots for the determination of reduced glutathione. *Measurement techniques*. 2019;62 (9) 16–21. <https://doi.org/10.1007/s11018-019-01695-x>.
2. Yarak M. T., Tan Y. N. Recent Advances in metallic nanobiosensors development: colorimetric, dynamic light scattering and fluorescence detection. *Sensors international*. 2020;100049. <https://doi.org/10.1016/J.SINTL.2020.100049>.
3. Javidi M., Housaindokht M. R., Verdian A., Razavizadeh B. M. Detection of chloramphenicol using a novel apta-sensing platform based on aptamer terminal-lock in milk samples. *Analytica chimica Acta*. 2018;1039:116–123. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2018.07.041>.
4. Mi Y., Lei X., Han H., Liang J., Liu L. A sensitive label-free FRET probe for glutathione based on CdSe/ZnS quantum dots and MnO₂ nanosheets. *Analytical methods*. 2018;10(34):4170–4177. <https://doi.org/10.1039/C8AY01532E>.
5. Ambrin G., Kausar H., Ahmad A. Designing and construction of genetically encoded FRET-based nanosensor for qualitative analysis of digoxin. *Journal of biotechnology*. 2020; 323:322–330. <https://doi.org/10.1016/j.jbiotec.2020.09.008>.
6. Liu J., Bao C., Zhong X., Zhao C., Zhu L. Highly selective detection of glutathione using a quantum-dot-based OFF–ON fluorescent probe. *Chemical communications*. 2010;46(17):2971–2973. <https://doi.org/10.1039/b924299f>.
7. Yu L., Li L., Ding Y., Lu Y. A fluorescent switch sensor for glutathione detection based on Mn-doped CdTe quantum dots-methyl viologen nanohybrids. *Journal of fluorescence*. 2016;26(2):651–660. <https://doi.org/10.1007/s10895-015-1751-6>.

8. Wu D., Li G., Chen X., Qiu N., Shi X., G. Chen et al. Fluorometric determination and imaging of glutathione based on a thiol-triggered inner filter effect on the fluorescence of carbon dots. *Microchimica Acta*. 2017;184(7):1923–1931. <https://doi.org/10.1007/s00604-017-2187-2>.
9. Rezaei B., Shahshahanipour M., Ensafi A. A. In situ production of silver nanoparticles for high sensitive detection of ascorbic acid via inner filter effect. *Materials Science and Engineering. C*. 2017;71:663–668. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2016.10.046>.
10. Zheng T., Bott S., Huo Q. Techniques for accurate sizing of gold nanoparticles using dynamic light scattering with particular application to chemical and biological sensing based on aggregate formation. *ACS applied materials & interfaces*. 2016;8(33):21585–21594. <https://doi.org/10.1021/acsami.6b06903>.
11. Mustafaoglu N., Kiziltepe T., Bilgicer B. Site-specific conjugation of an antibody on a gold nanoparticle surface for one-step diagnosis of prostate specific antigen with dynamic light scattering. *Nanoscale*. 2017;9(25):8684–8694. <https://doi.org/10.1039/C7NR03096G>.
12. Zheng T., Finn C., Parrett C. J., Dhume K., Hwang J. H., Sidhom D. A rapid blood test to determine the active status and duration of acute viral infection. *ACS infectious diseases*. 2017;3(11):866–873. <https://doi.org/10.1021/acsinfecdis.7b00137>.
13. Levin A. D., Ringaci A., Alenichev M. K., Drozhzhennikova E. B., Shevchenko K. G., Cherkasov V. R., Nikitin M. P., Nikitin P. I. Dynamic light scattering biosensing based on analyte-induced inhibition of nanoparticle aggregation. *Analytical and bioanalytical chemistry*. 2020;412: 3423–3431. <https://doi.org/10.1007/s00216-020-02605-9>.
14. Ulanova T. S., Karnazhetskaya T. D., Pshenichnikova Ye. O., Nakhieva E. A. The development of a method for chloramphenicol determination in meat products. *Health Risk Analysis*. 2013;(4):82–90. <https://doi.org/10.21668/health.risk/2013.4.11>.
15. Alanazi A. M., Mostafa G. A. E., Al-Badr A. A. Glutathione. In: *Profiles of drug substances, excipients and related methodology*. 2015;(40):43–158.
16. GOST ISO Guide 35–2015 Reference materials. General and statistical principles for certification. Moscow, Standartinform Publ., 2016, 61 p. (In Rus.)
17. GOST ISO/IEC17025–2019 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. Moscow, Standartinform Publ., 2019, 25 p. (In Rus.)
18. State Pharmacopoeia of the Russian Federation. Edition XIV. Volume III. Medicines of synthetic and mineral origin. Federal Electronic Medical Library. Available at: <http://femb.ru/femb/pharmacopea.php>.
19. GOST 5962–2013 Rectified ethyl alcohol from food raw materials. Technical conditions. Moscow, Standartinform Publ., 2014, 9 p. (In Rus.)
20. RMG 93–2015 State system for ensuring the uniformity of measurements. Estimation of metrological characteristics of reference materials. (In Rus.) Available at: <https://beta.docs.cntd.ru/document/1200138923>.
21. GOST OIML R76-1-2011 State system for ensuring the uniformity of measurements. Non-automatic weighing instruments. Part 1. Metrological and technical requirements. Tests. Moscow, Standartinform Publ., 2013, 140 p. (In Rus.)
22. State system for ensuring the uniformity of measurements. Weights of classes E1, E2, F1, F2, M1, M1–2, M2, M2–3 and M3. Part 1. Metrological and technical requirements. Moscow, Standartinform Publ., 2012, 102 p. (In Rus.)

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Анна Андреевна Юшина – инженер лаборатории аналитической спектроскопии и метрологии наночастиц
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений» (ФГУП «ВНИИОФИ»).
119361, Россия, г. Москва,
ул. Озерная, 46
e-mail: leighstranger@yandex.ru

Михаил Константинович Аленичев – научный сотрудник лаборатории аналитической спектроскопии и метрологии наночастиц
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений» (ФГУП «ВНИИОФИ»).
119361, Россия, г. Москва,
ул. Озерная, 46
e-mail: alenichev@vniiofi.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Anna A. Yushina – engineer of Laboratory of optical spectral devices the All-Russian Scientific Research Institute for Optical and Physical Measurements.
46 Ozernaya str., Moscow,
119361, Russia
e-mail: leighstranger@yandex.ru

Mikhail K. Alenichev – researcher of laboratory of optical spectral devices the All-Russian Research Institute for Optical and Physical Measurements Federal State Unitary Enterprise.
46 Ozernaya str., Moscow,
119361, Russia
e-mail: alenichev@vniiofi.ru

■ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РЕЕСТР УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СО ПРЕДСТАВЛЕННЫЙ В РАЗДЕЛЕ ФИФ

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

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

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

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

СВЕДЕНИЯ О НОВЫХ ТИПАХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

В. В. Суслова

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

В этом разделе продолжается публикация сведений о типах стандартных образцов, которые были утверждены Приказами Росстандарта на конец 2020 г. в соответствии с Административным регламентом, в который были внесены изменения согласно Приказу Росстандарта N1404 от 17.08.2020 г. «О внесении изменений в Административный регламент по предоставлению Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии государственной услуги по утверждению типа стандартных образцов или типа средств измерений» (утв. приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 ноября 2018 г. N2346). Изменения внесены в целях реализации Федерального закона от 27 декабря 2019 г. N496-ФЗ «О внесении изменений в Федеральный закон «Об обеспечении единства измерений».

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

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

**ГСО 11624–2020 СО СОСТАВА РУДЫ
ЗОЛОТОСОДЕРЖАЩЕЙ МЕСТОРОЖДЕНИЯ
«АЛЕКСАНДРА» (IRG-79–2020)**

СО предназначен для аттестации (валидации) методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли золота пробирным, пробирно-атомно-абсорбционным, пробирно-атомно-эмиссионным с индуктивно связанной плазмой и атомно-абсорбционным методами.

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

Область применения: геология, цветная металлургия.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент
Аттестованная характеристика СО: массовая доля золота, млн^{-1} (г/т)

СО представляет собой порошок руды золотосодержащей месторождения «Александра» с размером зерен не более 0,100 мм, расфасованный по 800 г в полиэтиленовые банки с плотно закрывающимися крышками и этикеткой.

**ГСО 11625–2020 СО СОСТАВА РУДЫ
ЗОЛОТОСОДЕРЖАЩЕЙ МЕСТОРОЖДЕНИЯ
«АДУЛЯРОВСКОЕ» (IRG-80–2020)**

СО предназначен для аттестации (валидации) методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли золота пробирным, пробирно-атомно-абсорбционным, пробирно-атомно-эмиссионным с индуктивно связанной плазмой и атомно-абсорбционным методами; массовой доли серебра пробирным, атомно-абсорбционным, атомно-эмиссионным с индуктивно связанной плазмой методами.

СО может применяться: для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; для поверки средств измерений при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений; для калибровки средств

измерений при условии соответствия его метрологических и технических характеристик требованиям методик калибровки.

Область применения: геология, цветная металлургия.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: массовая доля золота, серебра, млн^{-1} (г/т)

СО представляет собой порошок руды золотосодержащей месторождения «Адуляровское» с размером зерен не более 0,100 мм, расфасованный по 800 г в полиэтиленовые банки с плотно закрывающимися крышками и этикеткой.

**ГСО 11626–2020 СО pH ВОДНОЙ ВЫТЯЖКИ
НЕФТЕПРОДУКТОВ (ВКЩ-01-СХ)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений pH водной вытяжки нефтепродуктов по ГОСТ 6307–75.

Область применения: нефтяная, нефтехимическая, нефтеперерабатывающая, химическая промышленности.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: pH водной вытяжки СО представляет собой гомогенную смесь органической кислоты с н-бутанолом и минеральным маслом, расфасованную в стеклянные флаконы, снабженные полиэтиленовыми пробками и закрывающимися крышками, этикетками, объем материала во флаконе не менее 100 см^3 .

**ГСО 11627–2020 СО pH ВОДНОЙ ВЫТЯЖКИ
НЕФТЕПРОДУКТОВ (ВКЩ-02-СХ)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений pH водной вытяжки нефтепродуктов по ГОСТ 6307–75.

Область применения: нефтяная, нефтехимическая, нефтеперерабатывающая, химическая промышленности.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: pH водной вытяжки СО представляет собой минеральное масло, расфасованное в стеклянные флаконы, снабженные полиэтиленовыми пробками и закрывающимися крышками и этикетками, объем материала во флаконе не менее 100 см^3 .

**ГСО 11628–2020 СО pH ВОДНОЙ ВЫТЯЖКИ
НЕФТЕПРОДУКТОВ (ВКЩ-03-СХ)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений pH водной вытяжки нефтепродуктов по ГОСТ 6307–75.

Область применения: нефтяная, нефтехимическая, нефтеперерабатывающая, химическая промышленности.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: рН водной вытяжки СО представляет собой гомогенную смесь органического основания с н-бутанолом и минеральным маслом, расфасованную в стеклянные флаконы, снабженные полиэтиленовыми пробками и закручивающимися крышками, этикетками, объем материала во флаконе не менее 100 см³.

ГСО 11629-2020 СО ПРЕДЕЛЬНОЙ ТЕМПЕРАТУРЫ ФИЛЬТРУЕМОСТИ ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА НА ХОЛОДНОМ ФИЛЬТРЕ (ПТФ-СХ)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений предельной температуры фильтруемости дизельного топлива на холодном фильтре по ГОСТ 22254–92, ГОСТ Р 54269–2010, ГОСТ EN116–2013, ГОСТ 33755–2016, аттестации методик измерений предельной температуры фильтруемости дизельного топлива на холодном фильтре, контроля метрологических характеристик средств измерений предельной температуры фильтруемости дизельного топлива на холодном фильтре при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа при условии соответствия СО обязательным требованиям, установленным в методиках испытаний.

СО может применяться для поверки средств измерений предельной температуры фильтруемости дизельного топлива на холодном фильтре, при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений.

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

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: предельная температура фильтруемости дизельного топлива на холодном фильтре, град. Цельсия

СО представляет собой дизельное топливо по ГОСТ Р 52368–2005. СО расфасованы во флаконы из темного стекла с закручивающейся крышкой и этикеткой, объем материала СО во флаконе 60 см³.

ГСО 11630-2020 СО СОСТАВА РАСТВОРА СМЕСИ ТРИГЛИЦЕРИДОВ ЖИРНЫХ КИСЛОТ В ВОДОРАСТВОРИМОЙ МАТРИЦЕ (СО ТЖВМ-10)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой

концентрации жиров в питьевых, природных, очищенных сточных и сточных водах по ПНД Ф 14.1:2.189–02 (ФР.1.31.2017.26184), ПНД Ф 14.1:2.4.273-2012 (ФР.1.31.2017.26180), ПНД Ф 14.1:281–15 (ФР.1.31.2015.21893), ПНД Ф 14.1:2.122–97 (ФР.1.31.2014.18108), РД 52.24.504-2010 ИК-спектрофотометрическим и гравиметрическим методами измерений.

Область применения: охрана окружающей среды, здравоохранение, пищевая и перерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный

Аттестованная характеристика СО: массовая концентрация суммы триглицеридов жирных кислот, г/дм³ СО представляет собой раствор триглицеридов жирных кислот в водорастворимой органической матрице, расфасованный в стеклянные ампулы вместимостью 10 см³. Объем СО в ампуле – не менее 5 см³. Ампулы упакованы по 5 штук в пластиковую коробку, предохраняющую их от повреждений. На ампулы и коробку наклеены этикетки.

ГСО 11631-2020 СО СОСТАВА ДОКСИЦИКЛИНА ГИКЛАТА

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли доксициклина гиклата в лекарственных средствах, в состав которых входит доксициклина гиклат. СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик калибровки средств измерений; аттестации методик измерений массовой доли доксициклина гиклата в продуктах питания и продовольственном сырье, кормах для животных, объектах окружающей среды и контроля точности результатов измерений с применением метода добавок; определения подлинности доксициклина гиклата в лекарственных средствах; определения чувствительности патогенных микроорганизмов к доксициклину гиклату.

Область применения: ветеринария, осуществление мероприятий государственного контроля (надзора), пищевая промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля доксициклина гиклата, %

СО представляет собой субстанцию доксициклина гиклата, гигроскопичный порошок желтого цвета;

материал расфасован по (50 ± 10) мг в запаянные стеклянные ампулы, снабженные этикетками.

ГСО 11632-2020 СО СОСТАВА ТИЛОЗИНА ТАРТРАТА

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли тилозина в лекарственных средствах, в состав которых входит тилозин.

СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики калибровки средств измерений; аттестации методик измерений массовой доли тилозина в продуктах питания и продовольственном сырье, кормах для животных, объектах окружающей среды и контроля точности результатов измерений с применением метода добавок; определения подлинности тилозина в лекарственных средствах; определения чувствительности патогенных микроорганизмов к тилозину.

Область применения: ветеринария, осуществление мероприятий государственного контроля (надзора), пищевая промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля тилозина, мкг/мг

СО представляет собой субстанцию тилозина тартрата, гигроскопичный порошок от белого до слегка желтого цвета; материал расфасован по (50 ± 10) мг в запаянные стеклянные ампулы, снабженные этикеткой.

ГСО 11633-2020 СО СОСТАВА МЕТИЛПАРАБЕНА (МЭЗ-017)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли метилпарабена в субстанции метилпарабена, лекарственных средствах и материалах, в состав которых входит метилпарабен.

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

Область применения: судебно-медицинская экспертиза, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля метилпарабена, %

СО представляет собой субстанцию метилпарабена, белый порошок, расфасованный массой не менее (10 ± 1) мг, по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемами 2 см³, 4 см³ или 10 см³, с обжимными колпачками. Каждый флакон снабжается этикеткой с указанием идентификационного номера экземпляра, помещается в zip-пакет, снабженный этикеткой, оформленной согласно требованиям ГОСТ Р 8.691-2010.

ГСО 11634-2020 СО СОСТАВА ПАРОКСЕТИНА ГИДРОХЛОРИДА ГЕМИГИДРАТА (МЭЗ-018)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли пароксетина гидрохлорида в субстанции пароксетина гидрохлорида гемигидрата, лекарственных средствах и материалах, в состав которых входит пароксетина гидрохлорид.

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

Область применения: судебно-медицинская экспертиза, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля пароксетина гидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию пароксетина гидрохлорида гемигидрата, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой не менее (10 ± 1) мг, по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемами 2 см³, 4 см³ или 10 см³, с обжимными колпачками. Каждый флакон снабжается этикеткой с указанием идентификационного номера экземпляра, помещается в zip-пакет, снабженный этикеткой, оформленной согласно требованиям ГОСТ Р 8.691-2010.

ГСО 11635-2020 СО СОСТАВА ХЛОРОБУТАНОЛА ГЕМИГИДРАТА (МЭЗ-021)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли хлоробутанола в субстанции хлоробутанола гемигидрата, лекарственных средствах и материалах, в состав которых входит хлоробутанол.

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

Область применения: судебно-медицинская экспертиза, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля хлоробутанола, %

СО представляет собой субстанцию хлоробутанола гимегидрата, почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой не менее (10 ± 1) мг, по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемами 2 см³, 4 см³ или 10 см³, с обжимными колпачками. Каждый флакон снабжается этикеткой с указанием идентификационного номера экземпляра, помещается в zip-пакет, снабженный этикеткой, оформленной согласно требованиям ГОСТ Р 8.691-2010.

ГСО 11636-2020 СО СОСТАВА ФЕНТАНИЛА (МЗЗ-022)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли фентанила в субстанции фентанила, лекарственных средствах и материалах, в состав которых входит фентанил. СО может использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений.

Область применения: судебно-медицинская экспертиза, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля фентанила, %

СО представляет собой субстанцию фентанила, белый или почти белый порошок, расфасованный массой не менее (10 ± 1) мг, по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемами 2 см³, 4 см³ или 10 см³, с обжимными колпачками. Каждый флакон снабжается этикеткой с указанием идентификационного номера экземпляра, помещается в zip-пакет, снабженный этикеткой, оформленной согласно требованиям ГОСТ Р 8.691-2010.

ГСО 11637-2020 СО СОСТАВА КЛОНАЗЕПАМА (МЗЗ-026)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой

доли клоназепама в субстанции клоназепама, лекарственных средствах и материалах, в состав которых входит клоназепам.

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

Область применения: судебно-медицинская экспертиза, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля клоназепама, %

СО представляет собой субстанцию клоназепама, белый с желтоватым оттенком кристаллический порошок, расфасованный массой не менее (10 ± 1) мг, по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемами 2 см³, 4 см³ или 10 см³, с обжимными колпачками. Каждый флакон снабжается этикеткой с указанием идентификационного номера экземпляра, помещается в zip-пакет, снабженный этикеткой, оформленной согласно требованиям ГОСТ Р 8.691-2010.

ГСО 11638-2020 СО СОСТАВА МИДАЗОЛАМА (МЗЗ-027)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли мидазолама в субстанции мидазолама, лекарственных средствах и материалах, в состав которых входит мидазолам.

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

Область применения: судебно-медицинская экспертиза, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля мидазолама, %

СО представляет собой субстанцию мидазолама, белый или желтоватый кристаллический порошок, расфасованный массой не менее (10 ± 1) мг, по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемами 2 см³, 4 см³ или 10 см³, с обжимными колпачками. Каждый флакон снабжается этикеткой с указанием идентификационного номера экземпляра, помещается в zip-пакет,

CH2

ГС

CO

06.

Сп

ATT

CO

ГС

CO

06

Сп

AT:

CO

ГС

CO

06

Сп

AT:

CO



углерода (CO_2), монооксид углерода (CO), сумма углеводородов (C_nH_m), монооксид азота (NO), вода (H_2O). Допускается использовать исходное вещество (оксид диазота) с характеристиками не хуже указанных в ТУ 2114-051-00203772-2006. Значение объемной доли оксида диазота определяется расчетным методом как разность между 100 % и суммой значений объемной доли определяемых компонентов (примесей) в соответствии с ТУ 20.11.12-017-20810646-2020 и приводится в разделе «Дополнительные сведения» паспорта СО.

ГСО 11642-2020 СО СОСТАВА ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА УГЛЕРОДА (ДУМ-М)

СО предназначен для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, 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: микроэлектронное производство, контроль технологических процессов, медицина.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: объемная доля компонентов, %

СО представляет собой газовую смесь на основе диоксида углерода (CO_2) по ТУ 2114-011-45905715-2015, находящуюся под давлением (7–20) МПа в баллонах вместимостью (5–50) дм^3 из низколегированной стали 34CrMo или алюминиевых сплавов, с мембранными вентилями из латуни или нержавеющей стали, либо в их аналогах. Определяемые компоненты – кислород (O_2) + аргон (Ar), азот (N_2), водород (H_2), сумма углеводородов (C_nH_m), вода (H_2O). Допускается использовать исходное вещество (диоксид углерода) с характеристиками не хуже указанных в ТУ 2114-011-45905715-2015. Значение объемной доли диоксида углерода определяется расчетным методом как разность между 100 % и суммой значений объемной доли определяемых компонентов (примесей) в соответствии с ТУ 20.11.12-017-20810646-2020 и приводится в разделе «Дополнительные сведения» паспорта СО.

ГСО 11643-2020 СО СОСТАВА ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ ГЕЛИЯ И АЗОТА (ГАМ-М-1)

СО предназначен для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности

градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, 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: микроэлектронное производство, контроль технологических процессов, медицина.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: объемная доля компонентов, %

СО представляет собой газовую смесь, состоящую из гелия (He) по ТУ 0271-001-45905715-2016 и азота (N_2) по ТУ 20.11.11-009-45905715-2017, находящуюся под давлением (7–20) МПа в баллонах вместимостью (5–50) дм^3 из низколегированной стали 34CrMo или алюминиевых сплавов, с мембранными вентилями из латуни или нержавеющей стали, либо в их аналогах. Определяемые компоненты – гелий (He), диоксид серы (SO_2), сероводород (H_2S), общий органический углерод (ТОС), вода (H_2O). Допускается использовать исходное вещество (гелий) с характеристиками не хуже указанных в ТУ 0271-001-45905715-2016. Допускается использовать исходное вещество (азот) с характеристиками не хуже указанных в ТУ 20.11.11-009-45905715-2017.

ГСО 11644-2020 СО СОСТАВА ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ ГЕЛИЯ И АЗОТА (ГАМ-М-2)

СО предназначен для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, 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: микроэлектронное производство, контроль технологических процессов, медицина.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: объемная доля компонентов, %

СО представляет собой газовую смесь, состоящую из азота (N_2) по ТУ 20.11.11-009-45905715-2017 и гелия (He) по ТУ 0271-001-45905715-2016,

находящуюся под давлением (7–20) МПа в баллонах вместимостью (5–50) дм³ из низколегированной стали 34CrMo или алюминиевых сплавов, с мембранными вентилями из латуни или нержавеющей стали, либо в их аналогах. Определяемые компоненты – азот (N₂), диоксид серы (SO₂), сероводород (H₂S), общий органический углерод (TOC), вода (H₂O). Допускается использовать исходное вещество (азот) с характеристиками не хуже указанных в ТУ 20.11.11-009-45905715-2017. Допускается использовать исходное вещество (гелий) с характеристиками не хуже указанных в ТУ 0271-001-45905715-2016.

ГСО 11645–2020 СО РУДЫ СУЛЬФИДНОЙ МЕДНОЙ ГАЙСКОГО ГОК (ИСО Р35–1)

СО предназначен для аттестации и валидации методик измерений, контроля точности результатов измерений, установления и контроля стабильности градуировочных характеристик при определении химического состава руд медьсодержащих химическими и физико-химическими методами. СО может применяться для поверки средств измерений при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений; для калибровки средств измерений при условии соответствия его метрологических и технических характеристик требованиям методик калибровки; для испытаний средств измерений и стандартных образцов в целях утверждения типа.

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

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент
Аттестованная характеристика СО: массовая доля компонентов, %, млн⁻¹

СО представляет собой руду сульфидную медную Гайского ГОК (ТУ 1733-368-004-2012 «Руды медьсодержащие и полиметаллические. Технические условия») в виде порошка крупностью не более 0,08 мм (ГОСТ 14180–80). Материал расфасован по (100–300) г в банки, на которые наклеены этикетки. Банки герметично запаены и упакованы в коробки с этикетками.

ГСО 11646–2020 СО СОСТАВА СЕРЕБРА АФФИНИРОВАННОГО (комплект СО СКК)

СО предназначены для установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений (СИ), применяемых при

определении состава серебра; аттестации методик измерений, применяемых при определении состава серебра; контроля точности результатов измерений, выполненных по методикам измерений при определении состава серебра, при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в методиках измерений.

СО могут применяться: для поверки средств измерений при условии их соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений; для испытаний средств измерений и стандартных образцов в целях утверждения типа при условии соответствия их метрологических и технических характеристик требованиям программ испытаний в целях утверждения типа, а также для других видов метрологического контроля, при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: цветная металлургия.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент
Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов, %

СО представляют собой сплав серебра аффинированного марки СрА-1 (ГОСТ 28595–2015) и 21 элемента. Экземпляры СО изготовлены в виде цилиндров толщиной от 5 мм до 75 мм, диаметром (40±3) мм или стружки, с размером частиц не более 1 мм. СО в виде цилиндров упакованы в полиэтиленовые пакеты, на которые наклеены этикетки. СО в виде стружки расфасованы массой не менее 10 г в полиэтиленовые банки с завинчивающимися крышками, на которые наклеены этикетки. Количество экземпляров СО в комплекте – 3.

ГСО 11647–2020 СО СОСТАВА СЕРЕБРА АФФИНИРОВАННОГО (комплект СО СТО)

СО предназначены для установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений (СИ), применяемых при определении состава серебра; аттестации методик измерений, применяемых при определении состава серебра; контроля точности результатов измерений, выполненных по методикам измерений при определении состава серебра, при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в методиках измерений.

СО могут применяться: для поверки средств измерений при условии их соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках

поверки средств измерений; для испытаний средств измерений и стандартных образцов в целях утверждения типа при условии соответствия их метрологических и технических характеристик требованиям программ испытаний в целях утверждения типа, а также для других видов метрологического контроля, при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: цветная металлургия.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов, %

СО представляют собой сплав серебра аффинированного марки СрА-1 (ГОСТ 28595–2015) и 21 элемента. Экземпляры СО изготовлены в виде дисков толщиной от 5 мм до 75 мм, диаметром (40 ± 3) мм или стружки, размером частиц не более 1 мм. СО в виде цилиндров упакованы в полиэтиленовые пакеты, на которые наклеены этикетки. СО в виде стружки расфасованы массой не менее 10 г в полиэтиленовые банки с завинчивающимися крышками, на которые наклеены этикетки. Количество экземпляров СО в комплекте – 2.

ГСО 11648–2020 СО МАССОВОЙ ДОЛИ УРАНА И СОДЕРЖАНИЯ УРАНА-235 В ЗАКИСИ-ОКСИ УРАНА

СО предназначен для контроля точности результатов измерений: массовой доли урана в урановой продукции титриметрическим, гравиметрическим, потенциометрическим, масс-спектрометрическим с изотопным разбавлением, альфа-спектрометрическим и гамма-спектрометрическим методами; – условной массовой доли урана-235 (массовая доля урана-235 к урану общему) в закиси-окси урана масс-спектрометрическим, альфа-спектрометрическим и гамма-спектрометрическим методами.

СО может применяться: для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики измерений; для поверки средств измерений при условии соответствия СО обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений; для калибровки средств измерений при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО требованиям методики калибровки.

Область применения: атомная промышленность, учет и контроль ядерных материалов.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: массовая доля урана, %, условная массовая доля урана-235 (массовая доля урана-235 к урану общему), %

СО представляет собой порошок закиси-окси урана (размер фракции от 1 мкм до 60 мкм), изготовленный в АО «ВНИИНМ». Экземпляр СО, упакован по $(150,0 \pm 0,5)$ г в стеклянные банки объемом не более 100 см³ с герметично завинчивающейся крышкой, сопровождаемый этикеткой.

ГСО 11649–2020 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ ЗОЛОТОГО ПОКРЫТИЯ НА МЕДИ МАРКИ М1 (комплект СО ЭК-З/М 1 – СО ЭК-З/М 8)

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

Область применения: электротехническая промышленность.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

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

Основание СО изготовлено из меди марки М1 по ГОСТ 859-2014 в виде диска диаметром $(30 \pm 0,1)$ мм, высотой $(10 \pm 0,1)$ мм. Золотое покрытие из сплава золото-никель (с содержанием золота не менее 98,5 % и никеля не более 1,5 %) способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. Количество экземпляров СО в комплекте – 8. Аттестованное значение поверхностной плотности покрытия установлено в центре образца на рабочей площади, ограниченной окружностью диаметром 10 мм. На нерабочую сторону СО наклеена этикетка, на которой указан индекс СО в комплекте и номер СО в Госреестре СО. СО уложены в футляр с гнездами и этикеткой, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

ГСО 11650–2020 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ ЗОЛОТОГО ПОКРЫТИЯ С НИКЕЛЕВЫМ ПОДСЛОЕМ НА МЕДИ МАРКИ М1

(комплект СО ЭК-З/Н/М 1 – СО ЭК-З/Н/М 5)

СО предназначены для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений

поверхностной плотности и толщины гальванических покрытий; поверки средств измерений поверхностной плотности и толщины покрытий; калибровки средств измерений поверхностной плотности и толщины покрытий при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик калибровки; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик испытаний.

Область применения: электротехническая промышленность.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: поверхностная плотность покрытия (золотого покрытия и никелевого подслоя), г/м²; толщина покрытия (золотого покрытия и никелевого подслоя), мкм

Основание СО изготовлено из меди марки М1 по ГОСТ 859-2014 в виде диска диаметром (30±0,1) мм, высотой (10±0,1) мм. Золотое покрытие из сплава золото-никель (с содержанием золота не менее 98,5% и никеля не более 1,5%) нанесено способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. Никелевый подслой нанесен из никеля марки НПА-1 по ГОСТ 2132–2015 способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. Количество экземпляров СО в комплекте – 5. Аттестованное значение поверхностной плотности покрытия установлено в центре образца на рабочей площади, ограниченной окружностью диаметром 10 мм. На нерабочую поверхность СО наклеена этикетка, на которой указан индекс СО в комплекте и номер СО в Госреестре СО. СО уложены в футляр с гнездами и этикеткой, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

ГСО 11651-2020 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ ЗОЛОТОГО ПОКРЫТИЯ С СЕРЕБРЯНЫМ ПОДСЛОЕМ НА МЕДИ МАРКИ М1 (комплект СО ЭК-3/С/М 1 – СО ЭК-3/С/М 5)

СО предназначены для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений поверхностной плотности и толщины гальванических покрытий; поверки средств измерений поверхностной плотности и толщины покрытий; калибровки средств измерений поверхностной плотности и толщины покрытий при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик калибровки; контроля метрологических характеристик средств измерений при их

испытаниях, в том числе в целях утверждения типа при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик испытаний.

Область применения: электротехническая промышленность.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: поверхностная плотность покрытия (золотого покрытия и серебряного подслоя), г/м²; толщина покрытия (золотого покрытия и серебряного подслоя), мкм

Основание СО изготовлено из меди марки М1 по ГОСТ 859-2014 в виде диска диаметром (30±0,1) мм, высотой (10±0,1) мм. Золотое покрытие из сплава золото-никель (с содержанием золота не менее 98,5% и никеля не более 1,5%) наносится способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. Серебряный подслой наносится из сплава серебро-сурьма (с содержанием серебра не менее 99,5% и сурьмы не более 0,5%) способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. Количество экземпляров СО в комплекте – 5. Аттестованное значение поверхностной плотности покрытия установлено в центре образца на рабочей площади, ограниченной окружностью диаметром 10 мм. На нерабочую поверхность СО наклеена этикетка, на которой указан индекс СО в комплекте и номер СО в Госреестре СО. СО уложены в футляр с гнездами и этикеткой, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

ГСО 11652-2020 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ КАДМИЕВОГО ПОКРЫТИЯ НА СТАЛИ МАРКИ 40Х13 (комплект СО ЭК-К/Ст 1 – СО ЭК-К/Ст 5)

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

Область применения: электротехническая промышленность.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин



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

Основание СО изготовлено из стали марки 40Х13 по ГОСТ 5949–2018 в виде диска диаметром $(25 \pm 0,1)$ мм, высотой $(10 \pm 0,1)$ мм. Кадмиевое покрытие нанесено из кадмия марки Кд0 по ГОСТ 1468–90 способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. Количество экземпляров СО в комплекте – 5. Аттестованное значение поверхностной плотности покрытия установлено в центре образца на рабочей площади, ограниченной окружностью диаметром 10 мм. На нерабочую поверхность СО наклеена этикетка, на которой указан индекс СО в комплекте и номер СО в Госреестре СО. СО уложены в футляр с гнездами и этикеткой, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

ГСО 11653–2020 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ НИКЕЛЕВОГО ПОКРЫТИЯ С МЕДНЫМ ПОДСЛОЕМ НА СТАЛИ МАРКИ 40Х13

(комплект СО ЗК-Н/М/Ст 1 – СО ЗК-Н/М/Ст 6)

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

Область применения: электротехническая промышленность.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: поверхностная плотность покрытия (никелевого покрытия и медного подслоя), г/м^2 ; толщина покрытия (никелевого покрытия и медного подслоя), мкм

Основание СО изготовлено из стали марки 40Х13 по ГОСТ 5949–2018 в виде диска диаметром $(25 \pm 0,1)$ мм, высотой $(10 \pm 0,1)$ мм. Никелевое покрытие из никеля марки НПА-1 по ГОСТ 2132–2015 нанесено способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. Медный подслоя нанесен из меди марки АМФ по ГОСТ 767–91 способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. Количество экземпляров СО в комплекте – 6. Аттестованное значение поверхностной плотности

покрытия установлено в центре образца на рабочей площади, ограниченной окружностью диаметром 10 мм. На нерабочую поверхность СО наклеена этикетка, на которой указан индекс СО в комплекте и номер СО в Госреестре СО. СО уложены в футляр с гнездами и этикеткой, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

ГСО 11654–2020 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ НИКЕЛЕВОГО ПОКРЫТИЯ НА МЕДИ МАРКИ М1 (комплект СО ЗК-Н/М 1 – СО ЗК-Н/М 5)

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

Область применения: электротехническая промышленность.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: поверхностная плотность покрытия, г/м^2 ; толщина покрытия, мкм
основание СО изготовлено из меди марки М1 по ГОСТ 859–2014 в виде диска диаметром $(30 \pm 0,1)$ мм, высотой $(10 \pm 0,1)$ мм. Никелевое покрытие нанесено из никеля марки НПА-1 по ГОСТ 2132–2015 способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. Количество экземпляров СО в комплекте – 5. Аттестованное значение поверхностной плотности покрытия установлено в центре образца на рабочей площади, ограниченной окружностью диаметром 5 мм. На нерабочую сторону СО наклеена этикетка, на которой указан индекс СО в комплекте и номер СО в Госреестре СО. СО уложены в футляр с гнездами и этикеткой, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

ГСО 11655–2020 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ ОЛОВЯННОГО ПОКРЫТИЯ С НИКЕЛЕВЫМ ПОДСЛОЕМ НА МЕДИ МАРКИ М1 (комплект СО ЗК-О/Н/М 1 – СО ЗК-О/Н/М 4)

СО предназначены для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений

поверхностной плотности и толщины гальванических покрытий; поверки средств измерений поверхностной плотности и толщины покрытий; калибровки средств измерений поверхностной плотности и толщины покрытий при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик калибровки; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик испытаний.

Область применения: электротехническая промышленность.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: поверхностная плотность покрытия (оловянного покрытия и никелевого подслоя), г/м²; толщина покрытия (оловянного покрытия и никелевого подслоя), мкм

Основание СО изготовлено из меди марки М1 по ГОСТ 859-2014 в виде диска диаметром $(30 \pm 0,1)$ мм, высотой $(10 \pm 0,1)$ мм. Оловянное покрытие из сплава олово-висмут (с содержанием олова не менее 99,5 % и висмута не более 0,5 %) нанесено способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305-84. Никелевый подслои нанесен из никеля марки НПА-1 по ГОСТ 2132-2015 способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305-84. Количество экземпляров СО в комплекте – 4. Аттестованное значение поверхностной плотности покрытия установлено в центре образца на рабочей площади, ограниченной окружностью диаметром 10 мм. На нерабочую поверхность СО наклеена этикетка, на которой указан индекс СО в комплекте и номер СО в Госреестре СО. СО уложены в футляр с гнездами и этикеткой, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

**ГСО 11656-2020 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ
И ТОЛЩИНЫ ОЛОВЯННОГО ПОКРЫТИЯ НА МЕДИ
МАРКИ М1 (комплект СО ЭК-О/М 1 - СО ЭК-О/М 7)**

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

соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик испытаний.

Область применения: электротехническая промышленность.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

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

Основание СО изготовлено из меди марки М1 по ГОСТ 859-2014 в виде диска диаметром $(30 \pm 0,1)$ мм, высотой $(10 \pm 0,1)$ мм. Оловянное покрытие из сплава олово-висмут (с содержанием олова не менее 99,5 % и висмута не более 0,5 %) способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. Количество экземпляров СО в комплекте – 7. Аттестованное значение поверхностной плотности покрытия установлено в центре образца на рабочей площади, ограниченной окружностью диаметром 10 мм. На нерабочую поверхность СО наклеена этикетка, на которой указан индекс СО в комплекте и номер СО в Госреестре СО. СО уложены в футляр с гнездами и этикеткой, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

**ГСО 11657-2020 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ
И ТОЛЩИНЫ СЕРЕБРЯНОГО ПОКРЫТИЯ
С НИКЕЛЕВЫМ ПОДСЛОЕМ НА МЕДИ МАРКИ М1
(комплект СО ЭК-С/Н/М 1 – СО ЭК-С/Н/М 5)**

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

Область применения: электротехническая промышленность.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: поверхностная плотность покрытия (серебряного покрытия и никелевого подслоя), г/м²; толщина покрытия (серебряного покрытия и никелевого подслоя), мкм

Основание СО изготовлено из меди марки М1 по ГОСТ 859-2014 в виде диска диаметром $(30 \pm 0,1)$ мм,



высотой ($10 \pm 0,1$) мм. Серебряное покрытие из сплава серебро-сурьма (с содержанием серебра не менее 99,5 % и сурьмы не более 0,5 %) нанесено способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. Никелевый подслои нанесен из никеля марки НПА-1 по ГОСТ 2132–2015 способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. Количество экземпляров СО в комплекте – 5. Аттестованное значение поверхностной плотности покрытия установлено в центре образца на рабочей площади, ограниченной окружностью диаметром 5 мм. На нерабочую поверхность СО наклеена этикетка, на которой указан индекс СО в комплекте и номер СО в Госреестре СО. СО уложены в футляр с гнездами и этикеткой, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

**ГСО 11658–2020 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ СЕРЕБРЯНОГО ПОКРЫТИЯ НА МЕДИ
МАРКИ М1 (комплект СО ЭК-С/М 1 – СО ЭК-С/М 8)**

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

Область применения: электротехническая промышленность.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: поверхностная плотность покрытия, г/м^2 ; толщина покрытия, мкм
Основание СО изготовлено из меди марки М1 по ГОСТ 859–2014 в виде диска диаметром ($30 \pm 0,1$) мм, высотой ($10 \pm 0,1$) мм. Серебряное покрытие из сплава серебро-сурьма (с содержанием серебра не менее 99,5 % и сурьмы не более 0,5 %) нанесено способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. Количество экземпляров СО в комплекте – 8. Аттестованное значение поверхностной плотности покрытия установлено в центре образца на рабочей площади, ограниченной окружностью диаметром 5 мм. На нерабочую поверхность СО наклеена этикетка, на которой указан индекс СО в комплекте и номер СО в Госреестре СО. СО уложены в футляр с гнездами и этикеткой, обеспечивающий

сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

**ГСО 11659–2020 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ И ТОЛЩИНЫ ЦИНКОВОГО ПОКРЫТИЯ НА СТАЛИ
МАРКИ 40Х13 (комплект СО ЭК-Ц/Ст 1 – СО ЭК-Ц/Ст 5)**

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

Область применения: электротехническая промышленность.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: поверхностная плотность покрытия, г/м^2 ; толщина покрытия, мкм
Основание СО изготовлено из стали марки 40Х13 по ГОСТ 5949–2018 в виде диска диаметром ($25 \pm 0,1$) мм, высотой ($10 \pm 0,1$) мм. Цинковое покрытие нанесено из цинка марки Ц0 по ГОСТ 3640–94 способом катодного восстановления по ГОСТ 9.305–84. Количество экземпляров СО в комплекте – 5. Аттестованное значение поверхностной плотности покрытия установлено в центре образца на рабочей площади, ограниченной окружностью диаметром 10 мм. На нерабочую сторону СО наклеена этикетка, на которой указан индекс СО в комплекте и номер СО в Госреестре СО. СО уложены в футляр с гнездами и этикеткой, обеспечивающий сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении.

**ГСО 11660–2020 СО СОСТАВА
КАННАБИДИОЛА (МЭЗ-028)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли каннабидиола в субстанции каннабидиола, лекарственных средствах и материалах, в состав которых входит каннабидиол. СО может использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений.

Область применения: судебно-медицинская экспертиза, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля каннабидиола, %

СО представляет собой субстанцию каннабидиола, почти белый или с желтоватым оттенком кристаллический порошок, расфасованный массой не менее (10 ± 1) мг, по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемами 2 см³, 4 см³ или 10 см³, с сжимными колпачками. Каждый флакон снабжается этикеткой с указанием идентификационного номера экземпляра, помещается в zip-пакет, снабженный этикеткой, оформленной согласно требованиям ГОСТ Р 8.691-2010.

ГСО 11661-2020 СО ИНАКТИВИРОВАННОГО ШТАММА «ГК2020/1» КОРОНАВИРУСА SARS-CoV-2

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестация методик измерений. СО может применяться для поверки средств измерений, при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений.

СО может применяться для калибровки СИ при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО требованиям методик калибровки средств измерений.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовые доли нуклеотидов, %; массовая концентрация РНК инактивированного штамма «ГК2020/1» коронавируса SARS-CoV-2, г/дм³

СО представляет собой культуральную жидкость, содержащую инактивированный штамм «ГК2020/1» коронавируса SARS-CoV-2. Объем СО – 100 мкл, СО расфасован в стерильные микропробирки, изготовленные из ультратонкого полипропилена с крышками, изготовленными из полипропилена, с этикеткой, емкостью 2 см³, устройство которых предохраняет СО от резких ударов и загрязнений.

ГСО 11662-2020/ГСО 11665-2020 СО НИЗШЕЙ ОБЪЕМНОЙ ЭНЕРГИИ СГОРАНИЯ ГАЗОВ (набор НОЭС ВНИИМ)

СО предназначены для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений низшей объемной энергии сгорания; контроля метрологических характеристик при проведении испытаний средств измерений и стандартных образцов низшей объемной энергии сгорания, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений низшей объемной энергии сгорания газов, полученных по методикам (методам) измерений в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами; проведения межлабораторных сравнительных (сличительных) испытаний для оценки пригодности нестандартизированных методик и проверки квалификации испытательных лабораторий.

Область применения: газовая, нефтехимическая, топливно-энергетическая, металлургическая и другие отрасли промышленности.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: низшая объемная энергия сгорания МДж/м³

СО представляет собой газ в баллоне вместимостью (4–40) дм³ под давлением (0,5–15) МПа на основе метана (CH₄) по ТУ 51 841–87, этана (C₂H₆) по ТУ 6-09-2454-85, пропана (C₃H₈) по ТУ 51-882-90 или водорода (H₂) по ТУ 2114-016-78538315-2008 или ГОСТ Р 51673-2000. Количество типов СО в наборе – 4 шт.

ГСО 11666-2020/ГСО 11670-2020 СО ЧУГУНОВ ТИПОВ ЛРЗ, АЧВ-1, ЧНМШ, АЧВ-2, Л5, ЧВГ45 (набор ИСО ЧГ24/1-ИСО ЧГ28/1)

СО предназначены для аттестации и валидации методик измерений, контроля точности результатов измерений, установления и контроля стабильности градуировочных характеристик при определении состава чугунов спектральными методами. СО могут применяться для поверки средств измерений при условии их соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений; для калибровки средств измерений при условии соответствия их метрологических и технических характеристик требованиям методик калибровки; для испытаний средств измерений и стандартных образцов в целях утверждения типа.

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

Способ аттестации – сравнение со стандартным образцом, межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов, %

СО приготовлен из чугунов типов ЛРЗ, АЧВ-1, ЧНМШ, АЧВ-2, Л5, ЧВГ45 (ГОСТ 4832–95, ГОСТ 1585–85, ГОСТ 7769–82, ГОСТ 28394–89) в виде дисков с двумя рабочими поверхностями диаметром (36–40) мм, высотой (16–20) мм (ГОСТ 7565–81, ГОСТ Р ИСО 14284–2009). Набор ИСО ЧГ24/1–ИСО ЧГ28/1 состоит из пяти типов СО.

ГСО 11671–2021 СО ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ОТКРЫТОМ ТИГЛЕ (ТВОТ-80-СХ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле, аттестации испытательного оборудования, применяемого при определении температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле.

СО может применяться для: калибровки средств измерений температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик калибровки и процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа, при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям программ испытаний; поверки средств измерений температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле, при условии соответствия метрологических характеристик стандартного образца обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений.

Область применения: нефтехимическая и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: температура вспышки нефтепродуктов в открытом тигле, град. Цельсия СО представляет собой индивидуальную органическую жидкость, расфасованную в стеклянные или полимерные флаконы с этикеткой, закрытые плотно завинчивающейся крышкой, объем материала СО во флаконе не менее 100 см³.

ГСО 11672–2021 СО ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ОТКРЫТОМ ТИГЛЕ (ТВОТ-110-СХ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле, аттестации испытательного оборудования, применяемого при определении температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле.

СО может применяться для: калибровки средств измерений температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик калибровки и процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа, при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям программ испытаний; поверки средств измерений температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле, при условии соответствия метрологических характеристик стандартного образца обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений.

Область применения: нефтехимическая и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: температура вспышки нефтепродуктов в открытом тигле, град. Цельсия СО представляет собой индивидуальную органическую жидкость, расфасованную в стеклянные или полимерные флаконы с этикеткой, закрытые плотно завинчивающейся крышкой, объем материала СО во флаконе не менее 100 см³.

ГСО 11675–2021 СО ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ОТКРЫТОМ ТИГЛЕ (ТВОТ-190-СХ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле, аттестации испытательного оборудования, применяемого при определении температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле.

СО может применяться для: калибровки средств измерений температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических

характеристик стандартного образца требованиям методик калибровки и процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа, при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям программ испытаний; поверки средств измерений температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле, при условии соответствия метрологических характеристик стандартного образца обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений.

Область применения: нефтехимическая и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент
Аттестованная характеристика СО: температура вспышки нефтепродуктов в открытом тигле, град. Цельсия
СО представляет собой индивидуальную органическую жидкость, расфасованную в стеклянные или полимерные флаконы с этикеткой, закрытые плотно завинчивающейся крышкой, объем материала СО во флаконе не менее 100 см³.

ГСО 11676-2021 СО ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ОТКРЫТОМ ТИГЛЕ (ТВОТ-230-СХ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле, аттестации испытательного оборудования, применяемого при определении температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле.

СО может применяться для: калибровки средств измерений температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик калибровки и процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа, при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям программ испытаний; поверки средств измерений температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле, при условии соответствия метрологических характеристик стандартного образца обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений.

Область применения: нефтехимическая и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент
Аттестованная характеристика СО: температура вспышки нефтепродуктов в открытом тигле, град. Цельсия
СО представляет собой индивидуальную органическую жидкость, расфасованную в стеклянные или полимерные флаконы с этикеткой, закрытые плотно завинчивающейся крышкой, объем материала СО во флаконе не менее 100 см³.

ГСО 11677-2021 СО ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ОТКРЫТОМ ТИГЛЕ (ТВОТ-280-СХ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле, аттестации испытательного оборудования, применяемого при определении температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле.

СО может применяться для: калибровки средств измерений температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик калибровки и процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа, при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям программ испытаний; поверки средств измерений температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле, при условии соответствия метрологических характеристик стандартного образца обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений.

Область применения: нефтехимическая и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент
Аттестованная характеристика СО: температура вспышки нефтепродуктов в открытом тигле, град. Цельсия
СО представляет собой индивидуальную органическую жидкость, расфасованную в стеклянные или полимерные флаконы с этикеткой, закрытые плотно завинчивающейся крышкой, объем материала СО во флаконе не менее 100 см³.

**ГСО 11678-2021 СО ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА
НЕФТИ (ФС-Н-СХ)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений фракционного состава нефти, аттестации



испытательного оборудования, применяемого при определении фракционного состава нефти; аттестации методик измерений фракционного состава нефти. СО может применяться для: калибровки средств измерений фракционного состава нефти, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа, при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик испытаний, поверки средств измерений фракционного состава нефти, при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений.

Область применения: нефтехимическая и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: температуры начала кипения и 10 %-ного отгона, град. Цельсия; объемная доля углеводородных фракций, отогнанных до заданных температур, %

СО представляет собой стабилизированную нефть 1–2 групп, расфасованную в стеклянные или полимерные флаконы с этикеткой, закрытые плотно завинчивающейся крышкой, объем материала СО во флаконе не менее 110 см³.

ГСО 11680–2021 СО ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА (ФС-ДТ-СХ)

СО предназначен для аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений фракционного состава нефтепродуктов.

СО может применяться для: аттестации испытательного оборудования, применяемого при определении фракционного состава нефтепродуктов; калибровки средств измерений фракционного состава нефтепродуктов, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа, при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям программ испытаний; поверки средств измерений фракционного состава нефтепродуктов, при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах

и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений.

Область применения: нефтехимическая и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: температура начала кипения, град. Цельсия; температура отгона, град. Цельсия; объемная доля отгона, %

СО представляет собой стабилизированное дизельное топливо по ГОСТ 305–2013 или ГОСТ 32511–2013, расфасованное в стеклянные или полимерные флаконы с этикеткой, закрытые плотно завинчивающейся крышкой, объем материала СО во флаконе не менее 110 см³.

ГСО 11681–2021 СО ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА ТОПЛИВА ДЛЯ РЕАКТИВНЫХ ДВИГАТЕЛЕЙ (ФС-РТ-СХ)

СО предназначен для аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений фракционного состава нефтепродуктов. СО может применяться для: аттестации испытательного оборудования, применяемого при определении фракционного состава нефтепродуктов; калибровки средств измерений фракционного состава нефтепродуктов, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа, при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям программ испытаний; поверки средств измерений фракционного состава нефтепродуктов, при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений.

Область применения: нефтехимическая и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: температура начала кипения, град. Цельсия; температура отгона, град. Цельсия

СО представляет собой стабилизированное топливо для реактивных двигателей марки ТС-1 по ГОСТ 10227–86, расфасованное в стеклянные или полимерные флаконы с этикеткой, закрытые плотно завинчивающейся крышкой, объем материала СО во флаконе не менее 110 см³.

ГСО 11683–2021 СО МОЛЯРНОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ГЛЮКОЗЫ В РАСТВОРЕ (комплект РГ)

СО предназначены для контроля точности результатов измерений молярной концентрации глюкозы титриметрическим и другими методами, установления параметров и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений молярной концентрации глюкозы в биологических жидкостях организма человека и в водных растворах.

При соблюдении метрологических и технических требований СО могут применяться: для поверки средств измерений, при условии их соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений; для калибровки средств измерений молярной концентрации глюкозы в биологических жидкостях и в водных растворах; для аттестации методик измерений молярной концентрации глюкозы в биологических жидкостях и в водных растворах.

Область применения: здравоохранение и фармацевтическая промышленность.

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный

Аттестованная характеристика СО: молярная концентрация глюкозы, ммоль/дм³

СО представляет собой растворы D-глюкозы (с массовой долей основного вещества не менее 98%) в 0,2% водном растворе бензойной кислоты. Материал каждого СО из комплекта расфасован не менее чем по 5 см³ в герметично закрытые стеклянные флаконы с завинчивающимися крышками или в запаянные стеклянные ампулы с этикетками. Комплект состоит из четырех экземпляров СО с разной молярной концентрацией глюкозы. Экземпляры из комплекта СО упакованы в картонную коробку с этикеткой.

ГСО 11684–2021 СО СОСТАВА И СВОЙСТВ БЕНЗИНА АВТОМОБИЛЬНОГО (БА-УРАЛТЕСТ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений показателей состава и свойств бензина автомобильного по ГОСТ 32513–2013, ГОСТ Р 51069–97, ГОСТ Р ЕН ИСО 20846–2006, ГОСТ ISO 20884–2016, ГОСТ 32339–2013, ГОСТ 511–2015, ГОСТ 32340–2013, ГОСТ 8226–2015, ГОСТ 32507–2013, ГОСТ 31871–2012, ГОСТ EN12177–2013, ГОСТ EN13016-1-2013, ГОСТ 1756–2000, ГОСТ ISO 3405–2013, ГОСТ 2177–99.

Область применения: нефтяная, нефтеперерабатывающая, нефтехимическая промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: массовая доля серы, мг/кг; объемная доля бензола, %; объемная доля

остатка в колбе, %; плотность при 15 град. Цельсия, кг/м³; октановое число по моторному методу; октановое число по исследовательскому методу; давление насыщенных паров, кПа; температура начала кипения, град. Цельсия; температура 10% отгона, град. Цельсия; температура 50% отгона, град. Цельсия; температура 90% отгона, град. Цельсия; температура конца кипения, град. Цельсия; объемная доля отгона при 70 град. Цельсия, %; объемная доля отгона при 100 град. Цельсия, %; объемная доля отгона при 150 град. Цельсия, %; объемная доля отгона при 180 град. Цельсия, %

СО представляет собой бензин автомобильный по ГОСТ 32513–2013, расфасованный не менее чем по 1 дм³ в стеклянные бутылки из темного стекла с завинчивающимися крышками. Экземпляр СО состоит из двух бутылок с материалом СО, с этикетками.

ГСО 11685–2021 СО СОСТАВА И СВОЙСТВ ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА (ДТ-УРАЛТЕСТ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений показателей состава и свойств дизельного топлива по ГОСТ 3900–85, ГОСТ Р ЕН ИСО 20846–2006, ГОСТ ISO 20884–2016, ГОСТ Р ЕН ИСО 2719–2008, ГОСТ ISO 2719–2017, ГОСТ 6356–75, ГОСТ 5066–2018, ISO 3015:2019, ГОСТ 20287–91, ГОСТ 22254–92, ГОСТ EN116–2013, ГОСТ 19006–73, ГОСТ 33–2016, ГОСТ 2070–82, ГОСТ 8489–85, ГОСТ 5985–79, ГОСТ 19932–99, ГОСТ 1461–75, ГОСТ Р ЕН ИСО 3405–2007, ГОСТ 2177–99, ГОСТ ISO 3405–2013.

Область применения: нефтяная, нефтеперерабатывающая, нефтехимическая промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: массовая доля серы, мг/кг; массовая концентрация фактических смол, мг/100 см³; зольность, %; плотность при 20 град. Цельсия, кг/дм³; температура 50% отгона, град. Цельсия; температура 95% отгона, град. Цельсия; кинематическая вязкость при 20 град. Цельсия, мм²/с; температура застывания, град. Цельсия; температура помутнения, град. Цельсия; температура вспышки в закрытом тигле, град. Цельсия; йодное число, г йода/100 г; кислотность мг КОН/100 см³; коксуемость 10% остатка, %; коэффициент фильтруемости; предельная температура фильтруемости, град. Цельсия

СО представляет собой топливо дизельное по ГОСТ 32511–2013, расфасованное не менее чем по 1 дм³ в стеклянные бутылки из темного стекла с завинчивающимися крышками. Экземпляр СО состоит из двух бутылок с материалом СО, с этикетками.

ИНФОРМАЦИЯ ДЛЯ АВТОРОВ И ЧИТАТЕЛЕЙ

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

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

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

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

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

ОСНОВНЫЕ РАЗДЕЛЫ ЖУРНАЛА:

Передовая статья

- Научно-методические подходы, концепции

Оригинальные статьи

- Эталоны
- Разработка, производство стандартных образцов
- Применение стандартных образцов
- Сличения стандартных образцов
- Современные методы анализа веществ и материалов

Методические материалы. Нормативы. Стандарты. Международные стандарты.

Переводы

Материалы конференций

Информация. Новости. События

Журнал осуществляет научное рецензирование («двустороннее слепое») всех поступающих в редакцию материалов с целью экспертной оценки.

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

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

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

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

Статьи, содержащие результаты диссертационных работ, публикуются вне очереди.

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

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

Журнал входит:

в Перечень российских рецензируемых научных журналов, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученых степеней доктора и кандидата наук по группе специальностей 05.11.00 – приборостроение, метрология и информационно-измерительные приборы и системы;

Международный справочник научных изданий Ulrichsweb Global Serials Directory;

Базы данных Всероссийского института научной и технической информации Российской академии наук (ВИНИТИ РАН)

Журнал индексируется и архивируется в:

Российской государственной библиотеке;

Российском индексе научного цитирования (РИНЦ);

электронной библиотеке «КиберЛенинка»

Журнал является членом Cross Ref.

Материалы журнала доступны по лицензии

Creative Commons «Attribution» («Атрибуция») 4.0 Всемирная.



INFORMATION FOR AUTHORS AND READERS OF THE JOURNAL

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

«Measurement standards. Reference materials» has a thematic focus and publishes results of basic and applied research of specialists working in the sphere of metrology and interdisciplinary sciences related to the issues of reference materials on the territory of the Russian Federation and abroad.

Priority tasks and areas of the journal consist in creating an open platform for the exchange of scientific information reflecting scientific views, results and achievements of basic and applied research of specialists working in the sphere of metrology and interdisciplinary sciences related to the issues of reference materials, as well as promotion of issues related to reference materials as a technical, regulatory and guidance base necessary for assuring uniformity and accuracy of measurements, related to issues of development and implementation of new standards for units of physical quantities, as well as issues related to standard samples of the composition and properties of substances and materials in the Russian Federation and abroad.

The published materials correspond to the group of specialties:

05.11.00 – instrument making, metrology and information-measuring instruments and systems;

on the following topics:

- methods of chemical analysis (chemical and physico-chemical methods, atomic and molecular spectroscopy, chromatography, x-ray spectroscopy, mass spectrometry, nuclear-physical methods of analysis, etc.);
- analytical instruments;
- mathematical support for chemical analysis;
- metrological assurance of chemical analysis;
- creating new scientific, technical, regulatory and guidance solutions ensuring enhancement of product quality;
- conducting basic scientific research into discovery and use of new physical effects in order to create new and perfect existing measurement methods and instruments of the highest accuracy;
- perfecting the system of measurement uniformity assurance in the country;
- developing and implementing new state measurement standards of measurement units allowing to increase uniformity and accuracy of measurements considerably.

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

Any author who submits a manuscript that has not been published before and that is not intended for simultaneous publication in other periodicals can be published in the journal irrespective of the author's place of residence, nationality and having an academic degree or not. Reception of articles for publication in the journal is implemented on an ongoing basis.

SECTIONS:

Editorial

- Scientific and methodological approaches, concepts

Original papers

- Development, production of reference materials
- Use of reference materials

- Measurement standards
- Comparisons of reference materials
- Modern methods of analyzing substances and materials

Guidance papers

Norms. Standards

International standards

Translations

Conference proceedings

Info. News. Events

For complex expert evaluation, all manuscripts undergo «double-blind» review.

All reviewers are acknowledged experts in areas they are responsible for. Reviews are stored in the publishing house and the editorial office for 5 years.

The editorial staff sends the authors of the submitted materials copies of reviews or a substantiated refusal.

The editorial staff of the journal forwards copies of reviews to the Ministry of Education and Science of the Russian Federation by request.

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

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

There is no publication or royalty fee.

An author who submitted a paper gets a printed version of the journal and an extra electronic version of the paper.

Authors and advertisers bear responsibility for the reliability of information in the published papers and advertising materials, as well as for the absence of data in the materials that are not subject to open publication.

The opinions expressed by authors in the journal do not necessarily reflect those of the editorial staff.

The journal is a part of the list of Russian reviewed scientific journals in which main scientific results of doctorate and candidate thesis works should be published.

International directory of scientific publications

Ulrichsweb Global Serials Directory;

The database of the All-Russian Institute for Scientific and Technical Information of the Russian Academy of Sciences (VINITI RAS)

The journal is indexed and archived in:

the Russian State Library

Russian Science Citation Index (RSCI)

electronic library «CyberLeninka»

The journal is a member of Cross Ref

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



ПРАВИЛА ДЛЯ АВТОРОВ

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

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

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

Мониторинг несанкционированного цитирования осуществляется с помощью системы «Антиплагиат».

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

Условия опубликования статьи:

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

Правила предоставления статьи

- статья направляется в редакцию журнала по адресу: 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4, УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им Д.И. Менделеева», главному редактору и на e-mail: uniim@uniim.ru;
- статья представляется в бумажном виде и на электронном носителе (по e-mail или на диске) в формате Microsoft Word. Бумажный вариант должен полностью соответствовать электронному;
- текст статьи тщательно вычитывается и подписывается автором(ами), который(е) несет(ут) ответственность за научно-теоретический уровень публикуемого материала;
- при подаче статьи в редакцию автор соглашается с положениями лицензионного договора, размещенного на сайте журнала.

Правила оформления статьи

При наборе статьи рекомендуется учитывать следующее:

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

в 2 номерах). Особое внимание следует уделить качеству перевода метаданных статьи на английский язык. Желательно, чтобы перевод был выполнен носителем английского языка.

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

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

Приводится на русском и английском языках.

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

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

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

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

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

7. Благодарности. В этом разделе упоминаются люди, помогавшие автору подготовить настоящую статью; организации,

оказавшие финансовую поддержку. Хорошим тоном считается выражение благодарности анонимным рецензентам. Приводятся на русском и английском языках.

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

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

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

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

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

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

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

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

9. Библиографическое описание документов оформляется в соответствии с требованиями ГОСТ Р 7.0.5–2008. Ссылаться нужно в первую очередь на оригинальные источники из научных журналов, включенных в глобальные индексы цитирования. Желательно использовать 20–40 источников. Из них за последние 3 года – не менее 50 %, иностранных – не менее

пяти источников, самоцитирование – не более трех источников. Следует указать DOI или адрес доступа в сети «Интернет». Оформляется на русском и английском языках.

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

Правила рецензирования статьи

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

Политика редакции

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

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

Электронные версии статей размещаются на сайтах: журнала «Эталон. Стандартные образцы», Российской государственной библиотеки, Научной электронной библиотеки eLIBRARY.RU, электронной библиотеки «КиберЛенинка».

Журнал распространяется платно по подписке в редакции или через подписные агентства.

Технический секретарь: Тараева Наталия Сергеевна, тел.: +7 (343) 350-72-42,

e-mail: taraeva@uniim.ru, uniim@uniim.ru

www.rmjournal.ru

© «Эталон. Стандартные образцы», 2021

INFORMATION FOR AUTHORS

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

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

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

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

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

Conditions for paper publication

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

Paper submission rules

- the paper is submitted to the editorial office of the journal to the address: for Chief Editor «UNIIM – Affiliated Branch of the D.I. Mendeleev Institute for Metrology», 4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg, 620075, the Russian Federation, or for Executive Secretary by e-mail: taraeva@uniim.ru;
- the paper is submitted in paper form and on electronic media (via e-mail or on disc) Microsoft Word format. The paper version must fully match the electronic version;
- the text of the paper must be proofread thoroughly and signed by the author(s) who is(are) responsible for the scientific and theoretical level of the material being published;
- upon submission of the paper to the editorial staff, the author accepts provisions of the license contract posted on the website of the journal.

Paper formatting rules

The following points should be taken into consideration when typing the paper:

1. Font – Times New Roman, 12-point font size, line spacing – single line, indenting – justified; all margins – 20 mm each, page numbering is required. The paper shouldn't exceed the volume of 20 A4 pages (if the paper exceeds this limit, the editorial staff has the right to divide the paper for publication in two issues).
2. The title of the paper should be short (not more than

10 words) and informative and should cover the paper contents, the subject-matter and results of the conducted scientific study. The title is to be provided in Russian and English.

3. Affiliation of authors. Full name of the author; full name of the organization (abbreviation for the organization), town/city, the Russian Federation; ORCID; e-mail.

4. The order in which authors are mentioned depends directly on their contribution to the performed work. The first to be indicated is the author who has made the largest contribution. When making a list of authors, it is necessary to comply with ethical standards pertaining to co-authorship norms established by COPE (the Committee on Publication Ethics, <http://publicationethics.org>) (see Chapter 4).

5. The Abstract in English (hereinafter referred to as Abstract) informs the reader about main provisions of the article. The abstract states briefly the input data, the aim, methods, results, conclusions and the field of application for the results of the whole work. The Abstract consists of 200–250 words. It consists of 4 distinct parts: *Introduction; materials and methods; results; Discussion and Conclusions*.

6. Keywords (8–12 words/phrases) constitute the searchcase of a scientific paper. For this reason, they should reflect basic statements, achievements, results and terminology of the study. They are to be provided in Russian and English.

7. Acknowledgements. This section should contain a reference to people who helped the author to prepare the present paper, organizations that provided financial support. It is considered good form to express gratitude to anonymous reviewers. The acknowledgements are to be provided in Russian and English.

8. The main body of the article should be presented in Russian or in English and contains the following compulsory sections:

1) Introduction is a definition of the scientific problem, its relevance, its connection with the chief tasks to be solved, its importance for the development of a definite area of science or for practical activities.

2) Literature review. It is necessary to describe the principal (most recent) studies and publications relied upon by the author; modern views on the issue; difficulties in the development of the subject; the allotment of the outstanding issues within the general problem of the article.

3) Materials and methods. This section describes the process of the experiment, procedures and equipment used; provides detailed information about the object of research; indicates the sequence of conducting research and justifies the choice of the methods used (observation, survey, test, experiment, laboratory test, etc.).

4) Results. This is the main section, which aims to prove a working hypothesis (or hypotheses) by analysis, synthesis and data clarification. The study results should be presented briefly, but at the same time contain enough information for the evaluation of conclusions made by the author. The choice of these data should be justified as well. All titles, signatures, and structural elements of graphs, tables, charts etc. should be in Russian and in English.

5) Discussion and conclusion. The conclusion contains results of reflection on the given topic, generalizations and recommendations resulting from the work, their practical significance is emphasized. Also, main directions for further research in this area are indicated.

6) Acknowledgements. This section should contain a reference to people who helped the author to prepare the present paper, organizations that provided financial support. It is considered good form to express gratitude to anonymous reviewers. The acknowledgements are to be provided in Russian and English.

7) Authors' contributions. At the end of the manuscript, authors should explain in the notes the actual contribution of each co-author to the work performed. It is to be provided in Russian and English.

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

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

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

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

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

Paper review rules

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

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

Editorial Staff policy

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

Free recall of journal's material is allowed for personal purposes. Free use is permitted for informational, academic, educational and cultural purposes in compliance with paragraphs 1273 and 1274 of chapter 70, part IV of Civil Codex of Russia and license Creative Commons CC BY4.0. Other types of use are possible only after making agreements in writing with the copyright holder.

Electronic versions of papers are posted on the websites of the journal «Measurement standards. Reference materials»; the Russian State Library; the Scientific Electronic Library eLIBRARY.RU; the Electronic Library CyberLeninka.

The journal is distributed by paid subscription at the editorial office or through subscription agencies.

Executive Secretary – Natalia S. Taraeva,

tel.: +7 (343) 350-72-42,

e-mail: taraeva@uniim.ru, uniim@uniim.ru

www.rmjournal.ru

© «Measurement standards. Reference materials», 2021

