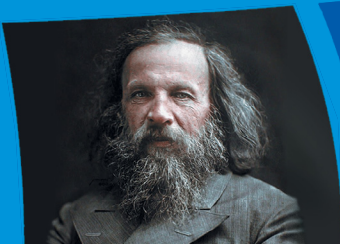


ISSN 2687-0886

ЭТАЛОНЫ СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Том Vol. **17**

№ **3**
2021



**Measurement standards
Reference materials**

ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ

Стандартные образцы

- | | | |
|---|-----------|---|
| Крылов А. И., Михеева А. Ю.,
Будко А. Г., Ткаченко И. Ю. | 5 | Метрологическое обеспечение измерений содержания фталатов: стандартный образец состава раствора шести приоритетных фталатов в метаноле |
| Гегечкори В. И., Шульга Н. А.,
Щелочкина О. Ю., Гороховец Н. В.,
Левко А. А., Чадова Н. Н.,
Шестаков В. Н. | 21 | Методика идентификации материала стандартного образца состава азитромицина с использованием спектральных методов |
| Чугунова М. М., Грязских Н. Ю.,
Зябликова И. Н., Иванов А. В.,
Шобина А. Н. | 35 | Измерения в области люминесценции: стандартный образец состава водного раствора аденозинтрифосфата натрия |
| Шабанова Е. В., Васильева И. Е.,
Таусенев Д. С., Scherbarth S.,
Pierau U. | 45 | Характерные свойства стандартных образцов кластера «растения» в коллекции ИГХ СО РАН |
| Неклюдова А. А., Демьянов А. А. | 63 | О выборе материалов для производства новых типов стандартных образцов вязкости жидкости, аттестуемых в интервале допускаемых значений температуры от -40 °С до -5 °С |

Государственный реестр утвержденных типов СО представленный в разделе ФИФ

- | | | |
|---------------|-----------|--|
| Суслова В. В. | 83 | Сведения о новых типах стандартных образцов |
| Суслова В. В. | 88 | Сведения о стандартных образцах утвержденных типов, в которые были внесены изменения в части срока действия утвержденного типа стандартного образца |

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

Подписано в печать 30.09.2021.
Дата выхода в свет 07.10.2021.
Формат 80×108 1/16. Печать офсетная.
Бумага ВХИ. Усл. печ. л. 10,08.
Тираж 200 экз. Заказ № 14660.

© «Эталон. Стандартные образцы», 2021

ORIGINAL PAPERS

Reference Materials

- | | | |
|---|-----------|---|
| Krylov A. I., Mikheeva A. Y.,
Budko A. G., Tkachenko I. Yu. | 5 | Metrological support of phthalate content measurements: reference material for the composition of a solution of six priority phthalates in methanol |
| Gegechkori V. I., Shulga N. A.,
Shchepochkina O. Iu.,
Gorokhovets N. V., Levko A. A.,
Chadova N. N., Shestakov V. N. | 21 | Procedure of matter identification of reference material for composition of azithromycin with use of spectral method |
| Gryazskikh N. Yu., Zyablikova I. N.,
Ivanov A. V., Chugunova M. M.,
Shobina A. N. | 35 | Luminescence measurements: reference materials for composition of sodium adenosine triphosphate aqueous solution |
| Shabanova E. V., Vasil'eva I. E.,
Tausenev D. S., Scherbarth S.,
Pierau U. | 45 | Features of «plants» cluster from the reference materials collection IGC SB RAS |
| Neklyudova A. A., Demyanov A. A. | 63 | The choice of materials for the production of new reference materials of liquid viscosity certified in the interval of allowed temperature values from -40 °C to -5 °C |

State Register of Approved Types of Standard Models Submitted in the Section of the Federal Information Fund On Assurance of the Uniformity of Measurements

- | | | |
|---------------|-----------|---|
| Suslova V. V. | 73 | Data on new reference materials approved in 2021 |
| Suslova V. V. | 88 | Data on type approved reference materials the validity period Of which has been extended |

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

FOUNDER:

D. I. Mendeleyev Institute for Metrology,
19 Moskovsky 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:

ООО 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: 30.09.2021.

Date of publication: 07.10.2021.

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

Royal paper. Conventional printed sheets 10,08.

Number of copies 200. Order No 14660.

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, директор 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

Славев 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.), 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: 10.20915/2687-0886-2021-17-3-5-19

УДК 006.82:543.08:543.51

МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ СОДЕРЖАНИЯ
ФТАЛАТОВ: СТАНДАРТНЫЙ ОБРАЗЕЦ СОСТАВА РАСТВОРА
ШЕСТИ ПРИОРИТЕТНЫХ ФТАЛАТОВ В МЕТАНОЛЕ

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

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева»
(ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), г. Санкт-Петербург, Россия
ORCID 0000-0002-4288-2916, e-mail: akrylov@b10.vniim.ru

Поступила в редакцию – 9 марта 2021 г., после доработки – 15 июня 2021 г.

Принята к публикации – 20 июля 2021 г.

В статье представлена информация о разработке нового типа стандартного образца (СО) состава раствора шести приоритетных фталатов (диметилфталат, диэтилфталат, ди(н-бутил)фталат, бензилбутилфталат, ди(2-этилгексил)фталат, ди(н-октил)фталат) в метаноле, обеспеченного метрологической прослеживаемостью к ГЭТ 208-2019 (ГЭТ 208).

Показана процедура приготовления и аттестации СО, в том числе оценивание однородности и стабильности. В качестве исходного материала СО были использованы чистые органические вещества – фталаты, охарактеризованные на ГЭТ 208. Материал СО был приготовлен весовым и объемно-весовым методами. Исследование стабильности материала СО выполнено изохронным способом. Аттестованными характеристиками СО являются массовая доля и массовая концентрация индивидуальных фталатов в растворе. При расчете бюджета неопределенности аттестованных характеристик СО были учтены вклады от чистоты исходных веществ, процедуры приготовления СО, неоднородности и долговременной нестабильности. Относительная расширенная неопределенность аттестованных значений не превышает 2%. В результате был разработан и утвержден сертифицированный стандартный образец (ССО) состава раствора эфиров ортофталевой кислоты (фталатов) в метаноле (6Фтлт-ВНИИМ) ГСО 11366–2019.

Практическая значимость применения ГСО 11366–2019 состоит в обеспечении метрологической прослеживаемости СО к соответствующим единицам SI, воспроизводимым на ГЭТ 208. Разработанный СО может применяться при решении любых измерительных задач и выполнении различных видов метрологических работ.

Ссылка при цитировании:

Метрологическое обеспечение измерений содержания фталатов: стандартный образец состава раствора шести приоритетных фталатов в метаноле / А. И. Крылов [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2021. Т. 17. № 3. С. 5–19. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-3-5-19>.

For citation:

Krylov A. I., Mikheeva A. Y., Budko A. G., Tkachenko I. Y. Metrological support of phthalate measurements: reference material for the composition of a solution of six priority phthalates in methanol. *Measurement standards. Reference materials*. 2021;17(3):5–19. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-3-5-19> (In Russ.).

Ключевые слова: стандартный образец, фталаты, аттестованная характеристика, неопределённость, метрологическая прослеживаемость, метод массового баланса, однородность, стабильность

DOI: 10.20915/2687-0886-2021-17-3-5-19

METROLOGICAL SUPPORT OF PHTHALATE CONTENT MEASUREMENTS: REFERENCE MATERIAL FOR THE COMPOSITION OF A SOLUTION OF SIX PRIORITY PHTHALATES IN METHANOL

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

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

Received – 9 March, 2021. Revised – 15 June, 2021.

Accepted for publication – 20 July, 2021

The article provides information on the development of a new reference material (RM) for the composition of a solution of six priority phthalates (dimethyl phthalate, diethyl phthalate, di(n-butyl) phthalate, benzyl butyl phthalate, bis(2-ethylhexyl) phthalate, di(n-octyl) phthalate) in methanol provided with metrological traceability to GET 208-2019 (GET 208).

The procedure for the preparation and certification of RMs is shown, including the estimation of homogeneity and stability. Pure organic substances (phthalates) characterized on GET 208 were used as the starting material for the RM. The RM material was prepared by weight and volume-weight methods. The stability study of the RM was carried out by the isochronous procedure. The RM certified values are the mass fraction and mass concentration of individual phthalates in the solution. When calculating the uncertainty budget for RM certified values, contributions from the purity of the starting materials, RM preparation procedures, heterogeneity, and long-term instability were taken into account. The relative expanded uncertainty of the certified values does not exceed 2%. As a result, a certified reference material (CRM) was developed and approved for the composition of a solution of ortho-phthalic acid esters (phthalates) in methanol GSO 11366–2019.

The practical significance of the application of GSO 11366–2019 is to ensure the metrological traceability of RM to the corresponding SI units reproduced on GET 208. The developed CRM can be applied in resolving any measuring tasks and performing a full range of metrological works.

Keywords: reference material, phthalates, certified value, uncertainty, metrological traceability, mass balance method, homogeneity, stability, metrological support

Используемые в статье сокращения:

CERI – Институт оценки и исследований химических веществ, Япония
CIL – Cambridge Isotope Laboratories, Inc, США
CRM – Сертифицированный стандартный образец
NIM – Национальный метрологический институт Китайской Народной Республики
NIST – Национальный институт стандартов и технологий, США
NMIJ – Национальный метрологический институт Японии
RM – Стандартный образец
ББФ – бензилбутилфталат

Abbreviations used in the article:

CERI – Chemicals Evaluation and Research Institute, Japan
CIL – Cambridge Isotope Laboratories, Inc, USA
CRM – Certified reference material
NIM – The National Institute of Metrology, China
NIST – The National Institute of Standards and Technology, USA
NMIJ – National Metrology Institute of Japan
RM – Reference material
BBP – benzyl butyl phthalate

ВЭЖХ-УФ – высокоэффективная жидкостная хроматография с ультрафиолетовым детектором

ГСО – стандартные образцы утвержденного типа

ГХ-МС – газовая хроматография/масс-спектрометрия

ДБФ – ди(н-бутил)фталат

ДМФ – диметилфталат

ДОФ – ди(н-октил)фталат

ДЭГФ – ди(2-этилгексил)фталат

ДЭФ – диэтилфталат

ЛОС – летучие органические соединения

МБ – метод массового баланса

МУК – методические указания

НС – нелетучие соединения

ОК – основной компонент

ПВХ – поливинилхлорид

ПЭЧВ – первичное эталонное чистое вещество

РС – родственные соединения

СО – стандартный образец

ССО – сертифицированный стандартный образец

ТР ТС – Технический регламент Таможенного союза

ЧОВ – чистое органическое вещество

HPLC-UV – high-performance liquid chromatography-ultraviolet

GSO – formal name of certified reference material in Russia

GC-MS – gas chromatography / mass spectrometry

DBP – di(n-butyl) phthalate

DMP – dimethyl phthalate

DOP – di(n-octyl) phthalate

DEHP – bis(2-ethylhexyl) phthalate

DEP – diethyl phthalate

VOC – volatile organic compound

МБ – mass balance approach

МУК – methodical instructions

НС – non-volatile compounds

ОК – the main component

PVC – polyvinyl chloride

ПЭЧВ – primary reference pure substance

RC – related structure compound

TR CU – Technical regulations of the Customs Union

ЧОВ – pure organic matter

Введение

В настоящее время в России выпускается достаточно широкая номенклатура ГСО, которые являются важной составляющей системы обеспечения единства измерений [1]. Однако существуют целые группы (или классы) химических веществ, измерение содержания которых необходимо в интересах различных отраслей промышленности, сельского хозяйства, здравоохранения, экологии и т. д., но не обеспеченно соответствующими ГСО. Другим важным аспектом текущего момента является вопрос наличия/отсутствия у стандартных образцов (СО) метрологической прослеживаемости, что определяет их назначение и область применения в аналитической практике.

Эфиры ортофталевой кислоты (фталаты) являются крупнотоннажными продуктами химической промышленности, нашедшими широкое применение в качестве смазочных масел, пеногасящих веществ, растворителей и носителей в различных производственных процессах, а также при изготовлении косметических средств. Самое широкое применение фталаты получили как пластификаторы в изделиях из поливинилхлорида (ПВХ) при производстве различных полимерных материалов промышленного, бытового, пищевого и медицинского назначения. Поступление фталатов в окружающую среду – не только результат их производства и переработки, но и следствие повсеместного распространения пластмасс в виде товаров народного

потребления. В объеме полимера фталаты, как правило, не образуют прочных связей и легко выделяются из готовых изделий [2–5]. Из группы фталатов шесть соединений отнесены к приоритетным органическим загрязнителям: диметилфталат (ДМФ), диэтилфталат (ДЭФ), ди(н-бутил)фталат (ДБФ), бензилбутилфталат (ББФ), ди(2-этил гексил)фталат (ДЭГФ), ди(н-октил)фталат (ДОФ) [6, 7].

При кратковременном воздействии фталаты малотоксичны, но в условиях длительного поступления в организм могут стимулировать возникновение хронических заболеваний [8–12]. На основе научных данных из различных источников в 2004 г. Европейский союз (ЕС) запретил применение ДБФ при производстве косметических средств и игрушек [13]. Позже запрет был распространен на ДЭГФ и ББФ. В России также принят ряд нормативно-правовых документов, регламентирующих содержание фталатов в упаковке и продукции, предназначенной для детей и подростков, атмосферном воздухе, текстильных и обувных материалах [13–19]. Методы измерений содержания фталатов в различных матрицах прописаны в российских нормативных документах [20–26] и Технических регламентах Таможенного союза.

Фталаты относятся к одной из важнейших групп веществ, для измерения которой до недавнего времени отсутствовали СО российского производства.

Национальные метрологические институты некоторых стран и ряд коммерческих организаций выпускают ограниченный ассортимент как сертифицированных референтных материалов (Certified Reference Materials – CRMs), так и референтных (Reference Materials – RMs), сведения о которых обобщены в табл. 1.

Важно заметить, что в CRM приписанные значения величин охарактеризованы с точки зрения неопределенности (погрешности) и имеют установленную метрологическую прослеживаемость, что является ключевым отличием CRM от RM, для которых указанные характеристики не обязательны [27].

Аналогичное разделение по признаку наличия/отсутствия метрологической прослеживаемости на ССО и СО закреплено в документах по стандартизации, принятых на Межгосударственном совете по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 октября 2019 г. № 123-П) и введенных в действие в Российской Федерации [28].

Применение ССО для выполнения измерений гарантирует наивысшую точность и надежность, а также сопоставимость полученных результатов, что особенно важно при выполнении измерений в сферах, подлежащих государственному регулированию, реализации

Таблица 1. Сертифицированные СО и СО группы фталатов, выпускаемые зарубежными производителями

Table 1. Certified reference materials and reference materials of the phthalate group produced by foreign producers

№	Производитель, страна	Наименование материала	Каталожный номер	Значение массовой концентрации*, мкг/см ³
ССО (CRM)				
1	NIM, Китай	ДМФ в метаноле	GBW(E)100221	230 (±2 %)
		ДЭФ в метаноле	GBW(E)100222	238 (±2 %)
		ДЭГФ в метаноле	GBW(E)100223	186 (±2 %)
		ББФ в метаноле	GBW(E)100224	165 (±2 %)
		ДБФ в метаноле	GBW(E)100226	195 (±2 %)
2	CERI, Япония	ДЭФ в метаноле	CERIJcss-0569	1000 (±0,8 %)
		ДЭФ в гексане	CERIJcss-0570	1000 (±0,7 %)
		ДБФ в метаноле	CERIJcss-0571	1000 (±0,8 %)
		ДБФ в гексане	CERIJcss-0572	1000 (±1,0 %)
		ДЭГФ в метаноле	CERIJcss-0573	1000 (±0,7 %)
		ДЭГФ в гексане	CERIJcss-0574	1000 (±0,9 %)
		ББФ в метаноле	CERIJcss-0575	1000 (±0,4 %)
		ББФ в гексане	CERIJcss-0576	1000 (±0,6 %)
		8 фталатов в метаноле: Диэтилфталат Ди(2-этилгексил)фталат Ди-н-бутилфталат Бензилбутилфталат Ди-н-гексилфталат Дициклогексилфталат Ди-н-пентилфталат Ди-н-пропилфталат	CERIJcss-0619	100 (±0,5 %) 100 (±1,0 %) 100 (±0,5 %) 100 (±0,5 %) 100 (±1,0 %) 100 (±1,0 %) 100 (±0,5 %) 100 (±1,5 %)

Окончание табл. 1
End of Table 1

№	Производитель, страна	Наименование материала	Каталожный номер	Значение массовой концентрации*, мкг/см ³
3	NIST, США	6 фталатов в метаноле: – ДМФ – ДЭФ – ДБФ – ББФ – ДЭГФ – ДОФ	NIST SRM 3074	55,6 ± 1,2 51,4 ± 1,7 51,2 ± 1,2 52,2 ± 1,4 58,6 ± 1,3 48,2 ± 1,4
CO (RM)				
4	CIL, США	ББФ в нонане	ULM-7551–1.2	100
		ДЭГФ в нонане	ULM-6241–1.2	1000
		ДЭФ в нонане	ULM-6174–1.2	100
		ДМФ в нонане	ULM-6783–1.2	100
		ДБФ в нонане	ULM-7466–1.2	100
		ДОФ в нонане	ULM-6129–1.2	100
5	Supelco (Merck), США	ЕРА метод смесь эфиров фталевой кислоты	48805-U	2000 (каждого)
		ДЭГФ в метаноле	47994	2000

* в скобках приведены значения относительной расширенной неопределенности

межгосударственных проектов и т. д., когда необходимо признание результатов измерений на международном уровне (Соглашение CIPM MRA от 14 октября 1999 г. [29]).

Перед авторами была поставлена задача разработать ССО состава раствора шести приоритетных фталатов, обеспеченный метрологической прослеживаемостью к единицам величин СИ, воспроизводимым Государственным первичным эталоном единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии ГЭТ 208-2019 (ГЭТ 208).

Материалы и методы

Отбор и подготовка исходного материала СО

Для создания ССО фталатов были приобретены ЧОВ фталаты: ДМФ, ДЭФ, ДБФ, ББФ, ДЭГФ, ДОФ (производитель – Sigma-Aldrich, Германия) с заявленной степенью чистоты от 98,4 % до 99,8 % (табл. 3).

Исследования ЧОВ были выполнены на аналитическом оборудовании, включенном в состав ГЭТ 208¹.

Первым этапом определения чистоты органических веществ являлось подтверждение их идентичности. Идентификацию фталатов выполняли методом газовой хроматографии/масс-спектрометрии (ГХ–МС) с использованием библиотеки масс-спектров NIST 14² и хроматографических индексов удерживания.

На втором этапе ЧОВ были тщательно исследованы на наличие четырех вероятных групп примесей (РС, вода, ЛОС и НС), произведен последующий расчет массовой доли основного компонента по формуле «100 % минус сумма примесей» [30–32] в соответствии

¹ ГЭТ 208-2019 Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии // Федер. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/1382717>

² NIST Mass Spectral Library 2014

с международно-признанным косвенным способом определения чистоты компонентов методом массового баланса (МБ).

Определение примесей РС и ЛОС были выполнены методом ГХ–МС на приборе Agilent 7890B/5977B (производитель – Agilent Technologies, США).

Рабочие параметры хроматографа и масс-спектрометра представлены в табл. 2.

Определение массовой доли примесей НС выполняли гравиметрическим методом с помощью откалиброванных электронных весов специального класса точности GH-252 (AND, Япония). Массовую долю НС измеряли по разности масс колбы до и после упаривания пробы при пониженном давлении ($T=200\text{ }^{\circ}\text{C}$, $P=1,33\text{ кПа}$ (10 мм рт. ст.)), результат относили к массе образца, которая составляла 50 г.

Определение массовой доли примеси воды было выполнено на установке Mettler Toledo C30 (производитель – Mettler Toledo, Швейцария), реализующей метод кулонометрического титрования по Карлу Фишеру, с использованием базовых настроек прибора.

Материал ССО готовили весовым и объемно-весовым методами.

В качестве растворителя для приготовления опытной партии ССО использовали метанол, предварительно проверенный на остаточное содержание встречаемых примесей.

Массы навесок индивидуальных фталатов определяли на откалиброванных весах I (специального) класса точности XPE26 (производитель – Mettler Toledo, Швейцария). Контроль грубых промахов, исследование однородности и стабильности материала ССО выполняли по содержанию фталатов методом ГХ–МС.

Результаты исследования и их обсуждение

Основой обеспечения прослеживаемости в органическом анализе являются полностью охарактеризованные чистые органические вещества [33]. Таким образом, первым необходимым шагом для создания сертифицированного ССО и формирования цепочки метрологической прослеживаемости является детальное исследование ЧОВ с целью его аттестации/сертификации.

Таблица 2. Условия выполнения измерений содержания РС и ЛОС методом ГХ–МС

Table 2. Related structure compounds (RCs) and volatile organic compounds (VOCs) measurement conditions by using GC–MS

Хроматограф	
Колонка	HP5-MS, 30m×0,25mmID×0,25μm df
Температура инжектора	280 °C
Расход газа-носителя (гелий) в режиме постоянного потока (Constant Flow)	1 см ³ /мин.
Режим газа-носителя	Постоянный поток (Constant Flow)
Режим ввода пробы	С делением потока 1/50 (Split 1/50)
Температурная программа термостата колонки	40 °C (5 мин.) – 10 °C/мин. – 280 °C (35 мин.)
Задержка на выход растворителя	без задержки
Объем пробы	1 мм ³
Масс-спектрометр	
Температура ионного источника	230 °C
Температура квадруполя	150 °C
Энергия ионизирующих электронов	70 Эв
Режим регистрации	Полный ионный ток (TIC) в диапазоне m/z 33–550

Определение чистоты ЧОВ фталатов

Идентификацию основного компонента проводили методом ГХ–МС с использованием библиотеки масс-спектров NIST 14 и хроматографических индексов удерживания. На рис. 1 в качестве примера приведены актуальный и соответствующий референтный масс-спектры ДБФ.

Следует отметить, что в масс-спектрах электронной ионизации фталатов основным характеристичным ионом является m/z 149, интенсивность прочих ионных фрагментов составляет менее 20 %, а сигнал молекулярного иона составляет менее 10 %. Таким образом, большинство фталатов имеют сходные масс-спектры, что делает их идентификацию с помощью масс-спектрометрии не достаточной для подтверждения идентичности основного компонента. Для повышения надежности идентификации фталатов привлекали данные о хроматографических индексах удерживания. В качестве достаточных критериев идентификации принимали совпадение масс-спектров с библиотечными – не менее 80 % и отклонение индексов удерживания – не более 5 единиц.

Поскольку в нормальных условиях фталаты являются жидкостями с установленными температурами кипения и, следовательно, пригодными к анализу методом газовой хроматографии, определение примесей РС и ЛОС было выполнено одновременно непосредственно из ЧОВ фталатов.

Идентифицированные примеси РС и ЛОС были измерены методом внешнего стандарта по точечным градуировочным характеристикам в предположении, что фактор отклика примеси относительно соответствующего стандарта равен 1. В качестве внешнего стандарта приняли:

- пентанол-1 – для примесей алифатических спиртов и простых эфиров;
- бутиловый эфир уксусной кислоты – для примесей алифатических сложных эфиров;

- бензойную кислоту – для примесей ароматических карбонилсодержащих соединений;
- 6 фталатов (ДМФ, ДЭФ, ДБФ, ББФ, ДЭГФ, ДОФ) – для примесей эфиров фталевой кислоты.

Во всех исследованных ЧОВ фталатов зарегистрированы характерные примеси, наличие которых обусловлено технологией производства (спирты, эфиры бензойной кислоты, фталевый ангидрид, изомерные фталаты). Типичная масс-хроматограмма фталатов на примере ДЭГФ приведена на рис. 2.

В результате выполненных исследований было установлено, что массовая доля суммы ЛОС и РС во фталатах составляет от 0,17 % до 1,12 %.

Массовую долю воды измеряли по стандартной процедуре с использованием кулонометрического титрования методом Карла Фишера, содержание примесей воды в исследованных фталатах составило от 0,027 % до 0,105 %.

Для измерения содержания нелетучих примесей применяли гравиметрический метод, заключающийся в измерении массы навески до и после упаривания ОК и прочих летучих органических и неорганических веществ. Было установлено, что во всех исследованных фталатах массовая доля примесей нелетучих соединений составляет менее 0,0005 %.

Обобщенные результаты измерений массовой доли ОК в ЧОВ и полученные на их основе аттестованные характеристики первичных эталонных чистых веществ (ПЭЧВ) приведены в табл. 3.

Аттестация СО состава раствора фталатов

Значение массовой доли и массовой концентрации приоритетных фталатов в приготовленном растворе (характеризация СО) устанавливали по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления.

Массовую долю фталатов в приготовленном растворе (ван, г/кг) рассчитывали с учетом содержания ОК в соответствующих ПЭЧВ (табл. 3) по формуле общего вида

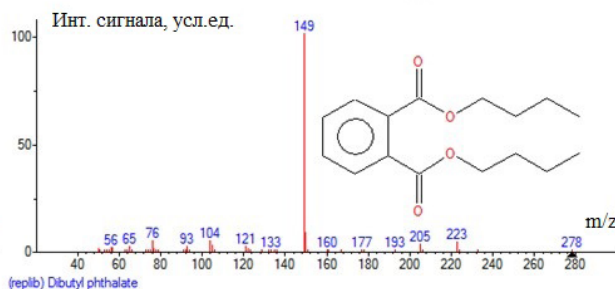
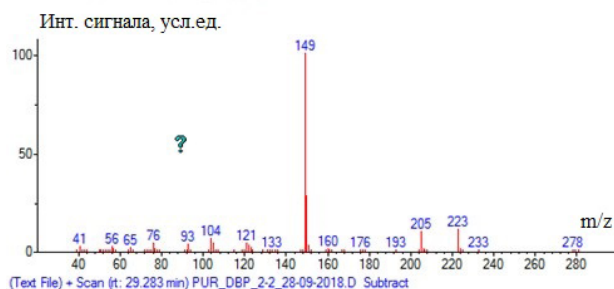


Рис. 1. Масс-спектры: а – актуальный аттестуемого вещества, б – референтный ДБФ из библиотеки масс-спектров NIST 14
Fig. 1. Mass spectra: a – actual of the substance is being certified, b – reference of DBP from the Mass Spectral Library (NIST 14)

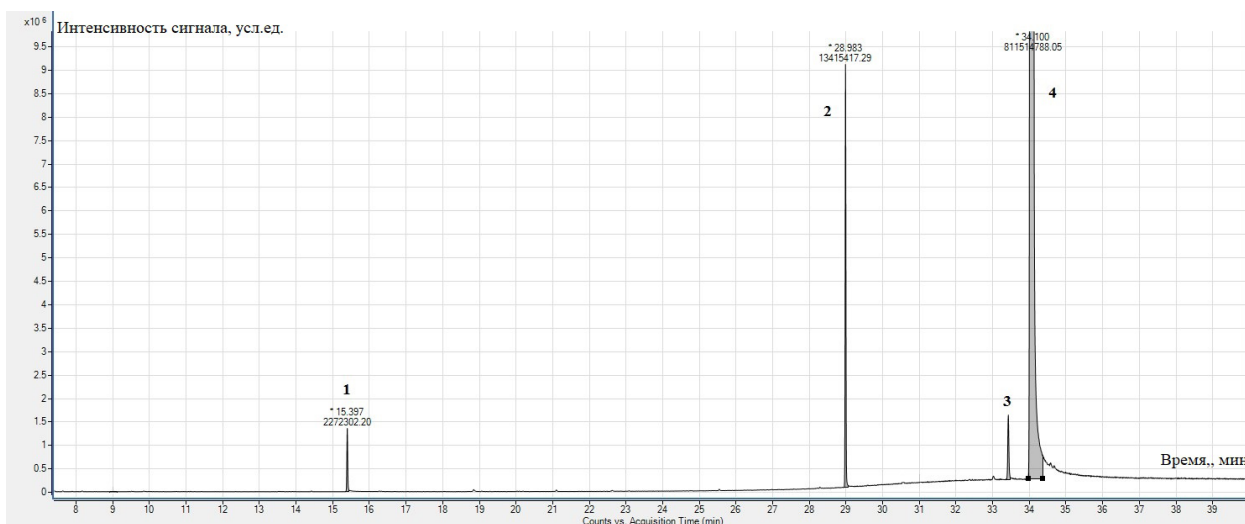


Рис. 2. Масс-хроматограмма ДЭГФ: 1–2-этилгексанол; 2 – метил(2-этилгексил)фталат; 3 – ди(2-пропилпентил)фталат; 4 – ДЭГФ
 Fig. 2. Mass-chromatogram of DEHP: 1–2-ethylhexanol; 2-methyl(2-ethylhexyl) phthalate; 3-di(2-propylpentyl) phthalate; 4 – DEHP

Таблица 3. Содержание ОК в ЧОВ и аттестованные характеристики ПЭЧВ

Table 3. Mass fraction of the main component in the pure organic matter and certified values of the primary reference pure substance

Наименование компонента	Коммерческий продукт	ПЭЧВ	
	Массовая доля ОК, %	Массовая доля ОК, %	Расширенная неопределенность, %
Диметилфталат	99,8	99,60	0,09
Диэтилфталат	99,7	99,79	0,05
Ди(н-бутил)фталат	99,7	99,46	0,17
Бензилбутилфталат	98,4	98,83	0,18
Ди(2-этилгексил)фталат	99,6	99,78	0,12
Ди(н-октил)фталат	98,6	99,35	0,18

$$w_{ан} = \frac{m_{чв} \cdot w_{чв}}{m_{p-ра} \cdot 100}, \quad (1)$$

где $m_{чв}$ – масса ПЭЧВ, взятая для приготовления раствора, мг;

$w_{чв}$ – массовая доля ОК в ПЭЧВ, %;

$m_{p-ра}$ – масса раствора, г.

Массовую концентрацию фталатов ($\rho_{ан}$, г/дм³) рассчитывали с учетом содержания ОК в соответствующих ПЭЧВ по формуле общего вида

$$\rho_{ан} = \frac{m_{чв} \cdot w_{чв}}{V_{p-ра} \cdot 100}, \quad (2)$$

где $V_{p-ра}$ – объем приготавливаемого раствора, см³.

Оценивание однородности материала СО проводили методом ГХ–МС. Для этого методом статистического отбора от опытной партии СО были взяты 5 экземпляров, от каждого экземпляра – 5 аликвот по 0,25 см³. Для каждой аликвоты было проведено три параллельных определения в соответствии с алгоритмом исследования, приведенным на рис. 3.

Полученные экспериментальные данные были обработаны в соответствии со схемой однофакторного дисперсионного анализа ANOVA, разработанной с учетом положений [32, 34] и приведенной в методике исследования однородности и стабильности СО. Расчеты были выполнены для каждого исследуемого фталата.



Рис. 3. Алгоритм исследования однородности стандартного образца состава раствора эфиров ортофталевой кислоты (фталатов) в метаноле

Fig. 3. Algorithm for studying the homogeneity of a reference material of a solution of esters of ortho-phthalic acid (phthalates) in methanol

Статистически значимого изменения за период исследования однородности обнаружено не было. По результатам исследований был сделан вывод о том, что партия СО является однородной (для всех фталатов $F < F_{кр.}$). Вклад неопределенности от неоднородности материала (u_h) был учтен при расчете бюджета неопределенности аттестованных характеристик СО (u_h принята равной 0,80 %).

Исследование нестабильности материала СО осуществляли изохронным способом («метод ускоренного старения») [23]. С учетом рекомендованного диапазона температур хранения партии СО исследование изохронной стабильности проводили при опорной температуре $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ и температуре испытаний $44\text{ }^{\circ}\text{C}$. Продолжительность исследования стабильности τ (в сут.), оценивали по формуле

$$\tau = \frac{T}{2^{10} \frac{t_1 - t_0}{t_0}}, \quad (3)$$

где T – предполагаемый срок годности экземпляра СО, сутки;

t_0 , t_1 – предполагаемая температура хранения СО и температура хранения при ускоренном старении минус $18\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $44\text{ }^{\circ}\text{C}$ соответственно.

При фиксированных значениях температуры хранения и исходя из предполагаемого срока годности СО не менее 3 лет, продолжительность исследования стабильности τ составила 14 дней.

Статистически значимого изменения за период исследования стабильности не обнаружено. По результатам исследований сделан вывод о стабильности СО при выбранных температурах хранения и транспортирования. Вклад неопределенности от нестабильности материала СО (u_{stab}) был учтен при расчете бюджета неопределенности (u_{stab} принята равной 0,52 %).

По результатам исследований установлен срок годности СО – 3 года.

Расчет бюджета неопределенности аттестованных характеристик СО проводили по формуле общего вида

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

где u_{char} – относительная стандартная неопределенность от способа аттестации СО (в %), рассчитываемая по формуле 5;

$$u_{char} = \frac{u_{char}(w(\text{или } \rho)_{ан})}{w(\text{или } \rho)_{ан}} = \sqrt{\left(\frac{u_{w_{чв}} \cdot 100}{w_{чв}}\right)^2 + \left(\frac{u_{m_{чв}} \cdot 100}{m_{чв}}\right)^2 + \left(\frac{u_{m(\text{или } V)_{p-pa}} \cdot 100}{m(\text{или } V)_{p-pa}}\right)^2}, \quad (5)$$

где u_h – относительная стандартная неопределенность от неоднородности СО (в %), рассчитываемая по формуле 6 или 7 в соответствии с [34, 35];

$$u_h = \frac{uh(w(\text{или } \rho)_{ан})}{w(\text{или } \rho)_{ан}} = \frac{\sqrt{\frac{(\overline{SS}_H - \overline{SS}_e)}{3} \cdot \frac{M(\text{или } V)_0}{M(\text{или } V)}}}{w(\text{или } C)_{ан}} \cdot 100, \quad (6)$$

$$u_h = \frac{u_h(w(\text{или } \rho)_{ан})}{w(\text{или } \rho)_{ан}} = \frac{\frac{1}{3} \sqrt{\overline{SS}_e} \cdot \frac{M(\text{или } V)_0}{M(\text{или } V)}}{w(C)_{ан}} \cdot 100, \quad (7)$$

где u_{stab} – относительная стандартная неопределенность от нестабильности СО (в %), рассчитываемая по формуле 8 в соответствии с [34, 35].

$$u_{stab} = \frac{u_{stab}(w(\text{или } \rho)_{ан})}{w(\text{или } \rho)_{ан}} = \frac{S_a \cdot t}{w(\text{или } C)_{ан}} \cdot 100, \quad (8)$$

Относительную расширенную неопределенность (при $k=2$) вычисляли по формуле

$$U(w(\text{или } \rho)_{ан}) = 2 \cdot u, \quad (9)$$

Результаты расчетов обобщены в табл. 4.

Таким образом, значения метрологических характеристик ССО были определены с учетом результатов:

- характеристики ПЭЧВ;
- процедуры приготовления раствора (по расчетно-экспериментальной процедуре);
- исследования однородности материала ССО;
- исследования стабильности ССО.

Метрологические характеристики аттестованной партии ССО представлены в табл. 5.

В результате выполненных исследований создан СО состава раствора эфиров ортофталевой кислоты (фталатов) в метаноле (6ФТЛТ-ВНИИМ) ГСО 11366–2019 (далее – ГСО). ГСО был использован для калибровки (градуировки) аналитического оборудования при разработке референтной методики измерений «Референтная методика измерений массовой доли шести приоритетных фталатов (диметилфталата, диэтилфталата, ди(н-бутил)фталата, бензилбутилфталата, ди(2-этилгексил)фталата и ди(н-октил)фталата) в объектах

Таблица 4. Бюджет неопределенности аттестованных характеристик фталатов в растворе ССО (массовая доля/массовая концентрация компонента)

Table 4. The uncertainty budget of certified values of phthalates in CRM solution (mass fraction/mass concentration)

№ п/п	Источник неопределенности	Тип оценки	Относительная стандартная неопределенность, (вклад) % (массовая доля)	Относительная стандартная неопределенность, (вклад) % (массовая концентрация)
1	Чистота ПЭЧВ	В	0,09	0,09
2	Масса ПЭЧВ	В	0,0080	0,0080
3	Масса раствора	В	0,010	–
	Объем раствора	В	–	0,060
4	Неоднородность СО	А	0,80	0,80
5	Нестабильность СО	А	0,52	0,52
Относительная суммарная стандартная неопределенность, u			0,96	0,97
Относительная расширенная неопределенность ($k=2$), U			1,92	1,94
Принято			2	2

Таблица 5. Метрологические характеристики ССО состава раствора фталатов в метаноле
Table 5. Metrological characteristics of CRM for composition of phthalates solution in methanol

Наименование вещества (компонента)	Аттестованное значение массовой концентрации компонента, мг/см ³	Относительная расширенная неопределенность U при $k=2^*$, %	Аттестованное значение массовой доли компонента, мг/г	Относительная расширенная неопределенность U при $k=2^*$, %
ДМФ	2,04	2	2,58	2
ДЭФ	2,05		2,59	
ДБФ	1,98		2,50	
ББФ	1,98		2,51	
ДЭГФ	2,02		2,55	
ДОФ	2,01		2,54	

* Соответствует границам допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ССО $\pm \delta$ (в %) при $P=0,95$.

на основе поливинилхлорида методом газовой хроматографии / масс-спектрометрии с изотопным разбавлением» РМИ ВНИИМ-243-02-2019 [36].

Бюджет неопределенности ССО (табл. 4) показывает, что основными составляющими суммарной стандартной неопределенности аттестованных значений ССО являются вклады от неоднородности и нестабильности материала (в сумме около 90 %), что, с точки зрения авторов, обусловлено объективными характеристиками метода ГХ–МС, использованного для исследования, и не указывает на фактическую неоднородность и/или нестабильность материала ССО.

Для подтверждения этой гипотезы был спланирован эксперимент с использованием альтернативного аналитического метода – высокоэффективной жидкостной хроматографии с УФ-детектированием (ВЭЖХ-УФ),

который в целом характеризуется лучшей прецизионностью. Дизайн эксперимента предполагал анализ алифаты раствора ССО методами ГХ–МС и ВЭЖХ-УФ в условиях повторяемости. На основе полученных данных рассчитывали относительные факторы отклика аналитов: ДОФ – по ДБФ, остальные фталаты – по ДОФ и определяли относительное среднеквадратичное отклонение (СКО) результатов измерений, полученных разными методами (табл. 6).

Из данных табл. 6 видно, что для разработанного ССО вклады от неоднородности и нестабильности существенно зависят от применяемого аналитического метода (при использовании ВЭЖХ-УФ СКО результатов измерений улучшается в 5–7 раз). Таким образом, в случае необходимости точностные характеристики ГСО 11366–2019 могут быть заметно улучшены за счет

Таблица 6. СКО относительных факторов отклика методами ВЭЖХ-УФ и ГХ–МС.
Table 6. RSD of the relative response factors by HPLC-UV and GC–MS methods.

Компонент	СКО ¹⁾ , %	
	ГХ–МС	ВЭЖХ-УФ
ДМФ	0,57	0,12
ДЭФ	0,55	0,10
ДБФ	0,80	0,11
ББФ	0,80	0,11
ДЭГФ	0,50	0,09
ДОФ	0,59	0,10
По результатам 15 измерений		

использования альтернативной процедуры оценки однородности и/или стабильности материала ССО.

Заключение

В результате выполненных исследований создан СО состава раствора эфиров ортофталевой кислоты (фталатов) в метаноле (6ФТЛТ-ВНИИМ) ГСО 11366–2019. СО представляет собой раствор шести индивидуальных фталатов в метаноле, расфасованный по $(2,0 \pm 0,1)$ см³ в стеклянные герметично запаиваемые ампулы номинальным объемом 5 см³ с этикеткой, срок годности – 3 года. Аттестованными характеристиками СО являются массовая доля и массовая концентрация индивидуальных фталатов (диметилфталата, диэтилфталата, ди(н-бутил)фталата, бензилбутилфталата, ди(2-этилгексил)фталата, ди(н-октил)фталата).

Данный СО обеспечен метрологической прослеживаемостью к ГЭТ 208, что гарантирует признание результатов измерений на международном уровне, а также позволяет повысить их точность и достоверность при решении любых измерительных задач и выполнении различных видов метрологических работ (разработка и аттестация референтных методик измерений и методик измерений, организация контроля точности методик измерений методом добавки, калибровка и/или градуировка средств измерений, межлабораторные сравнительные испытания и др.)

Благодарности

Все измерения проводили с использованием оборудования ФГУП «ВНИИМ им Д. И. Менделеева».

Вклад соавторов:

Крылов А. И.: общее руководство, инициирование исследований, определение замысла и методологии работы.

Михеева А. Ю.: анализ литературных данных, дизайн экспериментальных исследований, критический анализ экспериментальных данных, редакция текста статьи.

Будко А. Г.: сбор литературных данных, получение и анализ экспериментальных данных, изготовление ССО, подготовка комплекта документов по разработке и испытаниям СО, подготовка первоначального варианта статьи, перевод на английский язык.

Ткаченко И. Ю.: сбор литературных данных, дизайн экспериментальных исследований, критический анализ экспериментальных данных, редакция текста 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 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.

Автор А. И. Крылов является членом редакционного совета журнала «Эталон. Стандартные образцы».

ЛИТЕРАТУРА

1. Крылов А. И., Михеева А. Ю., Ткаченко И. Ю. Контроль органических компонентов. Обеспечение прослеживаемости результатов измерений // Контроль качества продукции. 2017. № 11. С. 12–17.
2. Русаков П. В. Производство полимеров. М.: Высшая школа, 1988. 218 с.
3. Экологическая химия / Ф. Корте [и др.]. М.: Мир. 1996. С. 314–332.
4. Sekizawa J., Dobson S., Touch III R. J. Concise international chemical assessment document 52. Diethyl phthalat // Report world health organization. Geneva. 2003. [website]. URL: <http://www.inchem.org/documents/cicads/cicad52.htm>
5. Heise S., Litz N. Deskstudy phthalates. German Federal Environmental Agency. Berlin, Germany: Horizontal, February 2004. 40 p.
6. U. S. Environmental Protection Agency, Phthalates Action Plan (Revised 03/14/2012) [website]. https://www.epa.gov/sites/default/files/2015-09/documents/phthalates_actionplan_revised_2012-03-14.pdf
7. Accessing the Market: European Union Phthalate Regulations // SGS. 2019 April 8. [website]. URL: <https://www.sgs.com/en/news/2019/04/accessing-the-market-european-union-phthalate-regulations>
8. Миграция фталатов из упаковочных материалов для бутилированной воды. Результаты международных исследований / О. Л. Маркова [и др.] // Здоровье – основа человеческого потенциала: проблемы и пути их решения. 2020. Т. 15. № 1. С. 416–427.
9. Влияние фталатов на здоровье населения. Краткий литературный обзор / П. А. Ганичев [и др.] // Здоровье – основа человеческого потенциала: проблемы и пути их решения. 2020. Т. 15. № 1. С. 233–239.
10. What are the sources of exposure to eight frequently used phthalic acid esters in Europeans? / M. Wormuth [et al.] // Wiley-Blackwell: Risk Management & Insurance Review. 2006. Vol. 26. no. 3. P. 803–824. <https://doi.org/10.1111/j.1539-6924.2006.00770.x>

11. Migration and potential risk of trace phthalates in bottled water: A global situation / Q. Luo [et al.] // Water research. 2018. no. 147. P. 362–372. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2018.10.002>
12. Toxicity and estrogenic endocrine disrupting activity of phthalates and their mixtures / X. Chen [et al.] // International journal of environmental research and public health. 2014. Vol. 11. no. 3. P. 3156–3168. <https://doi.org/10.3390/ijerph110303156>
13. О внесении изменений в технический регламент Таможенного союза «О безопасности парфюмерно-косметической продукции» (ТР ТС 009/2011): решение Совета Евразийской Экономической Комиссии от 29 марта 2019 г. № 32 // Электронный фонд правовых и нормативно-технических документов [сайт]. URL: <https://docs.cntd.ru/document/554460497>
14. ТР ТС 009/2011 Технический регламент таможенного союза «О безопасности парфюмерно-косметической продукции» // Евразийский экономический союз [сайт]. URL: https://docs.eaeunion.org/docs/ru-ru/0025181/cuc_30092011_799
15. ТР ТС 007/2011 Технический регламент таможенного союза «О безопасности продукции, предназначенной для детей и подростков» // Евразийский экономический союз [сайт]. URL: https://docs.eaeunion.org/docs/ru-ru/0124930/cuc_30092011_797
16. ТР ТС 005/2011 Технический регламент таможенного союза «О безопасности упаковки» // Евразийский экономический союз [сайт]. URL: https://docs.eaeunion.org/docs/ru-ru/0025191/cuc_02092011_769
17. ТР ТС 008/2011 Технический регламент таможенного союза «О безопасности игрушек» // Евразийский экономический союз [сайт]. URL: https://docs.eaeunion.org/docs/ru-ru/0124939/cuc_30092011_798
18. ТР ТС 017/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности продукции легкой промышленности (с изм. на 9 августа 2016 г.)» // Евразийский экономический союз [сайт]. URL: <http://docs.cntd.ru/document/902320564>
19. ГН 2.1.6.3492–17 Предельно допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе городских и сельских поселений: Гигиенические нормативы, с изменениями, утв. постановлением Главного государственного санитарного врача Российской Федерации 31.05.2018 № 37, М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2019, 55 с.
20. МУК 4.1.3160–14 Измерение массовых концентраций фталатов (диметилфталата, диэтилфталата, дибутилфталата, бензилбутилфталата, ди(2-этилгексил)фталата) в молоке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания. М.: 2015, 21 с.
21. Method 606: Phthalate ester // U. S. Environmental protection agency. 1984. 20 p.
22. ГОСТ 25779–90 Игрушки. Общие требования безопасности и методы контроля: введ. 1992-01-01, актуализ. 2015-04-06. М.: Стандартинформ, 2008. 36 с.
23. МУК 4.1.738–99 Хромато-масс-спектрометрическое определение фталатов и органических кислот в воде. М.: Минздрав России, 1999. 13 с.
24. МУК 4.1.614–96 Методические указания по определению диэтилфталата в атмосферном воздухе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. М.: Минздрав России, 1997. 454 с.
25. МУК 4.1.3168–14 Газохроматографическое определение диметилфталата, диметилтерефталата, диэтилфталата, дибутилфталата, бутилбензилфталата, бис(2-этилгексил)фталата и диоктилфталата в атмосферном воздухе, воздухе испытательной камеры и замкнутых помещений. М.: Минздрав России, 2015. 30 с.
26. МУК 4.1.610–96 Методические указания по газохроматографическому определению диметилизофталата в атмосферном воздухе. М.: Минздрав России, 1997. 454 с.
27. ГОСТ ISO Guide 34–2014 Общие требования к компетентности изготовителей стандартных образцов. М.: Стандартинформ, 2014. 40 с.
28. ГОСТ 8.315–2019 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения. М.: Стандартинформ, 2019. 39 с.
29. Взаимное признание национальных измерительных эталонов и сертификатов калибровки и измерений, издаваемых национальными метрологическими институтами: Соглашение CIPM MRA от 14 октября 1999 года // РОССТАНДАРТ Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/7>
30. РМГ 55–2003 ГСИ. Стандартные образцы состава чистых органических веществ. Методы аттестации. Основные положения. М.: Издательство стандартов, 2004, 12 с.
31. An approach to the metrologically sound traceable assessment of the chemical purity of organic reference materials / D. L. Duewer [et al.]. USA: NIST. 2004. 47 p.
32. ГОСТ ISO Guide 35–2015 Стандартные образцы – Общие и статистические принципы сертификации (аттестации). М.: Стандартинформ, 2016. 61 с.
33. CCQM strategy document 2021–2030. Version 1.0 21.06.2021 // BIPM [website]. URL: <https://www.bipm.org/documents/20126/41532413/CCQM+Strategy/31283069-94f4-f2c7-bbfc-7d652c9b3de8>
34. РМГ 93–2015 ГСИ. Оценка метрологических характеристик стандартных образцов. М.: Стандартинформ, 2011. 30 с.
35. Р 50.2.058–2007 Государственная система обеспечения единства измерений. Оценка неопределенностей аттестованных значений стандартных образцов. М.: Стандартинформ, 2008. 30 с.
36. РМИ ВНИИМ-243-01-2019 Референтная методика измерений массовой доли шести приоритетных фталатов (диметилфталата, диэтилфталата, ди(н-бутил)фталата, бензилбутилфталата, ди(2-этилгексил)фталата и ди(н-октил)фталата) в объектах на основе поливинилхлорида методом газовой хроматографии / масс-спектрометрии с изотопным разбавлением // Федер. информац. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/8/items/834820>

REFERENCES

1. Krylov A. I., Mikheeva A. Y., Tkachenko I. Y. Control of organic components. Ensuring traceability of measurement results. Product quality control. 2017;(11):12–17. (In Russ.).
2. Rusakov P. V. Polymer production. Moscow: Higher school; 1988. 218 p. (In Russ.).
3. Korte F., Bahadir M., Kline V. et al. Environmental Chemistry. Moscow: World publ.; 1996. P. 314–332. (In Russ.).
4. Sekizawa J., Dobson S., Touch III R. J. Concise international chemical assessment document 52. Diethyl phthalate. Available at: <http://www.inchem.org/documents/cicads/cicads/cicad52.htm>
5. Heise S., Litz N. Deskstudy phthalates. German Federal Environmental Agency. Berlin, Germany: Horizontal; February 2004. 40 p.
6. U. S. Environmental Protection Agency, Phthalates Action Plan (Revised 03/14/2012). Available at: https://www.epa.gov/sites/default/files/2015-09/documents/phthalates_actionplan_revised_2012-03-14.pdf
7. Accessing the Market: European Union Phthalate Regulations. 2019 April 8. Available at: <https://www.sgs.com/en/news/2019/04/accessing-the-market-european-union-phthalate-regulations>
8. Markova O. L., Ganichev P. A., Yeregin G. B., Zaritskaya E. V. Phthalate migration from packing materials for bottled water. findings of international studies. Health is the basis of human potential: problems and ways to solve them. 2020;15(1):416–427. (In Russ.).
9. Ganichev P. A., Markova O. L., Yeregin G. B., Myasnikov I. O. Effect of phthalates on population health. brief literary review. Health is the basis of human potential: problems and ways to solve them. 2020;15(1):233–239. (In Russ.).
10. Wormuth M., Scheringer M., Vollenweider M., Hungerbühler K. What are the sources of exposure to eight frequently used phthalic acid esters in Europeans? Wiley-Blackwell: Risk Management & Insurance Review. 2006;26(3):803–824. <https://doi.org/10.1111/j.1539-6924.2006.00770.x>
11. Luo Q. et al. Migration and potential risk of trace phthalates in bottled water: A global situation. Water research. 2018;147:362–372. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2018.10.002>
12. Chen X. et al. Toxicity and estrogenic endocrine disrupting activity of phthalates and their mixtures. International journal of environmental research and public health. 2014;11(3):3156–3168. <https://doi.org/10.3390/ijerph110303156>
13. On amendments to the technical regulations of the Customs Union «On the safety of perfumery and cosmetic products» (TR CU009/2011): decision of the Council of the Eurasian Economic Commission of March 29, 2019 No. 32. Available at: <https://docs.cntd.ru/document/554460497>
14. TR CU009/2011 Technical regulations of the customs union «On the safety of perfumery and cosmetic products». Available at: https://docs.eaeunion.org/docs/ru-ru/0025181/cuc_30092011_799
15. TR CU007/2011 Technical regulations of the customs union «On the safety of products intended for children and adolescents». Available at: https://docs.eaeunion.org/docs/ru-ru/0124930/cuc_30092011_797
16. TR CU005/2011 Technical Regulations of the Customs Union «On the safety of packaging». Available at: https://docs.eaeunion.org/docs/ru-ru/0025191/cuc_02092011_769
17. TR CU008/2011 Technical regulations of the customs union «On the safety of toys». Available at: https://docs.eaeunion.org/docs/ru-ru/0124939/cuc_30092011_798
18. TR CU017/2011 Technical Regulations of the Customs Union «On the safety of light industry products (as amended on August 9, 2016)». Available at: <http://docs.cntd.ru/document/902320564>
19. GN2.1.6.3492–17 Maximum permissible concentration (MPC) of pollutants in the air of urban and rural settlements: Hygienic standards, as amended, approved. Resolution of the Chief State Sanitary Doctor of the Russian Federation 05/31/2018 no. 37. Moscow: Federal Center for Hygiene and Epidemiology of Rospotrebnadzor; 2019. 55 p. (In Russ.).
20. MUK 4.1.3160–14 Measurement of mass concentrations of phthalates (dimethyl phthalate, diethyl phthalate, dibutyl phthalate, benzyl butyl phthalate, di (2-ethylhexyl) phthalate) in milk by high performance liquid chromatography: Methodical guidelines. Moscow: 2015. 21 p. (In Russ.).
21. Method 606: Phthalate ester. U. S. Environmental protection agency. 1984. 20 p.
22. GOST 25779–90 Toys. General safety requirements and control methods. Moscow: Standartinform; 2018. (In Russ.).
23. MUK 4.1.738–99 Chromato-mass spectrometric determination of phthalates and organic acids in water. Moscow: Ministry of Health of Russia; 1999. 13 p. (In Russ.).
24. MUK 4.1.614–96 Guidelines for the determination of diethyl phthalate in atmospheric air by high performance liquid chromatography. Moscow: Ministry of Health of Russia; 1997. 454 p. (In Russ.).
25. MUK 4.1.3168–14 Gas chromatographic determination of dimethyl phthalate, dimethyl terephthalate, diethyl phthalate, dibutyl phthalate, butyl benzyl phthalate, bis (2-ethylhexyl) phthalate and dioctyl phthalate in atmospheric air, the air of the test chamber and enclosed spaces. Moscow: Ministry of Health of Russia; 2015. 30 p. (In Russ.).
26. MUK 4.1.610–96 Guidelines for the gas chromatographic determination of dimethyl isophthalate in atmospheric air. Moscow: Ministry of Health of Russia, 1997. 454 p. (In Russ.).
27. GOST ISO Guide 34–2014 General requirements for the competence of reference material producers. Moscow: Standartinform; 2014. 40 p. (In Russ.).
28. GOST 8.315–2019 State system for ensuring the uniformity of measurements. Reference materials of composition and properties of substances and materials. Basic principles. Moscow: Standartinform; 2019. 39 p. (In Russ.).

29. Mutual recognition of national measurement standards and calibration and measurement certificates issued by national metrology institutes: CIPM MRA of October 14, 1999. Available at: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/7>
30. RMG 55–2003 GSI. State system for ensuring the uniformity of measurements. Reference materials for composition of pure organic substances. Methods of certification. Principles basic. Moscow: Publishing house of standards; 2004. 12 c. (In Russ.).
31. Duewer D. L. et al. An approach to the metrologically sound traceable assessment of the chemical purity of organic reference materials. USA: NIST; 2004. 47 p.
32. GOST ISO Guide 35–2015 Reference materials. General and statistical principles for certification. Moscow: Standartinform; 2016. 61 p. (In Russ.).
33. CCQM strategy document 2021–2030. Version 1.021.06.2021. Available at: <https://www.bipm.org/documents/20126/41532413/CCQM+Strategy/31283069–94f4–f2c7–bbfc–7d652c9b3de8>
34. PMG 93–2015 ГСИ. State system for ensuring the uniformity of measurements. Estimation of metrological characteristics of reference materials. Moscow: Standartinform; 2011. 30 p. (In Russ.).
35. R50.2.058-2007 State system for ensuring the uniformity of measurements. Estimation of uncertainties of certified values of reference materials. Moscow: Standartinform; 2008. 30 p. (In Russ.).
36. RMI VNIIM-243-01-2019 Reference method for measuring the mass fraction of six priority phthalates (dimethyl phthalate, diethyl phthalate, di (n-butyl) phthalate, benzyl butyl phthalate, di (2-ethylhexyl) phthalate and di (n-octyl) phthalate) in objects on based on polyvinyl chloride by gas chromatography / mass spectrometry with isotopic dilution. Available at: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/8/items/834820> (In Russ.).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Крылов Анатолий Иванович – д-р хим. наук, руководитель отдела госэталонов в области органического и неорганического анализа ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Россия, г. Санкт-Петербург,
Московский проспект, д. 19.
e-mail: akrylov@b10.vniim.ru

Будко Александра Германовна – научный сотрудник научно-исследовательского отдела госэталонов в области органического и неорганического анализа ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Россия, 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19.
e-mail: aa@b10.vniim.ru
ORCID : 0000-0002-4288-2916
ResearcherID: O-8550–201

Михеева Алена Юрьевна – канд. хим. наук, ведущий научный сотрудник научно-исследовательского отдела госэталонов в области органического и неорганического анализа ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Россия, 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19.
e-mail: may@b10.vniim.ru
ResearcherID: B-6506–2019

Ткаченко Ирина Юрьевна – ведущий инженер научно-исследовательского отдела госэталонов в области органического и неорганического анализа ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Россия, 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19.
e-mail: ti@b10.vniim.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Anatoliy I. Krylov – Dr. Sci. (Chem.), Head of the Department for State Measurement Standards in the field of organic and inorganic analysis.

19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia.
e-mail: akrylov@b10.vniim.ru

Alexandra G. Budko – researcher of the research department of state standards in the field of organic and inorganic analysis D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM).

19 Moskovskiy ave., St. Petersburg, 190005, Russia.
e-mail: aa@b10.vniim.ru
ORCID : 0000-0002-4288-2916
ResearcherID: O-8550–2018

Alena Y. Mikheeva – PhD (Chem.), leading researcher, research department of state standards in the field of organic and inorganic analysis D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM).

19 Moskovskiy ave., St. Petersburg, 190005, Russia.
e-mail: may@b10.vniim.ru
ResearcherID: B-6506–2019

Irina Yu. Tkachenko – leading engineer, scientific and research department of state standards in organic and inorganic analysis sphere, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, (VNIIM).

19 Moskovskiy ave., St. Petersburg, 190005, Russia.
e-mail: ti@b10.vniim.ru

МЕТОДИКА ИДЕНТИФИКАЦИИ МАТЕРИАЛА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА СОСТАВА АЗИТРОМИЦИНА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СПЕКТРАЛЬНЫХ МЕТОДОВ

© В. И. Гегечкори¹, Н. А. Шульга¹, О. Ю. Щепочкина¹, Н. В. Гороховец¹,
А. А. Левко², Н. Н. Чадова², В. Н. Шестаков²

¹ ФГАОУ ВО «Первый Московский государственный медицинский университет им. И. М. Сеченова (Сеченовский Университет) Минздрава России», г. Москва, Россия

² ФБУ «Государственный институт лекарственных средств и надлежащих практик»
(ФБУ «ГИЛС и НП»), г. Москва, Россия
ResearcherID AAD-2259-2019, e-mail: vgegechkori@gmail.com

Поступила в редакцию – 25 марта 2021 г., после доработки – 20 июня 2021 г.
Принята к публикации – 5 июля 2021 г.

При создании новых лекарственных средств, а также актуализации подходов к оценке качества лекарственных средств, находящихся в обращении, важным вопросом стандартизации является разработка методов контроля качества с применением надежных, точных и чувствительных физико-химических методов, что, в свою очередь, обуславливает необходимость создания и использования стандартных образцов. В данной статье рассматривается вопрос о разработке надежных методов идентификации структуры азитромицина, которая позволит гарантировать чистоту стандартного образца, адекватно и однозначно выбрать метод количественного определения в соответствии с действующими требованиями нормативных актов, а также согласно Фармакопее Российской Федерации XIV Издания.

Ключевые слова: азитромицин, стандартные образцы, физико-химические методы, стандартизация, ЯМР-спектроскопия, ИК-спектроскопия, Масс-спектроскопия

Ссылка при цитировании:

Методика идентификации материала стандартного образца состава азитромицина с использованием спектральных методов / В. И. Гегечкори [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2021. Т. 17. № 3. С. 21–34. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-3-21-34>

For citation:

Gegechkori V. I., Shulga N. A., Shchepochkina O. Yu., Gorokhovets N. V., Levko A. A., Chadova N. N., Shestakov V. N. Procedure of matter identification of reference material for composition of azithromycin with use of spectral method measurement standards. Reference materials. 2021;17(3):21–34. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-3-21-34> (In Russ.).

PROCEDURE OF MATTER IDENTIFICATION OF REFERENCE MATERIAL FOR COMPOSITION OF AZITHROMYCIN WITH USE OF SPECTRAL METHOD

©Vladimir I. Gegechkori^{1,2}, Nikolai A. Shulga¹, Olga Iu. Shchepochkina¹, Neonila V. Gorokhovets¹, Anatolii A. Levko², Nataliia N. Chadova², Vladislav N. Shestakov²

¹I. M. Sechenov First Moscow State Medical University of the Ministry of Health of the Russian Federation (Sechenov University), Moscow, Russia

²State Institute of Drugs and Good Practices, Moscow, Russia

Received – 25 March, 2021. Revised – 20 June, 2021.

Accepted for publication – 5 July, 2020

In new medicinal products development, as well as actualisation of assessment approaches of medicinal products in circulation, the development of quality control procedures remains one of the most important issues in standardisation. Besides, such development should include using reliable, accurate and sensitive physicochemical methods which determine the need development and implementation of reference materials. This paper discusses the development of reliable methods for identifying the structure of azithromycin, which will guarantee the purity of the reference material, as well as adequately and unambiguously choose a method of quantitative determination in accordance with the current requirements of regulatory acts, and according to the Pharmacopoeia of the Russian Federation of the XIV Edition.

Keywords: azithromycin, reference materials, physicochemical methods, standardisation, NMR Spectroscopy, IR Spectroscopy, Mass Spectroscopy

Введение

В настоящее время при разработке подходов к оценке качества лекарственных средств предпочтение все чаще отдается физико-химическим методам анализа, применение которых требует наличия стандартных образцов активной фармацевтической субстанции (АФС), интермедиатов, вспомогательных веществ и примесей. Кроме того, стандартные образцы должны применяться в смежных научных отраслях, имеющих большое практическое значение для фармации. Исследования фармакокинетики лекарственных препаратов в фундаментальных и прикладных исследованиях, проведение терапевтического мониторинга для дальнейшей коррекции фармакотерапии, химико-токсикологическом анализе для определения дальнейшей детоксикационной терапии и установления факта смерти от того или иного лекарственного препарата. Таким образом, вопрос создания собственной системы обращения и контроля за стандартными образцами различного уровня на территории Российской Федерации является

актуальным вопросом современной науки и фармацевтической промышленности [1–2].

Цель данного исследования – разработка методики идентификации образцов субстанций азитромицина при разработке стандартного образца (СО) состава азитромицина, который в дальнейшем может применяться для идентификации и количественного определения данного лекарственного средства в различных лекарственных формах и для других целей. Подходы к выбору показателей качества, методикам их определения должны подвергаться строгому контролю в соответствии со структурными и физико-химическими особенностями и областью применения стандартного образца [3–4].

Азитромицин ((2R,3S,4R,5R,8R,10R,11R,12S,13S,14R)-3,4,10-Тригидрокси-13-[(2,6-дидезокси-3-С-метил-3-О-метил- α -L-рибо-гексопиранозил)окси]-3,5,6,8,10,12,14-гептаметил-11-[[3,4,6-тридезокси-3-(диметиламино)- β -D-ксило-гексопиранозил]

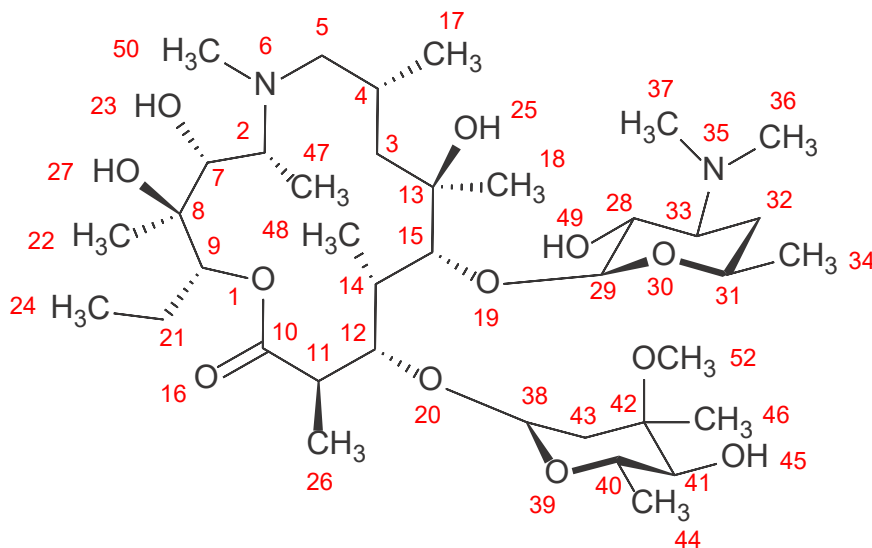


Рис. 2. Структурная формула азитромицина с номерным отнесением атомов
Fig. 2. Azithromycin structural formula with numbered assignment of atoms

жидкостной хроматографии tandemной масс-спектрометрии (ЖХ–МС/МС)² [8].

Реактивы: трифторуксусная кислота («for HPLC, ≥ 99,0 %», Sigma-Aldrich, кат. № 302031 или аналогичного качества); ацетонитрил («gradient grade for liquid chromatography», Merck, кат. № 1.00030 или аналогичного качества).

Раствор А. В мерную колбу вместимостью 1000 мл, содержащую небольшое количество воды для хроматографии, помещают 0,50 мл трифторуксусной кислоты и доводят объем раствора водой для хроматографии до метки, перемешивают. Полученный раствор фильтруют через мембранный фильтр с диаметром пор не более 0,45 мкм (в случае необходимости) и дегазируют ультразвуком.

Раствор Б. Ацетонитрил фильтруют через мембранный фильтр с диаметром пор не более 0,45 мкм (в случае необходимости) и дегазируют ультразвуком.

Растворитель пробы. Смешивают раствор А и раствор Б в объемном соотношении 50 : 50.

Испытуемый раствор. Около 0,005 г (точная навеска) продукта помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл, растворяют в растворителе пробы (допускается использовать ультразвуковую баню, не допуская нагревания раствора), доводят объем раствора до метки растворителем пробы и фильтруют через мембранный PTFE с диаметром пор не более 0,45 мкм.

² РФ, ОФС.1.2.1.1.0008.15 «Масс-спектрометрия», ОФС.1.2.1.2.0005.15 «Высокоэффективная жидкостная хроматография»

Анализ проводили при следующих условиях:

Условия хроматографирования

- жидкостной хроматограф высокого давления;
- металлическая колонка, заполненная октадецилсилильным сорбентом, 1,8 мкм, размером 2,1 × 150 мм, например, Zorbax SB-C18 (Agilent, США), кат. № 859700–902;
- температура колонки: 35 °С;
- скорость потока подвижной фазы: 0,35 мл/мин;
- режим элюирования градиентный (табл. 1);
- объем анализируемой пробы: 5 мкл.

Условия детектирования

- масс-спектрометрический детектор с обогреваемым электроспреем и квадрупольным масс-анализатором;
- температура капилляра – 350 °С;
- режим сканирования – полный ионный ток;
- диапазон сканирования – 35–500 m/z;
- частота сканирования – 0,5 с;
- полярность сканирования – положительная.

Последовательно хроматографируют растворитель пробы и испытуемый раствор.

Хроматомасс-спектры регистрировали на жидкостном хроматографе с масс-селективным детектором Thermo Scientific TSQ Quantum Access MAX™ (тип ионизации HESI), для положительно заряженных ионов.

Результаты и обсуждение

Частоты основных полос поглощения ИК-спектра стандартного образца утвержденного типа азитромицина серии 1 приведены ниже в табл. 2.

Таблица 1. Режим элюирования образца субстанции азитромицина
Table 1. The mode of elution of a sample of the azithromycin substance

Стадия	Время, мин.	Раствор А, %	Раствор Б, %	Режим элюирования
1	0	95	5	
2	1	95	5	изократический
3	18	5	95	линейный градиент
4	20	5	95	изократический
5	20,1	95	5	линейный градиент
6	25	95	5	изократический, уравнивание колонки

ИК-спектр (KBr), см^{-1} : 459, 573, 731, 797, 833, 897, 957, 993, 1051, 1084, 1096, 1107, 1125, 1157, 1169, 1188, 1271, 1283, 1317, 1344, 1379, 1454, 1470, 1640, 1721, 2783, 2830, 2878, 2893, 2914, 2936, 2961, 2972, 3493, 3561.

Наличие спиртовых групп в соединении проявляется в виде нескольких широких полос в области $3273\text{--}3561\text{ см}^{-1}$, характерных для валентных колебаний ОН, и ряда полос в области $1084\text{--}1188\text{ см}^{-1}$, соответствующих валентным колебаниям связей ССО. Последние находятся в той же области, что и полосы валентных колебаний связей С–N третичных аминогрупп ($993\text{--}1188\text{ см}^{-1}$), СОС связей простых эфиров ($1084\text{--}1125\text{ см}^{-1}$) и связей лактона: $\text{C}=\text{O}\text{O}$ (около 1169 см^{-1}) и ССО (около 1096 см^{-1}). Полоса поглощения $\text{C}=\text{O}$ связи сложноэфирной группы

наблюдается около 1721 см^{-1} . Асимметричные и симметричные валентные колебания С–Н связей метильных групп дают полосы при 2972 и 2961 см^{-1} соответственно, а деформационные колебания – при 1454 (асимметричные) и 1379 см^{-1} (симметричные). Валентные колебания С–Н связей метиленовых и метиновых групп наблюдаются в виде группы полос в области $2783\text{--}2914\text{ см}^{-1}$. Деформационные колебания этих связей дают ряд полос в области $1157\text{--}1344\text{ см}^{-1}$ (веерные, крутильные) и полосу при 1470 см^{-1} (ножничные колебания).

Таким образом, положение основных полос поглощения, полученных ИК-спектров для разных серий образцов не противоречит химической структуре азитромицина.

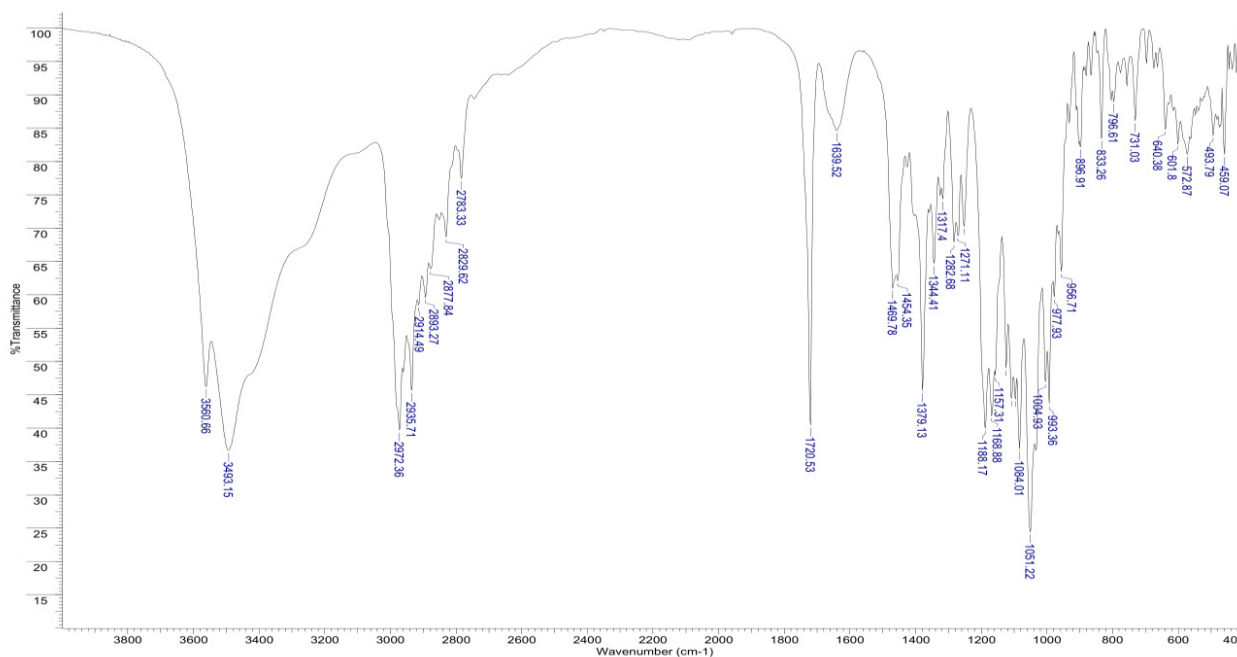


Рис. 3 Типичный ИК-спектр образца азитромицина

Fig. 3. Typical IR-spectrum of azithromycin sample

Таблица 2. Отнесение полос поглощения в ИК-спектре образца вещества 80220
 Table 2. Assignment of absorption bands in the IR spectrum of a sample of a substance 80220

Максимум поглощения, см ⁻¹	Форма колебаний	Отнесение
3273–3561	ν O–H	–OH
2972	ν as C–H	–CH ₃
2961	ν s C–H	–CH ₃
2783–2914	ν C–H	–CH ₂ –, –C–H<
1721	ν C=O	>C=O
1470	δ s-C–H (ножничные)	–CH ₂ –
1454	δ as-C–H	–CH ₃
1379	δ s-C–H	–CH ₃
1157–1344	δ as-C–H (веерные, крутильные)	–CH ₂ –
993–1188	ν C–C–O, ν C–N, ν C–O–C, ν C–(C=O)–O	–C–C–OH, –C–N<, –C–O–C– (простой эфир), –C–(C=O)–O–, –C–C–O– (лактон)

* ν – валентные колебания (ν s – симметричные, ν as – асимметричные);

δ – деформационные колебания (δ s – симметричные, δ as – асимметричные).

Описание и отнесение сигналов спектра ЯМР ¹H приведены ниже в таблице 3. Спектр ЯМР ¹H (400 МГц, ДМСО-d₆) δ м. д.: 0,79 (т, J = 7,4 Гц, 3H); 0,85 (д, J = 6,7 Гц, 3H); 0,90–0,97 (м, 6H); 1,01 (с, 3H); 1,03–1,11 (м, 7H); 1,11–1,20 (м, 9H); 1,26 (дд, J = 14,6; 8,0 Гц, 1H); 1,31–1,44 (м, 1H); 1,44–1,63 (м, 3H); 1,70–1,82 (м, 1H); 1,83–1,95 (м, 2H); 2,03–2,14 (м, 1H); 2,16–2,29 (м, 10H); 2,31–2,44 (м, 2H); 2,61–2,72 (м, 2H); 2,91 (дд, J = 9,4; 7,4 Гц, 1H); 2,98–3,07 (м, 1H); 3,23 (с, 3H); 3,44 (д, J = 8,0 Гц, 1H); 3,51 (д, J = 7,0 Гц, 1H); 3,60–3,71 (м, 1H); 3,91 (д, J = 2,0 Гц, 1H); 4,03–4,12 (м, 1H); 4,13–4,19 (м, 2H); 4,28 (с, 1H); 4,32 (д, J = 7,9 Гц, 1H); 4,40 (д, J = 7,3 Гц, 1H); 4,74 (дд, J = 10,0; 2,8 Гц, 1H); 4,84 (д, J = 4,7 Гц, 1H); 7,47 (уш. с, 1H).

Метильная группа при C24, относящаяся к этильному заместителю, наблюдается в виде характерного триплета с константой спин-спинового взаимодействия J = 7,4 Гц на 0,79 м. д. Самый слабopольный сигнал из метильных групп принадлежит протонам, входящим в состав метоксигруппы – OCH₃ (синглет на 3,23 м. д.). Метильным группам также соответствуют синглет на 1,01 м. д. и дублет с константой спин-спинового взаимодействия J = 6,7 Гц на 0,85 м. д. Сигналы остальных десяти метильных групп накладываются друг на друга и сигналы других протонов и присутствуют в спектре в составе различных мультиплетов. Протоны гидроксильных групп проявляются в спектре в виде синглетов на 4,28 и 7,47 м. д.

и дублетов на 3,91 и 4,32 м. д.. Сигнал протона еще одной гидроксильной группы, по-видимому, является частью одного из составных мультиплетов. В виде двух дублетов (4,40 и 4,84 м. д.) наблюдаются сигналы двух метиновых протонов (при C29 и C38). Сигналы этих протонов находятся в более слабopольной области спектра, так как все они имеют в качестве заместителя в β -положении атом кислорода. В этой же части спектра наблюдается дублет дублетов, соответствующий протону при атоме углерода, соседствующим со сложноэфирной группой (C9). Более подробное отнесение сигналов производилось с использованием литературных данных. Общая интегральная интенсивность, положение и мультиплетность сигналов не противоречат строению вещества, а также соответствует литературным данным [17].

Спектр ЯМР ¹³C (100 МГц, ДМСО-d₆) δ м. д.: 6,8; 9,1; 11,0; 14,8; 17,7; 18,5; 20,99; 21,03; 21,5; 22,1; 26,1; 27,4; 30,0; 34,7; 35,8; 40,4; 41,7; 41,9; 44,8; 48,8; 61,5; 64,8; 67,0; 68,8; 70,6; 72,6; 72,8; 73,6; 74,9; 76,4; 77,4; 82,7; 94,5; 102,2; 177,1. Отнесение сигналов в спектре ЯМР ¹³C приведены в таблице 4.

В спектре ЯМР ¹³C количество сигналов меньше, чем количество магнитно-неэквивалентных атомов углерода в молекуле (рис. 1). Это связано с наложением некоторых сигналов, что видно по их интенсивности (предположительно сигналы на 64,8 и 77,4 м. д.).

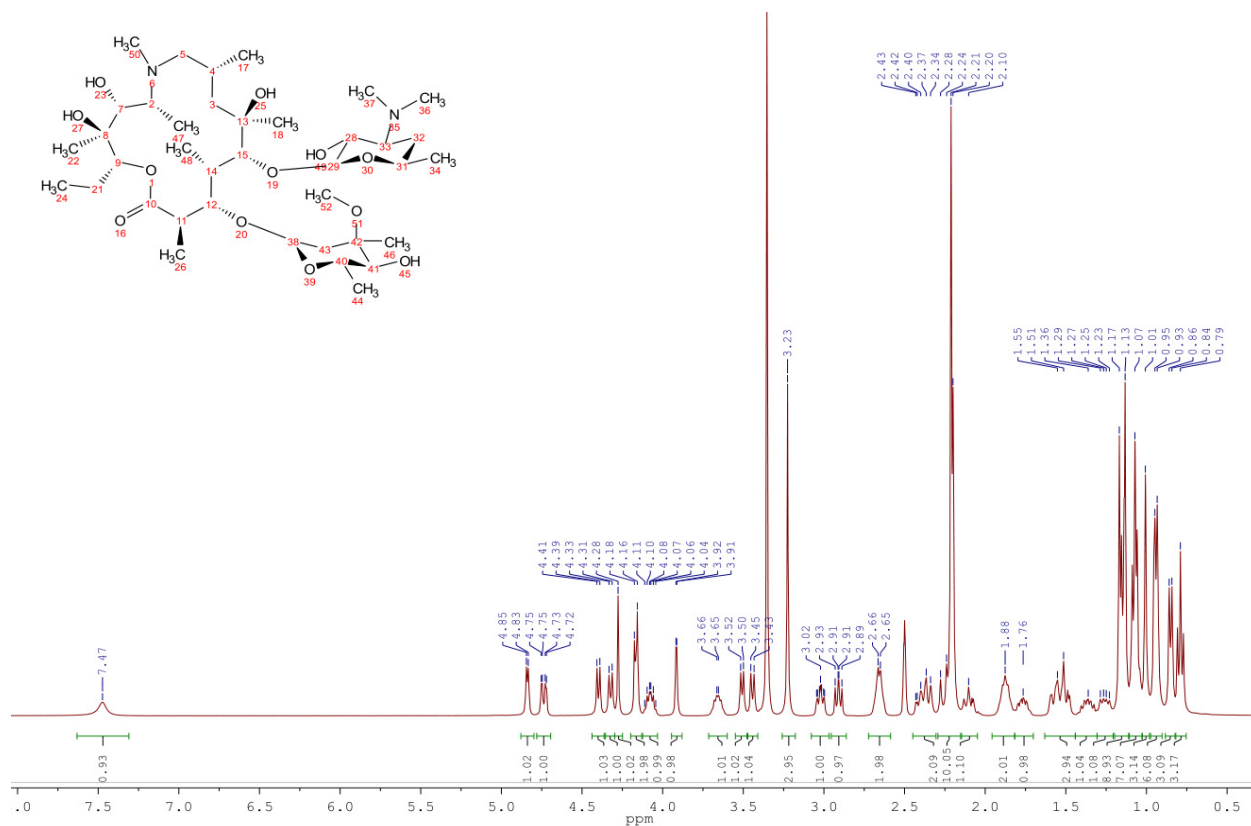


Рис. 4. Спектр ЯМР ^1H образца азитромицина в DMSO-d_6
 Fig. 4. ^1H NMR spectrum of an azithromycin sample in DMSO-d_6

Таблица 3. Описание и отнесение сигналов в спектре ЯМР ^1H образца азитромицина
 Table 3. Description and assignment of signals in the ^1H NMR spectrum of an azithromycin sample

Химический сдвиг, м. д.	Мультиплетность	КССВ J, Гц	Количество протонов	Отнесение
0,79	Т	7,4	3	24
0,85	Д	6,7	3	17
0,90–0,97	М	-	6	47, 48
1,01	С	-	3	22
1,03–1,11	М	-	7	26, 34, 32
1,11–1,20	М	-	9	18, 44, 46
1,26	Дд	14,6, 8,0	1	3
1,31–1,44	М	-	1	21
1,44–1,63	М	-	3	3', 32', 43
1,70–1,82	М	-	1	21'
1,83–1,95	М	-	2	4, 14

Окончание табл. 3
End of Table 3

Химический сдвиг, м. д.	Мультиплетность	КССВ J, Гц	Количество протонов	Отнесение
2,03–2,14	М	-	1	5
2,16–2,29	М	-	10	36, 37, 50, 43'
2,31–2,44	М	-	2	5', 33
2,61–2,72	М	-	2	2, 11
2,91	Дд	9,4, 7,4	1	41
2,98–3,07	М	-	1	28
3,23	С	-	3	52
3,44	Д	8,0	1	7
3,51	Д	7,0	1	15
3,60–3,71	М	-	1	31
3,91	Д	2,0	1	49
4,03–4,12	М	-	1	40
4,13–4,19	М	-	2	12, 45
4,28	С	-	1	27
4,32	Д	7,9	1	23
4,40	Д	7,3	1	29
4,74	Дд	10,0, 2,8	1	9
4,84	Д	4,7	1	38
7,47	уш. С	-	1	25

* с – синглет, д – дублет, т – триплет, м – мультиплет, дд.– дублет дублетов, уш.с – уширенный синглет

Также сигнал на 21,0 представляет собой наложение двух сигналов, один из которых относится к метиленовой группе (C21), что становится видно благодаря эксперименту DEPT135 (рис. 5).

Также с помощью этого спектра становится возможным идентификация и отнесение других метиленовых групп (C3, C5, C32, C43) и четвертичных атомов углерода (C8, C10, C13, C42). Самый слабopольный из них (177,1 м. д.) относится к углероду карбонильной группы (C10). Сигналы на 94,5 и 102,2 м. д. относятся к атомам углерода, связанным с двумя атомами кислорода (C28 и C29).

Положение и мультиплетность сигналов на спектрах ЯМР ^1H и ^{13}C образца азитромицин не противоречит химическому строению соединения. Полученные

значения химических сдвигов ЯМР ^1H и ^{13}C различных серий образцов азитромицина совпадают (расхождение не превышает 0,01 м. д.).

На масс-спектре образцов всех серий обнаружен пик протонированного молекулярного иона m/z $[\text{C}_{38}\text{H}_{72}\text{N}_{20}\text{I}_2+\text{H}]^+ = 749,8$ (рис. 7), это значение соответствует расчетному, $[\text{M}+\text{H}]^+ = 749,5$ [6].

Заключение

В результате проведенного исследования была разработана методика идентификации СО азитромицина с использованием трех различных физико-химических методов.

Полностью подтверждено строение азитромицина по положению основных полос поглощения ИК-спектра.

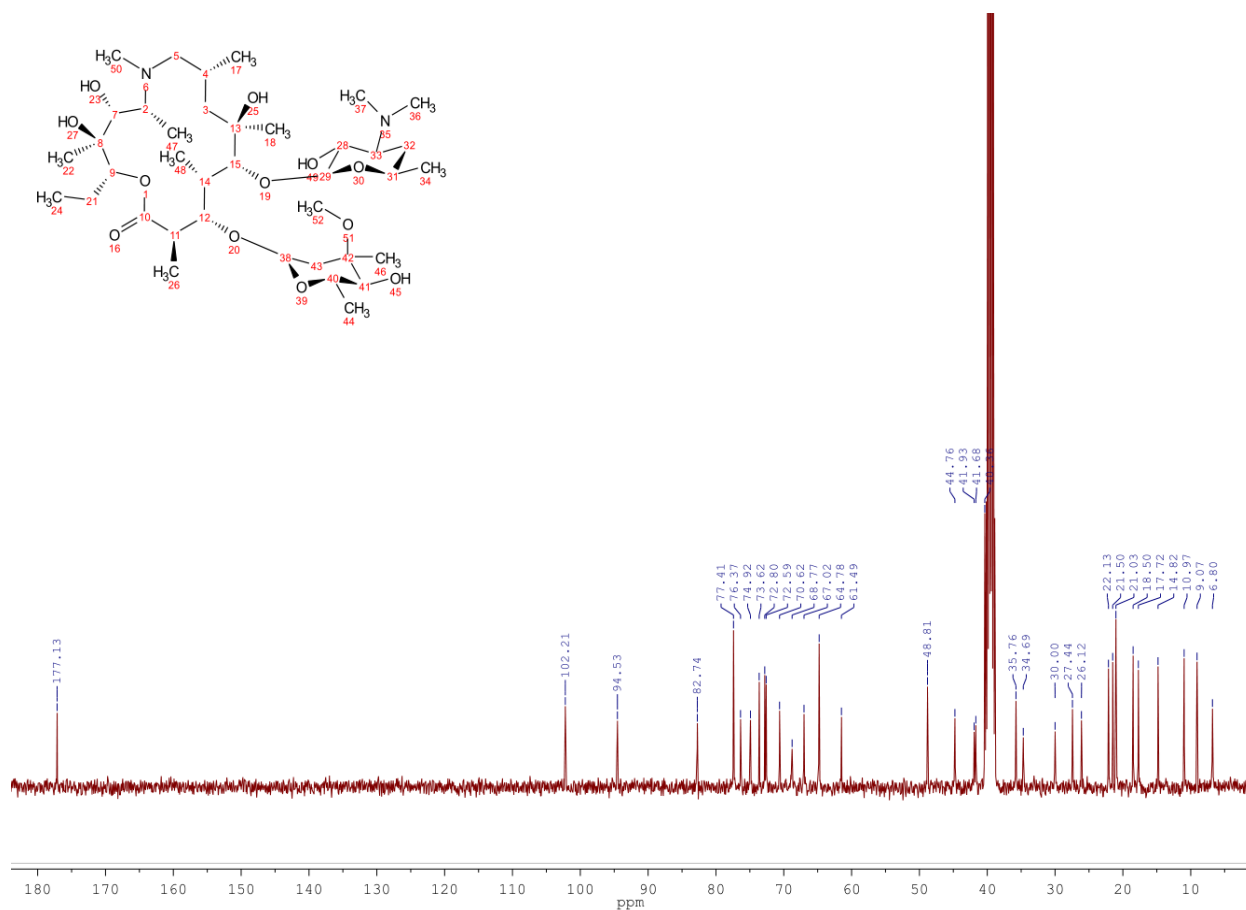


Рис. 5. Спектр ЯМР ^{13}C образца азитромицина в ДМСО- d_6
 Fig. 5. ^{13}C NMR spectrum of an azithromycin sample in DMSO- d_6

Таблица 4. Значения величин относительного химического сдвига и отнесение сигналов в спектре ЯМР ^{13}C образца азитромицина

Table 4. The values of the relative chemical shift and the assignment of signals in the ^{13}C NMR spectrum of the azithromycin sample

$\delta^{13}\text{C}$, м. д.	Отнесение	$\delta^{13}\text{C}$, м. д.	Отнесение
6,8	47, 48	44,8	11
9,1		48,8	52
11,0	22, 24, 26, 44	61,5	2, 31, 33, 40
14,8		64,8	
17,7		67,0	
18,5		68,8	5
20,99	21	70,6	28

Окончание табл. 4
End of Table 4

$\delta^{13}\text{C}$, м. д.	Отнесение	$\delta^{13}\text{C}$, м. д.	Отнесение
21,03	17, 34, 46	72,6	8, 13, 42
21,5		72,8	
22,1		73,6	
26,1	4, 18	74,9	7, 9, 12, 41
27,4		76,4	
30,0	32, 43	77,4	
34,7		82,7	15
35,8	50	94,5	38
40,4	36, 37	102,2	29
41,7	14	177,1	10
41,9	3	-	-

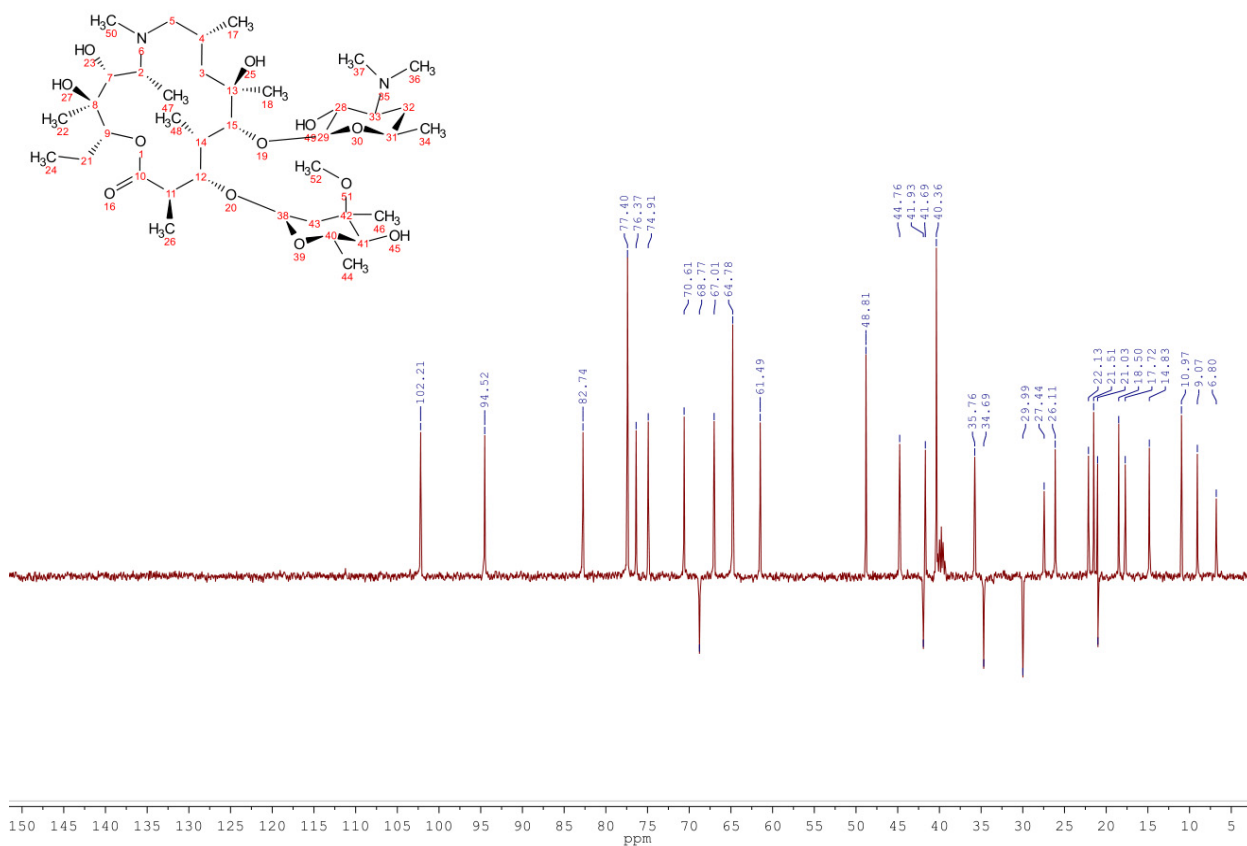


Рис. 6. Спектр ЯМР ^{13}C DEPT135 образца азитромицина в DMSO-d_6
Fig. 6. NMR spectrum ^{13}C DEPT 135 of an azithromycin sample in DMSO-d_6

L#0178 #737-753 RT: 10.60-10.83 AV: 17 SB: 42 10.38-10.60, 10.81-11.17 NL: 1.02E6
T: + c ESI Q1MS [25.000-2000.000]

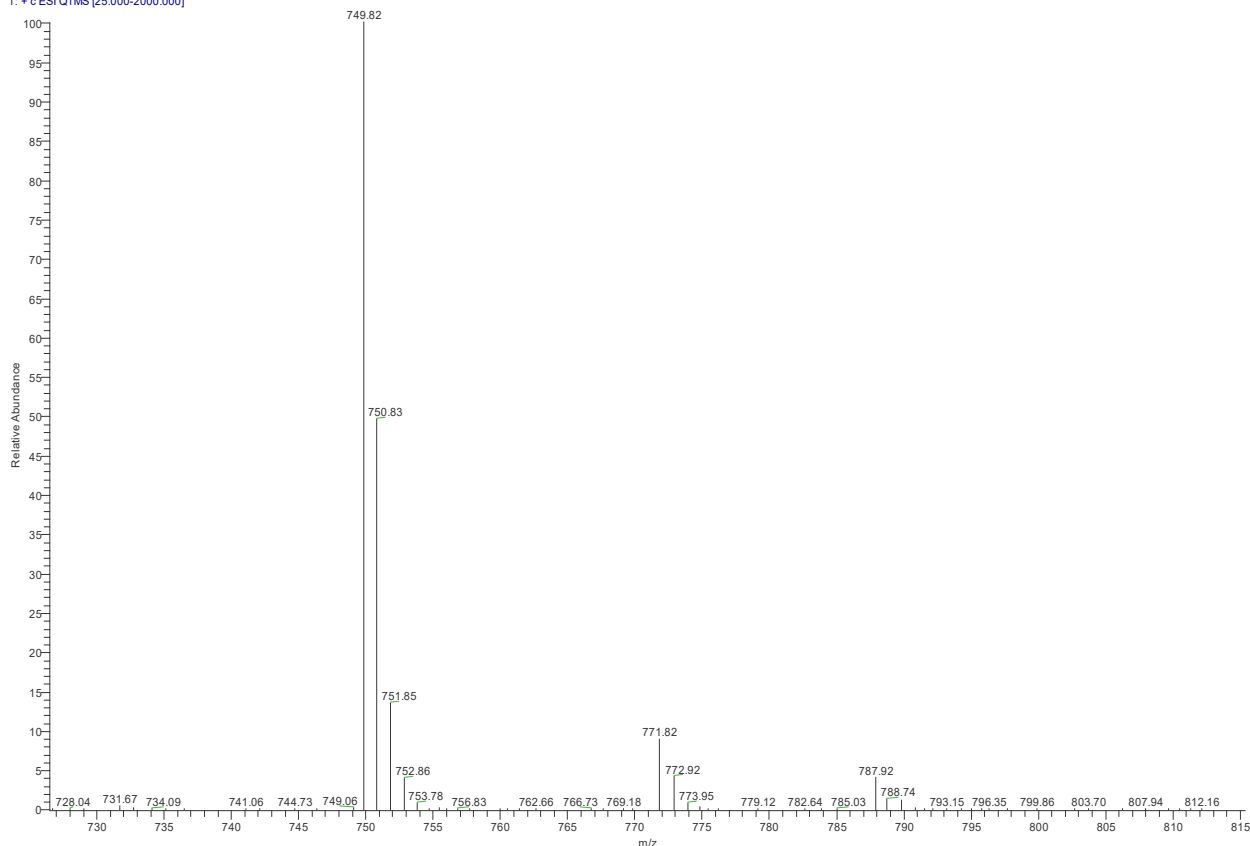


Рис. 7. Масс-спектр образца азитромицина (ВЭЖХ–МС, HESI+)

Fig. 7. Mass spectrum of the azithromycin sample (HPLC–MS, HESI+)

Положение и мультиплетность сигналов на спектрах ЯМР ^1H и ^{13}C образца азитромицина не противоречат химическому строению соединения. Доказано, что спектроскопия ЯМР на ядрах ^{13}C с развязкой от протонов является более удобной и информативной для идентификации азитромицина. На масс-спектре образца обнаружен пик протонированного молекулярного иона m/z $[\text{C}_{38}\text{H}_{72}\text{N}_{20}\text{I}_2+\text{H}]^+ = 749,8$, который также соответствует химической структуре Азитромицина.

Полученные в ходе исследований результаты позволяют надежно идентифицировать структуру азитромицина благодаря сочетанию нескольких различных физико-химических методов.

Стандартизация состава азитромицина остается перспективной темой для исследования, так как разработка стандартного образца помимо идентификации включает в себя также установление аттестованных значений величин, характеризующих содержание определяемых компонентов в веществе и исследование однородности и стабильности.

Благодарности

Авторы выражают благодарность Первому заместителю директора Полякову Сергею Викторовичу, сотрудникам лаборатории аналитических методов исследования ФБУ «Государственный институт лекарственных средств и надлежащих практик» Минпромторга России, а также сотрудникам ООО «Национальный центр стандартных образцов».

Вклад соавторов

Гегечкори В. И., Щепочкина О. Ю.: обсуждение, анализ и обработка экспериментальных данных, подготовка текста статьи.

Шульга Н. А.: анализ литературных данных.

Гороховец Н. В.: получение и анализ экспериментальных данных, доработка текста статьи.

Шестаков В. Н., Левко А. А.: общее руководство проведением исследований.

Чадова Н. Н.: редакция текста 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 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. Современные подходы к разработке стандартных образцов лекарственных средств / О. Ю. Щепочкина [и др.] // Химико-фармацевтический журнал. 2020. Т. 54 № 7. С. 49–54. <https://doi.org/10.30906/0023-1134-2020-54-7-49-54>
2. Дорофеев В. Л., Арзамасцев А. П. Стандартные образцы для фармакопейного анализа // Вопросы биологической, медицинской и фармацевтической химии. 2010. Т. 8. № 5. С. 6–10.
3. ГОСТ Р ИСО 9001–2015 Системы менеджмента качества. Требования. М.: Стандартиформ, 2020.
4. ГОСТ ISO Guide 35–2015 Стандартные образцы – Общие и статистические принципы сертификации (аттестации). М.: Стандартиформ, 2016. 61 с.
5. Веселов А. В., Козлов Р. С. Азитромицин: современные аспекты клинического применения // Клиническая микробиология и антимикробная химиотерапия. 2006. Т. 8. № 1. С. 18–32.
6. Exact Mass Calculator, Single Isotope Version // Scientific instrument services [website]. URL: <https://www.sisweb.com/referencetools/exactmass.htm?> (дата обращения: 12.01.2021)
7. Государственная фармакопея Союза Советских Социалистических Республик. 10-е изд. М.: Медицина, 1968. 1079 с.
8. Государственная фармакопея Российской Федерации. XIV изд. М.: // Федеральная электронная медицинская библиотека Министерства здравоохранения Российской Федерации [Сайт]. URL: <http://www.femb.ru> (дата обращения: 12.01.2021).
9. European Pharmacopoeia. 8th Ed. European Department for the Quality of Medicines. Strasbourg, France: European Department for the Quality of Medicines; 2017.
10. British Pharmacopoeia 2016. London: H. M. Stationary Office; 2015. 1276 p.
11. The United States Pharmacopoeia 40 – National Formulary 35, Reissue. 2018.
12. Разработка методики определения тяжелых металлов в стандартных образцах препаратов пептидной структуры с применением метода атомно-абсорбционной спектроскопии / Гегечкори В. И. [и др.] // Естественные и технические науки. 2015. Т. 10. № 88 С. 201–205.
13. Применение спектроскопии ЯМР ^1H и ^{13}C в анализе стандартных образцов для лекарственных средств пептидной структуры Дилепт и ГБ-115/ Гегечкори В. И. [и др.] // Биофармацевтический журнал. 2016. Т. 8. № 3. С. 37–43.
14. Применение метода газо-жидкостной хроматографии в контроле качества стандартных образцов препаратов пептидной структуры / Гегечкори В. И. [и др.] // Биофармацевтический журнал. 2015. Т. 7. № 6. С. 43–48.
15. ГОСТ ISO Guide 33–2019 Стандартные образцы. Надлежащая практика применения стандартных образцов. М.: Стандартиформ, 2019.
16. ISO/TR10989:2009: Reference materials – Guidance on, and keywords used for, RM categorization // ISO [website]. URL: <https://www.iso.org/standard/46526.html> (дата обращения: 12.01.2021)
17. Brennan R. J., Barber J. Full assignments of the ^{13}C and ^1H NMR spectra of azithromycin in buffered D $_2$ O and DMSO- d_6 // Magnetic resonance in chemistry. 1992. Vol. 30. Iss. 4. pp. 327–333. <https://doi.org/10.1002/mrc.1260300410>

REFERENCES

1. Shchepochkina O. Y., Gegchkori V. I., Prokof'eva V. I., Chepilo D. A., Levko A. A., Chadova N. N., Shestakov V. N. Modern approaches to the development of standard samples of drugs. Pharmaceutical chemistry journal. 2020;54(7):761–765. <https://doi.org/10.1007/s11094-020-02267-y>
2. Dorofeev V. L., Arzamastsev A. P. Reference samples for pharmacopoeial analysis. Problems of biological, medical and pharmaceutical chemistry. 2010; 8(5): 6–10. (In Russ.).
3. GOST R ISO 9001–2015 Quality management systems. Requirements. Moscow: Standartinform; 2020. (In Russ.).
4. GOST ISO Guide 35–2015 Reference materials. General and statistical principles for certification. Moscow: Standartinform; 2016. (In Russ.).
5. Veselov A. V., Kozlov R. S. Azithromycin: modern aspects of clinical application. Clinical microbiology and antimicrobial chemotherapy. 2006; 8(1):18–32. (In Russ.).
6. Exact Mass Calculator, Single Isotope Version. Available at: <https://www.sisweb.com/referencetools/exactmass.htm?> (date of access: 12.01.2021).
7. State Pharmacopoeia of the Union of Soviet Socialist Republics. 10th ed. Moscow: Medicine, 1968. 1079 p. (In Russ.).
8. State Pharmacopoeia of the Russian Federation. XIV ed. Moscow. Available at: <http://www.femb.ru> (date of access: 12.01.2021).

9. European Pharmacopoeia. 8th Ed. European Department for the Quality of Medicines. Strasbourg, France: European Department for the Quality of Medicines; 2017.
10. British Pharmacopoeia 2016. London: H. M. Stationary Office; 2015. 1276 p.
11. The United States Pharmacopeia 40 – National Formulary 35, Reissue. 2018.
12. Gegechkori V. I., Shchepochkina O. Iu., Pyatin B. M., Grushevskaya L. N. Development of a method for the determination of heavy metals in standard samples of preparations of peptide structure using the method of atomic absorption spectrometry. *Natural and technical sciences*. 2015;10(88): 201–205. (In Russ.).
13. Gegechkori V. I., Kokorekin V. A., Shchepochkina O. Yu., Piatin B. M., Grushevskaya L. N., Avdunina N. I., Gaevaya L. I. Application of ¹H and ¹³C nmr spectroscopy in the analysis of reference standards of dilept and GB-115, medicinal products of peptide structure. *Russian Journal of Biopharmaceuticals*. 2016; 8(3): 37–43. (In Russ.).
14. Gegechkori V. I., Shchepochkina O. Yu., Rodionova G. M., Grushevskaya L. N., Piatin B. M. Use of gas chromatography in quality control of reference standards of medicinal products of peptide structure. *Russian Journal of Biopharmaceuticals*. 2015;7(6):43–48. (In Russ.).
15. GOST ISO Guide 33–2019 Reference materials. Good practice in using reference materials. Moscow: Standartinform; 2019. (In Russ.).
16. ISO/TR10989:2009: Reference materials – Guidance on, and keywords used for, RM categorization. Available at: <https://www.iso.org/standard/46526.html>
17. Brennan R. J., Barber J. Full assignments of the ¹³C and ¹H NMR spectra of azithromycin in buffered D₂O and DMSO-d₆. *Magnetic resonance in chemistry*. 1992; 30(4):327–333. <https://doi.org/10.1002/mrc.1260300410>

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Владимир Ираклиевич Гегечкори – канд. фарм. наук, доцент кафедры фармацевтической и токсикологической химии им. А. П. Арзамасцева Института фармации им. А. П. Нелюбина ФГАОУ ВО «Первый МГМУ им. И. М. Сеченова Минздрава России (Сеченовский Университет)», ФБУ «Государственный институт лекарственных средств и надлежащих практик».

Россия, 121019, г. Москва,
Никитский бул., д. 13, стр. 1
e-mail: vgegechkori@gmail.com
ResearcherID AAD-2259–2019

Николай Андреевич Шульга – лаборант кафедры фармацевтической и токсикологической химии им. А. П. Арзамасцева Института фармации им. А. П. Нелюбина ФГАОУ ВО «Первый МГМУ им. И. М. Сеченова Минздрава России (Сеченовский Университет)».

Россия, 121019, г. Москва,
Никитский бул., д. 13, стр. 1

Ольга Юрьевна Щепочкина – канд. фарм. наук, доцент кафедры фармацевтической и токсикологической химии им. А. П. Арзамасцева Института фармации им. А. П. Нелюбина ФГАОУ ВО «Первый МГМУ им. И. М. Сеченова Минздрава России (Сеченовский Университет)».

Россия, 121019, г. Москва,
Никитский бул., д. 13, стр. 1
e-mail: shchepochkina_o_yu@staff.sechenov.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Vladimir I. Gegechkori – PhD (Farm.), associate professor of the department of pharmaceutical and toxicological chemistry A. P. Arzamastsev institute of pharmacy A. P. Nelyubina. I. M. Sechenov First Moscow State Medical University of the Ministry of Health of the Russian Federation (Sechenov University), State Institute of Drugs and Good Practices.

13 Nikitsky blvd., building 1,
Moscow, 121019, Russia
e-mail: vgegechkori@gmail.com
ResearcherID AAD-2259–2019

Nikolai A. Shulga – laboratory assistant at the Department of Pharmaceutical and Toxicological Chemistry named after A. P. Arzamastsev Institute of Pharmacy. A. P. Nelyubina. I. M. Sechenov First Moscow State Medical University of the Ministry of Health of the Russian Federation (Sechenov University), State Institute of Drugs and Good Practices.

13 Nikitsky blvd., building 1,
Moscow, 121019, Russia

Olga Iu. Shchepochkina – PhD (Farm.), associate professor of the department of pharmaceutical and toxicological chemistry A. P. Arzamastsev institute of pharmacy A. P. Nelyubina. I. M. Sechenov First Moscow State Medical University of the Ministry of Health of the Russian Federation (Sechenov University).

13 Nikitsky blvd., building 1,
Moscow, 121019, Russia
e-mail: shchepochkina_o_yu@staff.sechenov.ru

ORCID 0000-0003-4542-2007

ORCID 0000-0002-0129-9871

Лавров пер., д. 6

ORCID 0000-0002-6507-7530

ORCID 0000-0003-4542-2007

ORCID 0000-0002-0129-9871

Russia

ORCID 0000-0002-6507-7530

ИЗМЕРЕНИЯ В ОБЛАСТИ ЛЮМИНЕСЦЕНЦИИ: СТАНДАРТНЫЙ ОБРАЗЕЦ СОСТАВА ВОДНОГО РАСТВОРА АДЕНОЗИНТРИФОСФАТА НАТРИЯ

© М. М. Чугунова, Н. Ю. Грязских, И. Н. Зябликова, А. В. Иванов, А. Н. Шобина

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений»
(ФГУП «ВНИИОФИ»), г. Москва, Россия

Поступила в редакцию – 25 февраля 2021 г., после доработки – 18 июня 2021 г.

Принята к публикации – 20 июля 2021 г.

В статье авторы оценили возможности использования метода люминометрии, который является одним из наиболее эффективных методов «быстрой микробиологии», в контексте его метрологического обеспечения для применения в ходе проверки уровня санитарии и гигиены на производстве. Приведены ключевые этапы процесса разработки стандартного образца с аттестованным значением аденозинтрифосфата натрия (АТФ): анализ аналогичных стандартных образцов, выбор исходного материала стандартного образца, проведение экспериментальных исследований и установление метрологических характеристик стандартного образца, имеющего прослеживаемость к государственному первичному эталону. С учетом того, что селективная оптическая плотность на характеристической длине волны прямо пропорциональна концентрации поглощающего компонента (аденозинтрифосфата натрия), исследование стабильности СО проводили методом спектрофотометрии. Стабильность материала СО для оценки неопределенности результатов измерений проводили изохронным методом.

В результате исследования подтверждена возможность обеспечения прослеживаемости результатов измерений на основе люминесценции к первичному эталону по концентрации АТФ, подобрано оптимальное значение этой концентрации и установлены метрологические характеристики ГСО 11606–2020 СО состава водного раствора аденозинтрифосфата натрия (массовая концентрация: от 0,09 до 0,11 г/дм³, расширенная неопределенность 0,015 г/дм³). Применение ГСО при проведении испытаний, калибровке и поверке средств измерений позволяет обеспечить непредвзятую оценку измерительных возможностей люминесцентных средств измерений, в том числе в части определения погрешности проводимых измерений.

Ключевые слова: стандартный образец, аденозинтрифосфат натрия, люминесценция, хемилюминиметр, биолюминесценция, метрология

Ссылка при цитировании:

Измерения в области люминесценции: стандартный образец состава водного раствора аденозинтрифосфата натрия / М. М. Чугунова [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2021. Т. 17. № 3. С. 35–44. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-3-35-44>

For citation:

Chugunova M. M., Gryazskikh N. Y., Zyablikova I. N., Ivanov A. V., Shobina A. N. Luminescence measurements: Reference materials for composition of sodium adenosine triphosphate aqueous solution *Measurement standards. Reference materials*. 2021;17(3):35–44. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-3-35-44> (In Russ.).

LUMINESCENCE MEASUREMENTS: REFERENCE MATERIALS FOR COMPOSITION OF SODIUM ADENOSINE TRIPHOSPHATE AQUEOUS SOLUTION

© Marina M. Chugunova, Natalia Yu. Gryazskikh, Irina N. Zyablikova, Alexander V. Ivanov,
Anna N. Shobina

The All-Russian Research Institute for Optical and Physical Measurements, Moscow, Russia
e-mail: griazskikh@vniiofi.ru

Received – 25 February, 2021. Revised – 18 June, 2021.

Accepted for publication – 20 July, 2021

The authors evaluated the possibility of using the luminometry method which allows checking the level of sanitation and hygiene in industries and is one of the most effective methods of «rapid microbiology». Such key stages of development of reference material for sodium adenosine triphosphate with the certified values as analysis of similar reference materials, selection of source material of the reference material, conducting experimental studies, and establishing the metrological characteristics of reference material with traceability to state primary measurement standard were provided in the paper. Considering that the selective optical density at the characteristic wavelength is directly proportional to the concentration of the absorbing component (sodium adenosine triphosphate), the stability of RM was studied by spectrophotometry. The stability of the RM material to assess the uncertainty of the measurement results was carried out by the isochronous method.

The result of the study is the possibility of ensuring the traceability of measurement results based on luminescence to primary measurement standard by sodium adenosine triphosphate concentration. In addition to the above, the authors selected the optimal value of that concentration and established metrological properties for GSO 11606–2020 RM for the composition of sodium adenosine triphosphate aqueous solution (mass concentration: from 0,09 to 0,11 g/dm³; extended uncertainty: 0,015 g/dm³). Usage of this CRM in performing tests, calibrations, and verification of measuring instruments allows providing the unbiased assessment of the measuring capabilities of luminescent measuring instruments, including in terms of determining the error of the measurements carried out.

Keywords: reference material, sodium adenosine triphosphate, luminescence, chemiluminometer, bioluminescence, metrology

Введение

Повышение качества выпускаемой продукции, улучшение ее потребительских свойств и продление сроков хранения – то, к чему стремятся производители пищевой продукции всего мира. Необходимое условие для достижения этих целей – высокий уровень санитарии и гигиены на всех производственных участках и объектах предприятия. Согласно требованиям технического регламента Таможенного союза ТР ТС 021/2011 [1], с февраля 2015 г., во всех компаниях и предприятиях, которые занимаются производством или фасовкой пищевой продукции, должна быть внедрена система менеджмента качества HACCP¹ [2]. Система менеджмента

качества HACCP широко используется для обеспечения безопасности производственных процессов, а также снижения рисков, которые могут возникнуть в процессе производства и реализации пищевой продукции.

В. Golic [3] провел анализ данных и рассмотрел результаты применения стандартных методов исследования² на определение степени биологического и ино-

² For the microbiological examination of swab samples, the following stand were used:

- BAS EN ISO 4833:2006 (Microbiology of food and animal feeding stuffs, 2006) for determining the number of microorganisms
- BAS ISO 21528-2:2008 (Microbiology food and animal feeding stuffs, 2013) for determining the number of enterobacteria
- BAS EN ISO 11290-1/A1:2005 (Microbiology of food and animal feeding stuffs, 2005) for the detection of *Listeria monocytogenes*
- BAS EN ISO 6579/Cor2:2010 (Microbiology of food and animal feeding stuffs, 2010) for the detection of *Salmonella* spp.

¹ Hazard Analysis and Critical Control Points / Анализ рисков и критические контрольные точки.

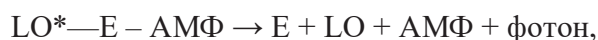
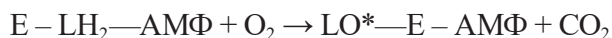
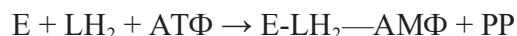
го загрязнения производственных поверхностей, воды и рук персонала. Из приведённых в работе В. Golis сведений следует, что применяемые стандартные методы исследования имеют существенный недостаток – длительный срок получения результатов. При этом, поскольку согласно требованиям НАССР [2] после циклов мойки и дезинфекции оборудования на производстве необходимо дополнительно выполнять контроль остатков продукции, проведение соответствующих измерений сильно затягивает процедуру проверки. Авторы полагают, что для эффективной работы системы менеджмента качества обеспечивающий высокий уровень санитарии и гигиены, при коротких временных затратах, оптимальным методом исследования является люминиметрия – метод «быстрой микробиологии» [4]. Для примера в табл. 1 приведен сравнительный анализ времени получения результатов степени биологического загрязнения различными методами.

Принцип работы люминиметров основан на явлении биолюминесценции. Это способность рабочего вещества тест-системы в смеси с продуктами жизнедеятельности микроорганизмов выделять световую энергию при определенных химических реакциях.

Одним вариантом анализа наличия в тестовом образце негативных загрязняющих факторов является оценка по интенсивности биолюминесцентного свечения интегрального показателя экологического загрязнения [5–8]. В этом случае количественно указанные величины обратно пропорциональны: т. е. чем выше загрязнение, тем ниже интенсивность люминесцентного сигнала, поскольку загрязнители угнетают ферментативные реакции в живых организмах.

Альтернативным вариантом исследования образцов с помощью биолюминесценции [9] является анализ, в котором интенсивность регистрируемого сигнала прямо пропорциональна концентрации биоорганизмов или их остатков. Такая возможность обусловлена тем, что во всех объектах животного и растительного

происхождения (включая частицы соответствующих пищевых продуктов), живых и мертвых бактериях, грибах и других микроорганизмах присутствует молекула аденозинтрифосфата (АТФ) [10]. В ходе анализа происходит реакция взаимодействия молекулы АТФ и рабочего вещества (люциферина и люциферазы), в результате которой появляется свечение, пропорциональное имеющемуся количеству АТФ. Люциферины и люциферазы разных организмов отличаются по химическому строению, однако все хемилюминесцентные (биолюминесцентные) реакции требуют молекулярного кислорода и протекают с образованием промежуточных комплексов – органических пероксидных соединений. В процессе реакции эти комплексы распадаются, высвобождается энергия фотона, возбуждающая молекулы вещества, ответственного за светоизлучение:



где АТФ – аденозинмонофосфат, АМФ – аденозинмонофосфат, PP – пирогосфат, E – люцифераза, LH₂ – люциферин, LO* и LO – продукт реакции (оксилюциферин) в возбуждённом и основном состояниях, соответственно, LO*-E-AMФ – промежуточный комплекс.

Квантовый выход биолюминесцентных реакций очень высок (от 10 до 100 %). Столь значительная эффективность процесса достигается за счёт участия высокоспецифичного белкового биокатализатора – люциферазы. Экспериментально было показано [11–12], что после измерения силы этого свечения можно определить степень биологического загрязнения исследуемого участка. Чем больше свечение – тем больше микроорганизмов. При отсутствии АТФ, то есть при отсутствии микроорганизмов, биолюминесценция не наблюдается.

Люминиметры измеряют интенсивность выделяемого образцом света и отображают результат тестирования

Таблица 1. Сравнительный анализ времени получения результатов степени биологического загрязнения методами «прямая микробиология», «ПЦР в реальном времени», «люминиметрия»

Table 1. Comparative analysis of the time of obtaining the results of the degree of biological contamination by direct microbiology, real-time PCR, luminometry

Метод диагностики	Время получения результата
Прямая микробиология	6–30 часов
ПЦР в реальном времени	1,5 часа
Люминиметрия	15 секунд

в относительных световых единицах (RLU). Хотя относительные световые единицы не являются реальной физической величиной измерения интенсивности света, тем не менее, они позволяют объективно оценивать интенсивность биолюминесценции, зависящую от концентрации АТФ. Например, для приборов SystemSURE Plus производства фирмы Hygiene International Ltd. (Великобритания) 1 RLU биолюминесценции, примерно, соответствует 1 фемтомоль (10^{-15} моля) АТФ. Как показано в [13], такое количество внутриклеточного АТФ содержится в нескольких микробных клетках, что эквивалентно единичным КОЕ на питательной среде. Однако далеко не все представленные на рынке приборы имеют аналогичную калибровку, как результат – у люминометров различных производителей при одинаковом уровне загрязненности поверхности микроорганизмами значение в RLU значительно различаются, перевод полученных значений в соответствующее количество АТФ требует дополнительных действий.

Метрологическая прослеживаемость люминесцентных приборов устанавливается с помощью градуировочных графиков, в которых значения интенсивности биолюминесценции в RLU привязывается к концентрации раствора АТФ. Проведенный анализ показал, что в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ФИИ) находится несколько десятков утвержденных типов приборов люминометров и анализаторов³, средством поверки для которых выступают аттестованные растворы АТФ.

³ Анализаторы биохемилюминесцентные, БЛМ-3607 (номер в госреестре 67901–17) // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/381901>

Люминометры, SystemSURE Plus (номер в госреестре 49261–17) // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/360887>

Люминометры, EN SURE (номер в госреестре 56653–14) // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/369395>

Люминометры, Celsis Advance, Celsis Innovate (номер в госреестре 55907–13) // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/368534>

Люминометры, Clean-Trace™ NG (номер в госреестре 53186–13) // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/365477>

Люминометры, SystemSURE Plus (номер в госреестре 49261–12) // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/360886>

Люминометр, AutoLumatPlus LB953 (номер в госреестре 47134–11) // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/358334>

Люминометры, ЛЮМ-1 (номер в госреестре 35590–07) // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/344740>

Анализ данных ФИИ в части средств измерений на основе хеми- или биолюминесценции показал, что в России при проведении испытаний с целью утверждения типа средств измерений обеспечение метрологической прослеживаемости приборов люминометров затруднено из-за отсутствия утвержденных мер и стандартных образцов. Перед авторами была поставлена задача разработать стандартный образец водного раствора аденозинтрифосфата натрия (АТФ), для обеспечения метрологической прослеживаемости люминесцентных приборов к единице массовой концентрации.

Цель настоящей работы – рассмотреть основные аспекты процесса разработки стандартного образца с аттестованным значением аденозинтрифосфата натрия: провести анализ аналогичных стандартных образцов, выбрать исходный материала стандартного образца, провести экспериментальные исследования, на их основе установить метрологические характеристики стандартных образцов, которые имеют прослеживаемость к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов (ГЭТ 196–2015)⁴.

Материалы и методы

Материал стандартных образцов

Перед началом разработки авторы провели анализ выпущенных стандартных образцов/ reference material с различными аттестованными характеристиками аденозинтрифосфата натрия. Как показало исследование,

Анализаторы иммунохемилюминесцентные, IMMULITE One, IMMULITE1000 (номер в госреестре 28472–04) // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/335472>

Анализаторы иммунохемилюминесцентные, IMMULITE2000 (номер в госреестре 28471–04) // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/335471>

Анализаторы биолюминесцентные, LIGHTNING MVP (номер в госреестре 24757–03) // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/330022>

Анализатор оксидов азота хемилюминесцентный, 2108 (номер в госреестре 20939–01) // Фед. информ. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/323730>

⁴ ГЭТ 196–2015 Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов // Федер. информац. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397882>

стандартных образцов утвержденного типа с аттестованной характеристикой концентрации АТФ отечественного производства в ФИФ зарегистрировано не было. Анализ выпускаемых reference material таких зарубежных метрологических институтов, как NIST (США) и BAM (Германия), также не выявил наличия образцов с аттестованной характеристикой концентрации АТФ. В то же время на сайте компании Sigma-Aldrich Production GmbH⁵ представлен большой выбор натриевых солей АТФ различной чистоты (см. табл. 2) производства «Merck» (Германия) – одного из крупнейших производителей высокотехнологичных материалов для биофармацевтики и наук о жизни. Указанные в табл. 2 материалы применяются, в частности, для биолуминесцентных исследований.

Однако ввиду высокой стоимости вышеуказанных материалов от их применения в качестве основы для изготовления стандартных растворов было решено отказаться. В качестве исходного реактива для материала кандидата СО был выбран водорастворимый реагент производства «Xi'an Lyphar Biotech Co., LTD» (КНР)⁶, по степени чистоты не уступающий вышеуказанным аналогами (массовая доля основного компонента не менее 99,3 %).

Оборудование и экспериментальные исследования

Стандартные образцы состава водного раствора аденозинтрифосфата натрия изготавливались путем

⁵ Sigma-Aldrich Production GmbH [сайт]. URL: <https://www.sigmaaldrich.com/russian-federation.html>.

⁶ Adenosine triphosphate // Xi'an Lyphar Biotech Co. [сайт]. URL: <https://www.cphi-online.com/adenosine-triphosphate-prod951742.html>

растворения исходного реактива аденозинтрифосфата натрия в дистиллированной воде. Для приготовления водного раствора аденозинтрифосфата натрия использовались следующее оборудование и материалы: весы лабораторные Sartorius ME36S, класс точности специальный (1) по ГОСТ OIML R76-1-2014; колбы мерные – 1 класса точности по ГОСТ 1770; дистиллятор Д-4 ТУ 64-1-1640-72.

Работы по определению чистоты исходного реактива проводились на входящем в состав ГЭТ 196-2015 хромато-масс-спектрометре 320-MS (Varian B. V., Нидерланды). Хроматограмма исходного реагента в исследуемом материале водорастворимого реагента (рис. 1) не выявила наличия примесей, поэтому за чистоту исходного материала была принята массовая доля основного компонента аденозинтрифосфата натрия 99,3 %.

Поскольку селективная оптическая плотность на характеристической длине волны прямо пропорциональна концентрации поглощающего компонента (аденозинтрифосфата натрия), авторами было принято решение проводить исследование методом спектрофотометрии. Метод позволяет измерить концентрацию растворенных веществ по количеству поглощаемого раствором света. Оптическую плотность раствора аденозинтрифосфата натрия в проходящем свете измеряли на характеристической длине волны 258 нм (рис. 2).

Для обеспечения независимости результатов измерения, аттестованные значения массовой концентрации аденозинтрифосфата натрия определяли на основе градуировки, для которой в качестве базы градуировочных растворов был выбран порошок чистого вещества аденозинтрифосфата натрия производителя MP

Таблица 2. Аденозинтрифосфат натрия различной чистоты, производитель «Merck» (ранее Sigma-Aldrich Production GmbH)

Table 2. Sodium adenosine triphosphate of various purity, manufacturer «Merck» (formerly Sigma-Aldrich Production GmbH)

Номер образца	Наименование образца	Назначение
FLAAS	Adenosine 5'-triphosphate (ATP) disodium salt hydrate (lyophilized powder, ~1 mg ATP)	Используется в качестве стандарта для измерения АТФ методом биолуминесценции
A26209	Adenosine 5'-triphosphate disodium salt hydrate, 99 %	АТФ служит коферментом в широком спектре ферментативных реакций, субстрат для АТФ-зависимых ферментативных систем
A2383	Adenosine 5'-triphosphate disodium salt hydrate, ≥99 %	Используется для приготовления стандартных растворов аденозинтрифосфата (АТФ) для определения уровня АТФ в различных бактериальных культурах

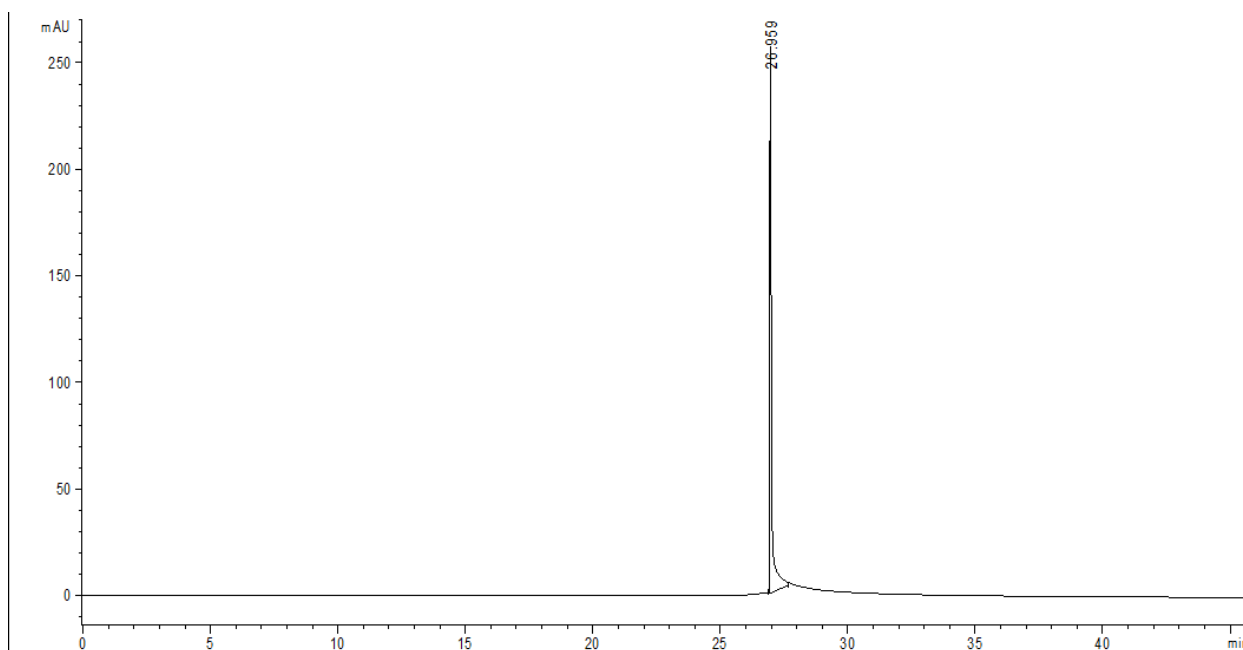


Рис. 1. Хроматограмма исходного реагента производства «Xi'an Lyphar Biotech Co., LTD»

Fig. 1. Chromatogram of the initial reagent produced by «Xi'an Biotechnology Company Lyphar, LTD»

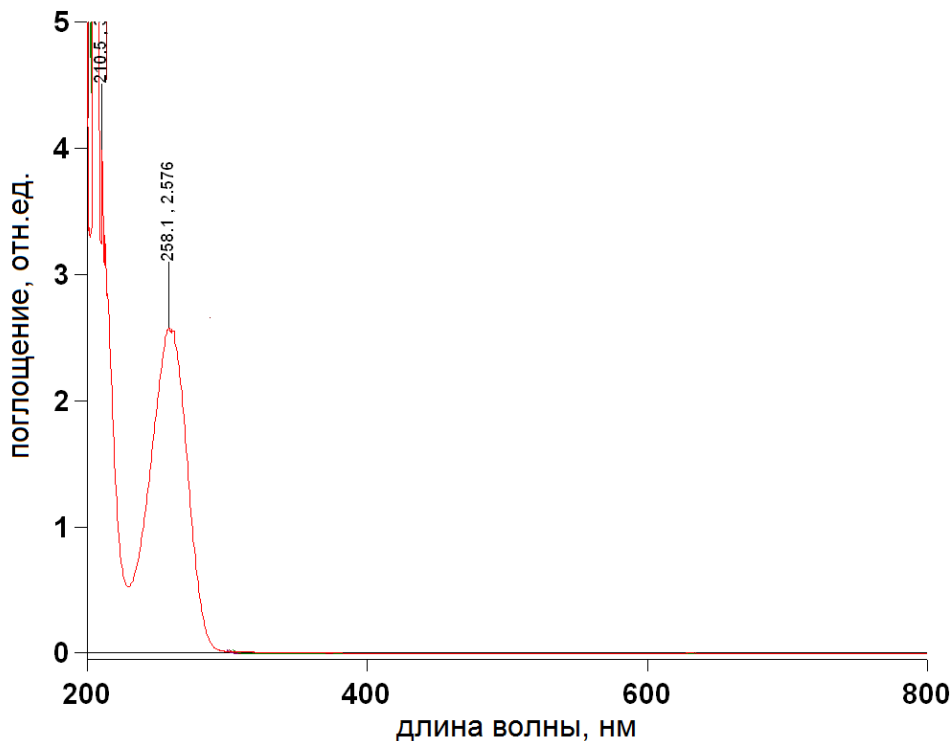


Рис. 2. Спектр поглощения исследуемых растворов аденозинтрифосфата натрия в проходящем свете

Fig. 2. Absorption spectrum of the solutions of sodium adenosine triphosphate under study in transmitted light

«Biomedicals, LLC» (массовая доля основного вещества по данным производителя – 99,2 %).

Величину оптической плотности растворов измеряли методом спектрофотометрии с использованием Спектрофотометра Cary 50 (Varian Ltd, Австралия) из состава ГЭТ 196-2015, с метрологическими характеристиками:

- спектральный диапазон 190-1100 нм;
- диапазон измерений спектральных коэффициентов направленного пропускания от 0 до 100 %;
- пределы допускаемой абсолютной погрешности спектрофотометра при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания $\pm 1,0$ %;
- пределы допускаемой абсолютной погрешности установки длин волн $\pm 1,0$ нм.

Оценка стабильности материала стандартного образца

Исследование нестабильности стандартных образцов проводилось в соответствии с РМГ 93–2015 [14]. Для этого пробы СО были разделены на две части и в течение 30 дней хранили: одну из частей при температуре $(5 \pm 3)^\circ\text{C}$, вторую часть при температуре 40°C (что соответствует одному году хранения при температуре 5°C). В период хранения было проведено семь пар измерений в условиях повторяемости.

Для растворов концентраций порядка $0,1 \text{ г/дм}^3$ и более статистически значимого изменения за период исследования стабильности не обнаружено. Для образцов с меньшей концентрацией наблюдалось изменение оптических характеристик, свидетельствующее о необратимых изменениях. Поскольку для метрологического применения необходимы образцы с минимально стабильной концентрацией, значение $0,1 \text{ г/дм}^3$ было выбрано в качестве базового для СО.

Оценка неопределенности аттестованного значения стандартного образца

Суммарную стандартную неопределенность аттестованного значения СО определяли по формуле:

$$u_c = \sqrt{u_{char}^2 + u_{stab}^2 + u_M^2}, \quad (1)$$

где u_{char} – стандартная неопределенность от способа определения аттестованного значения СО,

u_{stab} – стандартная неопределенность от нестабильности СО,

u_M – стандартная неопределенность от чистоты исходного материала (по данным производителя $u_M = 1\%$).

Расширенную неопределенность U вычисляли исходя из суммарной стандартной неопределенности u_c и коэффициента охвата $k=2$ по формуле:

$$U = ku_c$$

По итогам расчётов, учитывающих стабильность растворов и погрешность метода, были получены следующие значения массовой концентрации аденозинтрифосфата и расширенной неопределенности аттестованного значения массовой концентрации аденозинтрифосфата натрия (табл. 3).

Результаты и обсуждение

В результате работы были исследованы физические и метрологические характеристики водных растворов аденозинтрифосфата натрия и разработан СО. В качестве исходного чистого вещества выбран реагент производства «Xi'an Lyphar Biotech Co., LTD», чистота которого была проверена методом хромато-масс-спектрометрии. Стабильность растворов проверена с использованием метода спектрофотометрии.

В результате исследования была подтверждена возможность обеспечения прослеживаемости результатов измерений на основе метода люминесценции к ГЭТ 196-2015 по значению концентрации аденозинтрифосфата натрия, подобрано оптимальное значение этой концентрации и установлены метрологические характеристики разработанного СО (массовая концентрация аденозинтрифосфата натрия: от $0,09$ до $0,11 \text{ г/дм}^3$, расширенная неопределенность $0,015 \text{ г/дм}^3$). Путём растворения исходного ГСО согласно рекомендациям паспорта могут быть получены концентрации до $0,000001 \text{ г/дм}^3$,

Таблица 3. Метрологические характеристики стандартного образца

Table 3. Metrological properties of the reference material

Наименование	Аттестуемая характеристика (массовая концентрация), г/дм ³	Расширенная неопределенность (при $k=2$), г/дм ³
Стандартный образец состава водного раствора аденозинтрифосфата натрия*	0,09–0,11	0,015

* Производитель СО – Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений» (ФГУП «ВНИИОФИ»), г. Москва

что для дозирования в 5 мкл соответствует количеству вещества порядка 10 фмоль, т. е. отвечает современным требованиям по пределу обнаружения представленных на рынке средств измерений. Разработанный СО не имеет аналогов на российском рынке.

Заключение

Обеспечение метрологической прослеживаемости средств измерений на основе люминесцентных приборов к единице массовой концентрации было затруднено из-за отсутствия утвержденных мер и стандартных образцов. В результате выполненных исследований разработан стандартный образец утвержденного типа состава водного раствора аденозинтрифосфата натрия ГСО 11606–2020. Установлены метрологические характеристики: аттестуемая характеристика – массовая концентрация аденозинтрифосфата натрия, г/дм³; интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации аденозинтрифосфата натрия в СО: 0,09–0,11 г/дм³; допускаемое значение абсолютной расширенной неопределенности (при коэффициенте охвата $k=2$) 0,015 г/дм³. Данные образцы являются первыми стандартными образцами утвержденного типа, обладающими прослеживаемостью к Государственному первичному ГЭТ 196-2015, что обеспечивает метрологическую прослеживаемость и достоверность результатов измерений при поверке, калибровке и испытаниях средств измерений (хемилуминометров, биоанализаторов и т. п.). Использование указанного ГСО позволяет обеспечить непредвзятую оценку измерительных возможностей соответствующих люминесцентных средств измерений, в том числе в части определения погрешности проводимых измерений. Разработанный ГСО может быть использован для обеспечения единства измерений в области АТФ-люминометрии для хранения, воспроизведения и передачи единицы массовой концентрации.

Одним из возможных способов совершенствования ГСО 11606–2020 в перспективе может стать разработка

системы последующего прецизионного экспресс-разбавления исходного раствора ГСО до более низких концентраций непосредственно перед измерением на территории пользователя.

Благодарности

Авторы выражают благодарность М. Ю. Ларионову и А. О. Еленскому за содействие в поставке исходных материалов для исследования.

Все измерения проводили с использованием оборудования ФГУП «ВНИИОФИ».

Вклад соавторов

Чугунова М. М.: разработка концепции исследования; организация экспериментальных работ по аттестации СО в межлабораторном эксперименте; получение и обработка экспериментальных данных.

Грязских Н. Ю.: разработка концепции исследования, критический анализ и доработка текста.

Зябликова И. Н.: выполнение вычислений; оформление документов по испытаниям СО в целях утверждения типа; фасовка, упаковка.

Иванов А. В.: разработка концепции исследования; организация экспериментальных работ по аттестации СО в межлабораторном эксперименте.

Шобина А. Н.: составление технического задания; сбор литературных данных; критический анализ и доработка текста.

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.).

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. ТР ТС 021/2011 О безопасности пищевой продукции // Законы, кодексы и нормативно-правовые акты Российской Федерации [сайт]. URL: <https://legalacts.ru/doc/reshenie-komissii-tamozhennogo-soiuza-ot-09122011-n-880-o/>
2. Karen L., Schlosser W. Hazard Analysis and Critical Control Point (HACCP) History and Conceptual Overview // Risk Analysis. 2002. № 3. P. 547–552. <https://doi.org/10.1111/0272-4332.00038>
3. Microbiological purity testing in food production and marketing / B. Golic [et al.] // Veterinary journal of republic of Srpsk. 2019. Vol. 19. № 1. <https://doi.org/10.7251/VETJEN1901064G>
4. Osimani A., Aquilanti L., Clementi F. The luminometer as a useful tool in the assessment of surface cleanliness: The case study of a university canteen // Industrie Alimentari. 2014. Vol. 53. № 545. p. 12–18.
5. Анализ возможности применения биолюминесцентных ферментативных биотестов для оценки загрязнения почв (на примере почв г. Красноярска) / Е. М. Байгина [и др.] // Известия Иркутского государственного университета. Серия «Биология. Экология». 2017. Т. 21. С. 21–30.

6. Морозова Е. В. Использование биотестирования как интегрального метода оценки токсичности факторов окружающей среды // Тенденции развития науки и образования. 2017. № 26–3. С. 9–12. <https://doi.org/10.18411/lj-31-05-2017-39>
7. Simbekova E. N., Kondik A. M., Kratasyuk V. A. Bioluminescent enzymatic rapid assay of water integral toxicity // Environmental Monitoring and Assessment. 2013. Vol. 185, № 7. P. 5909–5916. <https://doi.org/10.1007/s10661-012-2994-1>
8. Soil ciliates of the Indian Delhi Region: Their community characteristics with emphasis on their ecological implications as sensitive bio-indicators for soil quality / J. S. Abraham [et al.] // Saudi Journal of Biological Sciences. 2019. Vol. 26. № 6. P. 1305–1313. <https://doi.org/10.1016/j.sjbs.2019.04.013>
9. Kim S. B. Bioluminescence: Methods and protocols // Methods in Molecular Biology book series. 2016. Vol. 1461. <https://doi.org/10.1007/978-1-4939-3813-1>
10. Gayford C. Adenosine Triphosphate // Energy and Cells: Dimensions of Science. London: Palgrave. 1986. https://doi.org/10.1007/978-1-349-08159-2_2
11. Сеземин И. А. Применение экспресс-метода АТФ-люминиметрии при санитарно-гигиенических исследованиях в пищевой промышленности // Пищевая промышленность. 2007. Т. 3. С. 18–19.
12. Use of firefly luciferase for ATP measurement: other nucleotides enhance turnover / S. R. Fordet [et al.] // Biolumin Chemilumin. 1996. Vol. 11. № 3. P. 149–167. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1099-1271\(199605\)11:3<149::ПОМОЩЬ-БИО411>3.0.CO;2-Q](https://doi.org/10.1002/(SICI)1099-1271(199605)11:3<149::ПОМОЩЬ-БИО411>3.0.CO;2-Q)
13. Зверев Д. С. Определение количества живых микробных клеток в противобруцеллезных вакцинах биолюминесцентным методом: Дис. ... канд. биол. наук: 16.00.03 / Зверев Дмитрий Сергеевич; [Место защиты: Всерос. гос. центр качества и стандартизации лекарств, средств и кормов для животных]. Москва, 2008. 23 с.
14. РМГ 93–2015 ГСИ. Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов. М.: Стандартинформ, 2011. 30 с.

REFERENCE

1. TR CU021/2011 Technical regulations of the customs union «On food safety». Available at: <https://legalacts.ru/doc/reshenie-komissii-tamozhennogo-soiuz-a-ot-09122011-n-880-o/>. (In Russ.).
2. Karen L., Schlosser W. Hazard Analysis and Critical Control Point (HACCP) History and Conceptual Overview. Risk Analysis. 2002;(3):547–552. <https://doi.org/10.1111/0272-4332.00038>
3. Golic B., ILIĆ T., Kalaba V., GOLIĆ M. Microbiological purity testing in food production and marketing. Veterinary journal of republic of Srpsk. 2019;19(1). <https://doi.org/10.7251/VETJEN1901064G>
4. Osimani A., Aquilanti L., Clementi F. The luminometer as a useful tool in the assessment of surface cleanliness: The case study of a university canteen. Industrie Alimentari. 2014;53(545):12–18.
5. Baigina E. M., Rimatskaya N. V., Stepanova L. V., Kratasyuk V. A. On the possibility of application of bioluminescent enzyme system for the analysis of soil contamination of the Krasnoyarsk territory. Izvestiya Irkutskogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya «Biologiya. Ecologiya». 2017;21:21–30. (In Russ.).
6. Morozova E. V. The use of biotesting as an integral method for assessing the toxicity of environmental factors. Trends in the development of science and education. 2017;(26–3):9–12. (In Russ.). <https://doi.org/10.18411/lj-31-05-2017-39>
7. Simbekova E. N., Kondik A. M., Kratasyuk V. A. Bioluminescent enzymatic rapid assay of water integral toxicity. Environmental Monitoring and Assessment. 2013;185(7):5909–5916. <https://doi.org/10.1007/s10661-012-2994-1>
8. Abraham J. S. et al. Soil ciliates of the Indian Delhi Region: Their community characteristics with emphasis on their ecological implications as sensitive bio-indicators for soil quality. Saudi Journal of Biological Sciences. 2019;26(6):1305–1313. <https://doi.org/10.1016/j.sjbs.2019.04.013>
9. Kim S. B. Bioluminescence: Methods and protocols. Methods in Molecular Biology book series. 2016;1461. <https://doi.org/10.1007/978-1-4939-3813-1>
10. Gayford C. Adenosine Triphosphate. In: Energy and Cells: Dimensions of Science. London: Palgrave; 1986. https://doi.org/10.1007/978-1-349-08159-2_2
11. Sezemin I. A. Use of express train-method adenosine triphosphate-luminometry at sanitary-and-hygienic researches in food processing industry. Food industry. 2007;(3):18–19. (In Russ.).
12. Fordet S. R. et al. Use of firefly luciferase for ATP measurement: other nucleotides enhance turnover. Biolumin Chemilumin. 1996;11(3):149–167. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1099-1271\(199605\)11:3<149::ПОМОЩЬ-БИО411>3.0.CO;2-Q](https://doi.org/10.1002/(SICI)1099-1271(199605)11:3<149::ПОМОЩЬ-БИО411>3.0.CO;2-Q)
13. Zverev D. S. Determination of the number of living microbial cells in anti-brucellosis vaccines by the bioluminescent method: Dissertation of the candidate of biological sciences. Moscow; 2008. 23 p. (In Russ.).
14. RMG 93–2015 GSI. State system for ensuring the uniformity of measurements. Estimation of metrological characteristics of reference materials. Moscow: Standartinform; 2011. 30 p. (In Russ.).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Марина Михайловна Чугунова – ведущий научный сотрудник ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений».
119361, Россия, г. Москва, ул. Озерная, 46
e-mail: chugunova@vniiofi.ru

Наталья Юрьевна Грязских – начальник сектора ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений».
119361, Россия, г. Москва, ул. Озерная, 46
e-mail: griazskih@vniiofi.ru

Ирина Николаевна Зябликова – инженер ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений».
119361, Россия, г. Москва, ул. Озерная, 46
e-mail: center_gso@vniiofi.ru

Александр Вячеславович Иванов – начальник отдела испытаний и сертификации ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений»/
119361, Россия, г. Москва, ул. Озерная, 46
e-mail: ivanov@vniiofi.ru

Анна Николаевна Шобина – начальник отдела испытаний ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений»
119361, Россия, г. Москва, ул. Озерная, 46
e-mail: shobina@vniiofi.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Marina M. Chugunova – leading researcher the All-Russian Research Institute for Optical and Physical Measurements.
46 Ozernaya str., Moscow, 119361, Russia
e-mail: chugunova@vniiofi.ru

Natalia Yu. Gryazskih – head of sector the All-Russian Research Institute for Optical and Physical Measurements.
46 Ozernaya str., Moscow, 119361, Russia
e-mail: griazskih@vniiofi.ru

Irina N. Zyablikova – engineer the All-Russian Research Institute for Optical and Physical Measurements.
46 Ozernaya str., Moscow, 119361, Russia
e-mail: center_gso@vniiofi.ru

Alexander V. Ivanov – head of testing and certification department the All-Russian Research Institute for Optical and Physical Measurements.
46 Ozernaya str., Moscow, 119361, Russia
e-mail: ivanov@vniiofi.ru

Anna N. Shobina – head of testing department the All-Russian Research Institute for Optical and Physical Measurements.
46 Ozernaya str., Moscow, 119361, Russia
e-mail: shobina@vniiofi.ru

ХАРАКТЕРНЫЕ СВОЙСТВА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ КЛАСТЕРА «РАСТЕНИЯ» В КОЛЛЕКЦИИ ИГХ СО РАН

© Е. В. Шабанова^а, И. Е. Васильева^а, Д. С. Таусенев^б, S. Scherbarth^с, U. Pierau^с

^аФГБУН «Институт геохимии им. А. П. Виноградова Сибирского отделения Российской академии наук»
(ИГХ СО РАН), г. Иркутск, Россия

ORCID 0000-0002-6444-612X, e-mail: shev@igc.irk.ru

^бООО «СимпатеК», Екатеринбург, Россия

^сSympatec GmbH, Clausthal-Zellerfeld, Germany

Поступила в редакцию – 30 марта 2021 г., после доработки – 12 мая 2021 г.

Принята к публикации – 20 июля 2021 г.

Четыре многоэлементных стандартных образца составляют кластер «Растения» в коллекции стандартных образцов, разработанных в ИГХ СО РАН. Это части наземных растений (лист берёзы, хвоя сосны, скошенная луговая трава) и водное растение элодея канадская (корни, стебли, листья и цветы). Растения, являющиеся чувствительными индикаторами состояния окружающей среды, собраны с незагрязнённых территорий Восточной Сибири (вблизи озера и на озере Байкал). Описаны отличия в способах отбора и подготовки материала. Характерные свойства этих референтных материалов, такие как гранулометрический состав (форма, размеры и распределение частиц по крупности), однородность и минимальная представительная масса пробы, стабильность порошков в условиях естественного старения – изучены в соответствии с российскими и международными требованиями с привлечением современных приборов и методов химического анализа. Элементные составы матричных растительных образцов оценены по способу межлабораторной аттестации и представлены содержаниями более 60 элементов, из которых от 23 до 41 аттестованы. Участие от 20 до 38 аккредитованных российских и зарубежных лабораторий и применение более десяти разных методов анализа обеспечили прослеживаемость результатов. Сравнение разработанных и китайских сертифицированных матричных растительных стандартных образцов продемонстрировало их согласованность. По результатам обсуждения характерных свойств четырех растительных РМ они рекомендованы для выполнения химических измерений при валидации существующих и разработке новых аналитических методик, контроля качества и оценивания прослеживаемости результатов определения широкого круга элементов в растительных материалах, а также профессионального тестирования лабораторий геоэкологических, фармацевтических и сельскохозяйственных организаций.

Ключевые слова: многоэлементные стандартные образцы растений, гранулометрический состав порошков, форма и размеры частиц, однородность и представительная масса пробы, стабильность вещества и оценка срока годности, межлабораторная аттестация, оценивание элементного состава и прослеживаемость результатов измерений

Ссылка при цитировании:

Характерные свойства стандартных образцов кластера «растения» в коллекции ИГХ СО РАН / Е. В. Шабанова [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2021. Т. 17. № 3. С. 45–61. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-3-45-61>

For citation:

Shabanova E. V., Vasil'eva I. E., Tausenev D. S., Scherbarth S., Pierau U. Features of «plants» cluster from the reference materials collection IGC SB RAS. *Measurement standards. Reference materials*. 2021;17(3):45–61. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-3-45-61> (In Russ.).

FEATURES OF «PLANTS» CLUSTER FROM THE REFERENCE MATERIALS COLLECTION IGC SB RAS

© Elena V. Shabanova^a, Irina E. Vasil'eva^a, Dmitrii S. Tausenev^b,
Stefanie Scherbarth^c, Uwe Pierau^c

^a Vinogradov Institute of Geochemistry, Siberian Branch, Russian Academy of Sciences, Irkutsk, Russia
ORCID 0000-0002-6444-612X, e-mail: shev@igc.irk.ru

^b OOO «Sympatec», Ekaterinburg, Russia

^c Sympatec GmbH, Clausthal-Zellerfeld, Germany

Received – 30 March, 2021. Revised – 12 May, 2021.

Accepted for publication – 20 July, 2021.

Four multielement reference materials compile the «Plants» cluster in the developed by IGC SB RAS collection. These are part of terrestrial plants (birch leaf, pine needles, mown meadow grass) and the aquatic plant Elodea canadensis (roots, stems, leaves and flowers). Plants that are sensitive indicators of the state of the environment are collected from unpolluted territories of Eastern Siberia (near and on Lake Baikal). The paper discusses differences in methods of selection and preparation of the material. Such features of these reference materials as granulometric composition (shape, size, particle size distribution), homogeneity and minimum representative mass of the sample, stability of powders under conditions of natural aging were studied in accordance with Russian and international requirements with the use of modern devices and methods of chemical analysis. The elemental compositions of matrix plant samples were evaluated according to the method of interlaboratory certification and are represented by the contents of more than 60 elements, of which 23 to 41 are certified. The participation of 20 to 38 accredited Russian and foreign laboratories and the use of more than ten different methods of analysis ensured the traceability of the results. The comparison of the developed and Chinese certified matrix plant reference samples demonstrated their consistency. Based on the results of the discussion of the characteristic properties of four plant PM, they are recommended for performing chemical measurements during the validation of existing and development of new analytical methods, quality control and evaluation of the traceability of the results of determining a wide range of elements in plant materials, as well as professional testing of laboratories of geo-ecological, pharmaceutical and agricultural organisations.

Keywords: multielement reference materials of plants, granulometric composition of powders, form and size of particles, homogeneity and representative mass of sample, stability of substance and estimation of validity period, interlaboratory certification, elemental composition estimation and measurement results traceability

Введение

Видовое разнообразие растений огромно, но список существующих многоэлементных матричных растительных СО в России весьма скромнен. Институт геохимии им. А. П. Виноградова Сибирского отделения Российской академии наук (Россия) более 40 лет занимается созданием и развитием коллекции стандартных образцов. В настоящее время коллекция включает многоэлементные стандартные образцы состава природных и техногенных сред, в которых аттестованы и рекомендованы содержания от 5 до 70 элементов

и компонентов [1]. Она ориентирована на обеспечение единства измерений в геоанализе и является необходимым звеном в междисциплинарном изучении фундаментальных связей между природными объектами, а также при проведении исследований по оценке состояния окружающей среды. Раздел коллекции «Стандартные образцы биологических материалов» включает кластер «Растения». Он представлен тремя сертифицированными стандартными образцами (ССО), аттестованными в 2007 г., и одним референтным материалом, представленным в 2018 г. [2]:

1. СО состава листа берёзы (ЛБ-1) ГСО 8923–2007 / СО КОМЕТ 0067–2008-RU (*Birch leaf* – LB-1).
2. СО состава травосмеси (Тр-1) ГСО 8922–2007 / СО КОМЕТ 0066–2008-RU (*Mixture of meadow herbs* – Tr-1).
3. СО состава элодеи канадской (ЭК-1) ГСО 8921–2007 / СО КОМЕТ 0065–2009-RU (*Canadian pond weed* – EK-1).
4. РМ состава хвои сосны сибирской (ХСС-1) (*Pinus Sylvestris* – HSS-1).

Разработанные референтные материалы предназначены для верификации аналитических методик, обеспечения правильности и прослеживаемости результатов определения химических элементов в растениях разными аналитическими методами при выполнении геохимических и экологических исследовательских проектов. Перечисленные растения являются чувствительными индикаторами загрязнения природных наземных и водных экосистем. Выбор растений для создания СО был основан на таких видовых особенностях растений, как: способность быстрого изменения элементного состава при загрязнении окружающей среды; широкий ареал произрастания; возможность отбора биомассы, достаточной для приготовления СО. Сбор материала для СО проводили на территориях с минимальной антропогенной нагрузкой. Особенностью разработанных референтных материалов кластера «Растения» является достаточно полная характеристика элементного состава – 63–68 химических элементов. Число аттестованных элементов в разных образцах варьирует от 32 до 41, рекомендуемых – 2–16, информационных – 6–34.

Цель настоящей статьи заключается в сопоставлении элементного состава и некоторых свойств СО из кластера «Растения» коллекции ИГХ СО РАН, а также в оценке прослеживаемости этих образцов к СО растительного происхождения других производителей.

Материалы и методы

Стандартным образцом является «материал, достаточно однородный и стабильный в отношении одного или нескольких заданных свойств, который, как было установлено, пригоден для использования по назначению в процессе измерения» («Material, sufficiently homogeneous and stable concerning one or more specified properties, which has been established to be fit for its intended use in a measurement process») [3]. Важно знать и учитывать конкретные свойства вещества СО, для которого одно или несколько заданных свойств охарактеризованы метрологически обоснованной процедурой, указаны в сертификате СО,

обеспечивая значение указанного свойства, связанную с ним неопределенность и заявление о метрологической прослеживаемости.

При изготовлении матричных растительных СО необходимо учитывать такие особенности, как разная структура и твердость стеблей, листьев и других органов растений, а также нестабильность органического вещества из-за деградации при длительном хранении. При измельчении и хранении вещества эти свойства влияют на форму, размеры и распределение по крупности частиц порошков СО, и, как следствие, на однородность референтного материала, величину представительной аналитической массы и срок годности вещества. Разработка матричных растительных референтных материалов кластера «Растения» опиралась на нормативные документы для характеристики, оценки однородности и стабильности вещества [4–7]. Однако, как отмечено в работе [8], процедуры отбора, приготовления материала и статистической обработки данных, полученных разными методами и методиками анализа, были связаны со специфическими свойствами матрицы и уровня аналитов в каждом СО и требовали применения нестандартных технологических приемов и научных исследований.

Отбор и подготовка материалов стандартных образцов

Отбор необходимой массы растительного материала для каждого из стандартных образцов кластера «Растения» из коллекции ИГХ СО РАН проводили в разные годы.

Берёзовая роща на окраине г. Иркутска вдали от активно используемых автомобильных дорог в период массового листопада стала местом отбора материала для ГСО ЛБ-1. В сухую солнечную погоду осенью 1993 г. верхний слой опавших листьев берёзы был собран в чистые брезентовые мешки и досушен на воздухе в лаборатории при комнатной температуре (22 ± 1 °C).

Исходным природным материалом для ГСО Тр-1 была луговая травосмесь, скошенная летом 1995 г. на естественном лугу вблизи д. Хомутово (Иркутская область). Материал был переработан в гранулированную травяную муку на автоматизированной мельнице «Травяны» (РФ), расфасован в крафт-мешки и перемешан в лабораторию.

Образцы водорослей элодеи канадской были отобраны в южной части залива Мухор (Малое море, оз. Байкал) в летние периоды 1999, 2001 и 2002 гг. Сбор проводили с надувной лодки. Собранные водоросли отсортировывали от других водных растений, отмывали

от минеральных примесей, раскладывали на брезенте и сушили на воздухе в затенённых условиях.

Материал референтного образца ХСС-1 приготовлен из хвои сосны сибирской. Иглы отрезаны от их смолистого основания с ветвей сосен разного возраста в сосновых борах Байкальского региона, включая остров Ольхон (Иркутская обл.) и Тункинскую долину (Бурятия), в летние периоды 2005–2008 годов. Материал сушили на воздухе в проветриваемом помещении лаборатории в затенённых условиях.

Способ приготовления материала СО влияет на его сохранность (без деградации) для применения RMs в течение длительного периода времени, поэтому воздушно-сухой материал всех образцов дополнительно сушили в сушильном шкафу при температуре около 70 °С. Стерилизацию радиационным облучением исходного или гомогенизированного материала не проводили. Материал ЛБ-1 и ЭК-1 измельчали до фрагментов ≤ 1 мм с помощью резака и дотирали в шаровой мельнице МЭК-50 (Германия) с фарфоровой гарнитурой до размеров частиц менее 0,14 мм. Гранулы Тр-1 и иглы сосны, нарезанные на фрагменты менее 1 мм на режущей мельнице «Пульверизетте 15» (Fritsch, Германия), доизмельчали на шаровой мельнице МБЛ-50 со стальной гарнитурой (Россия). Измельченное вещество просеивали через капроновое сито (ячейка 0,14 мм) и гомогенизировали на вращающемся столе-смесителе в течение 10–15 циклов. Вещество выдерживали несколько суток и фасовали в полиэтиленовые банки емкостью 50, 100 и 150 см³.

Гранулометрический состав порошков: форма, размеры и распределение частиц по крупности

Первоначальная оценка гранулометрического состава трёх порошков образцов ЛБ-1, Тр-1 и ЭК-1 выполнена при сухом ситовании на стандартном наборе из пяти сит фирмы «Fritsch» (Германия) при дополнительном отсосе воздуха маломощным бытовым пылесосом. Гранулометрический состав материала ХСС-1 оценивали сухим ситованием с помощью набора сит марки «Retsch» (Германия) с размерами ячеек от 0,16 до 0,04 мм при продавливании порошка пластиковой щеткой. Сложности ситования обусловлены волокнистой структурой растительных материалов, электростатическим слипанием частиц при воздушно-сухом способе ситования, невозможностью использовать рассев в водной среде из-за набухания частиц. Поэтому распределение порошков по крупности, формы и размеры частиц четырёх СО дополнительно были исследованы на динамическом анализаторе

изображений Sympatec QICPIC (оптический диапазон М7–4.2...2888/8665 мкм) с модулем воздушного диспергирования RODOS/L (Sympatec GmbH, Германия). Чтобы снизить влияние статистической ошибки, образцы были разделены на равные порции с помощью карусельного делителя. Система Sympatec QICPIC & RODOS/L основана на физическом принципе динамического анализа изображений, который позволяет измерять распределение частиц по размеру и форме, а также характеризовать форму отдельных частиц по заданным параметрам формы. Распределения по размерам частиц выполнены с использованием вариантов расчета по площади эквивалентного круга и диаметру Ферета (минимальному/максимальному). Построены диаграммы распределений коэффициента формы для соотношения сторон и сферичности (по размеру частиц и в совокупности), дающие представление о распределении по формам материала образца.

Для каждого СО измерения выполнены из трёх (порций) банок. Было исследовано по 4,80 г ($3 \times 1,60$ г) массы порошка из каждой банки при давлении 0,2 бар во время диспергирования. Помимо распределения частиц по размерам, описание форм частиц дано несколькими способами. Диаграммы распределений коэффициента формы для соотношения сторон и сферичности (по размеру частиц и в совокупности) дают представление о распределении и форме частиц индивидуальных порошков.

Однородность растительных материалов

Оценка однородности каждого образца проведена по схеме однофакторного дисперсионного анализа для 20 случайно отобранных банок (20×3) согласно [4, 7] в лабораториях Центра коллективного пользования «Изотопно-геохимических исследований» ИГХ СО РАН. Экспериментальные данные для оценивания однородности образцов ЛБ-1, Тр-1 и ЭК-1 были получены с использованием методики рентгенофлуоресцентной спектromетрии. Измерения выполнены на рентгеновском спектрометре S4 Pioneer (Bruker, Германия) для навески 1 г. Оценка погрешности от неоднородности рассчитывалась по относительным интенсивностям спектральных линий 8, 15 и 16 элементов, соответственно. Однородность порошка ХСС-1 исследована методом рентгенофлуоресцентной спектromетрии для 15 элементов из навески 0,5 г. Интенсивности спектральных линий 25 элементов также измерены на атомно-эмиссионном спектрометре с индуктивно связанной плазмой iCAP 6300 Duo (Thermo Scientific, USA) после автоклавного кислотного разложения навесок 0,15 и 0,1 г. Для

оценивания погрешности от неоднородности элементов, для которых изменения интенсивности выполнить не удалось вследствие малых содержаний элементов, приписывали максимальное значение этой характеристики, установленное для элемента-индикатора.

Характеристика растительных материалов

Для аттестации большого числа аналитов в СО растительных материалов была выбрана стратегия межлабораторного эксперимента [4–7]. Определение химических элементов, которые могут быть аттестованы в веществе, выполняли, используя как первичные методы анализа – гравиметрия (ГМ), титриметрия (ТМ), инструментальный нейтронно-активационный анализ (ИНАА), так и атомно-спектральные методы, которым необходима градуировка по СО адекватного состава, такие как: атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП), с дуговым разрядом (АЭС-ДР), лазером (ЛИЭС), пламенем (ПАЭС); атомно-абсорбционной спектрометрия в пламенном и электротермическом вариантах (ПААС и ЭТ-ААС); масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой (МС-ИСП); рентгенофлуоресцентная спектрометрия (РФС); спектрофотометрия (СФМ); инфракрасная спектрометрия (ИКС). Аттестованные массовые доли элементов в матричных растительных СО установлены по результатам 10–12 аналитических методов с разными химическими и физическими основами при использовании различных способов переведения проб в раствор.

Прослеживаемость полученных в рамках межлабораторного эксперимента результатов измерений, к единице СИ [7] реализована посредством участия компетентных, в том числе аккредитованных на соответствие ГОСТ ИСО/МЭК 17025 [9], более 20 испытательных лабораторий России и мира, которые использовали при выполнении анализа поверенные средства измерений. Для контроля точности результатов измерений использовали стандартные образцы, имеющие установленную метрологическую прослеживаемость.

Стабильность матричных стандартных образцов растительного происхождения

Для обоснования срока годности материалов применён способ, который предусматривает установление зависимости изменения величины аттестованного значения от времени в условиях естественного старения [10]. Первоначальные исследования стабильности матричных растительных СО ЛБ-1, Тр-1 и ЭК-1, выполненные с 2002 по 2007 гг. для ограниченного числа

химических элементов, гарантировали 5-летний срок годности. Аналогичные исследования 2008–2013 гг. подтвердили стабильность СО в течение 10 лет при их хранении в помещении при комнатной температуре.

Корректировка срока годности растительных СО была выполнена по результатам контроля качества измерений разными методами химического анализа в 22 аккредитованных испытательных лабораториях России, Испании, Белоруссии, Казахстана, Монголии за период 2008–2017 гг. Межлабораторный эксперимент (МЛЭ) по изучению стабильности вещества был спланирован согласно [4, 10] и выполнен с привлечением методов АЭС-ИСП, ПАЭС, АЭС-ДР, ЛИЭС; ПААС и ЭТ-ААС; МС-ИСП; РФС; ГМ; СФМ. Наибольшее количество экспериментальных данных было получено с использованием многоэлементных методик анализа (АЭС-ИСП, МС-ИСП, РФС). Перед объединением в общую выборку результатов, полученных различными методами, оценивали их однородности и исключали несогласующиеся данные. Исходя из минимального числа измерений, требуемых для оценки стабильности материала СО, за промежуток времени между измерениями был принят один год. Если содержание элемента было определено несколько раз в течение какого-либо года, то полученные в течение каждого года результаты определений усреднялись [10]. Было изучено изменение содержания 35 химических элементов в материале ЭК-1, 38 – в Тр-1 и 40 – в ЛБ-1. Расчёты, выполненные по измеренным содержаниям аттестованных элементов, показали статистическую незначимость зависимости погрешности измерений от времени хранения материала. Растительные референтные материалы, приготовленные описанным выше способом при хранении в лаборатории при комнатной температуре, можно использовать по целевому назначению 20 и более лет. Для элементов, содержания которых в СО установлены ориентировочно, экспериментальные данные не были предоставлены. Поэтому использовали только литературные данные о природной стабильности соответствующих биологических соединений. Данный вывод распространён на стабильность вещества ХСС-1, так как оно приготовлено способом аналогичным для трёх матричных СО. В настоящее время наблюдения за стабильностью стандартных образцов кластера «Растения» продолжаются.

Результаты и обсуждения

Форма и распределение частиц по размерам, гранулометрический состав

Количественный элементный состав и однородность распределения каждого элемента в исходном

и приготовленном веществе СО индивидуальны. Они отражают такие особенности исходного вещества – кандидата в РМ – как видовая принадлежность растения; структура органов растения, которые отобраны для РМ; состав почвы и климатические условия произрастания; цикл развития растения; время сбора материала для СО, способы приготовления материала и т. д. Каждый элемент нередко представлен несколькими элементо-органическими соединениями, которые неравномерно распределены между органами или тканями растения. Если при измельчении и гомогенизации однородность распределения в некоторой массе порошка не будет достигнута, это приведёт к увеличению погрешности единичного результата анализа и в целом увеличению неопределённости (погрешности) аттестованного значения.

Исследования порошков растительных материалов на энергодисперсионном рентгеновском микроанализаторе Phenom-ProX (B. V. Phenom-World, Нидерланды) показали большое разнообразие присутствующих условно сферических и несферических частиц разных размеров (рис. 1). С помощью динамического анализа изображений появилась возможность контролировать число частиц реальной формы. Сравнение оценок гранулометрического состава растительных материалов, полученных ситованием и с использованием динамического анализатора изображений Sympatec QICPIC & RODOS/L, указывает на существенное отличие распределений, полученных при принудительном их проталкивании через ячейки сита или всасывании порошка воздушной струёй в измерительный канал (табл. 1).

Аналитической системой Sympatec QICPIC & RODOS/L в разных образцах растений на 1 г вещества было установлено от 8069830 до 24120270 частиц. Во всех образцах наблюдаются как сферические, так и вытянутые частицы разной формы (рис. 2). Оценивание формы, размеров и распределения частиц в материалах СО ЛБ-1, Тр-1 и ХСС-1 показало уменьшение сферичности (отношение периметра

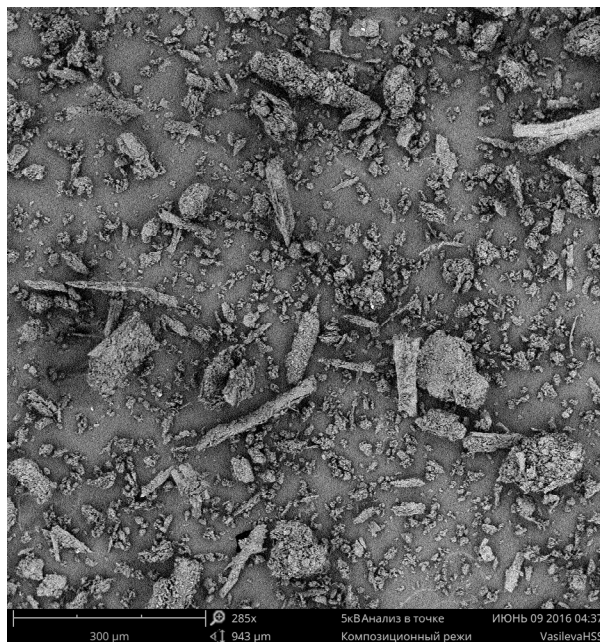


Рис. 1. Изображение порошка хвои сосны сибирской

Fig. 1. Image of powder of needles of Siberian pine

Таблица 1. Результаты гранулометрического анализа порошков растительных РМ

Table 1. Results of granulometric analysis of plant RM powders

Фракция, мкм	Массовая доля фракции, %							
	ЛБ-1		Тр-1		ЭК-1		ХСС-1	
	Ситование	QICPIC/ RODOS/L	Ситование	QICPIC/ RODOS/L	Ситование	QICPIC/ RODOS/L	Ситование	QICPIC/ RODOS/L
< 25	30,6	13,89	13,84	24,75	37,7	8,1	39,4	14,14
25–40	17,38	13,32	10,91	20,03	10,4	7,93		11,94
40–63	30,18	20,19	59,71	24,77	17,7	14,27	27,6	20,53
63–80	10,02	18,87	12,53	17,41	10,7	20,93	17,4	24,76
80–100	6,6	8,17	1,61	5,31	11,8	12,57	11,3	10,88
100–125	2,45	7,18	0,8	3,012	10,1	13,11		8,49
125–140	2,77	5,97	0,6	2,708	1,6	11,85	4,25	5,11
> 140	–	12,41	–	2,01	–	11,24		4,15

эквивалентной окружности к реальному периметру) частиц органического вещества при увеличении их размера. Сферичность уменьшается с увеличением размера частиц, за исключением образца ЭК-1, для которого крупные частицы характеризуются возрастающим значением этого показателя. Для всех СО характерна тенденция уменьшения соотношения сторон с увеличением размера частиц, т. е. для более крупных частиц наблюдается их «вытягивание».

Сравнение степени измола четырех РМ указывает на широкий интервал размеров частиц, характерный для всех порошков (рис. 3). Порошок Тр-1 представлен наиболее мелкими частицами (средний размер 20–30 мкм), а порошок ЭК-1 – наиболее крупными частицами (80–110 мкм). Для ХСС этот показатель составил 50–80 мкм, для ЛБ-1 – 20–30 мкм. Самые большие вариации размеров частиц наблюдаются в порошке ЛБ-1, именно для него характерна наибольшая доля частиц размером 100–500 мкм.

Полученные результаты указывают, что примененный способ измельчения растений позволил приготовить вполне однородные материалы, и небольшие массы таких порошков, отбираемые на анализ, могут показывать хорошую воспроизводимость повторных измерений при условии, что никакие систематические ошибки не препятствуют количественному измерению содержания. В то же время повторные измерения гранулометрического состава растительных материалов показали присутствие в порошке изменяющегося числа крупных частиц, поэтому аналитическая навеска должна быть больше чем представительная масса.

Важно отметить, что благодаря использованию динамического анализатора изображений появилась возможность подбирать к исследуемым пробам растений порошки референтных материалов, близкие не только по химическому составу, но по структуре и размерам. Несомненно, что расчеты распределения частиц по размерам с использованием динамического анализатора изображений Sympatec QICPIC & RODOS/L более реалистичны, чем данные принудительного ситования, т. к. анализ формы частиц учитывает их разные проекции в движении.

Однородность вещества и представительная аналитическая навеска

Массы аналитических навесок для разных методов варьируются существенно и зависят от принципа, лежащего в основе метода, и количества элемента, однородно распределенного в исследуемой пробе. Многие современные методы оперируют аналитическими

навесками массой 0,05–0,1 г. Результат определения элемента будет надежным, если масса представительной пробы этого элемента в испытуемом РМ равна или меньше аналитической навески, например, 0,1 г. В противном случае погрешность измерения увеличивается непредсказуемо. Поэтому оценивание гранулометрического состава и степени однородности распределения элементов в референтных материалах являются обязательной процедурой при установлении аттестованного содержания и его неопределенности (погрешности) [7].

Прямые методы анализа твердых веществ без предварительного разложения матрицы более чувствительны к неоднородности распределения элементов в веществе, чем аналитические методы использующие растворы образцов [11, 12]. Для методов с предварительной деструкцией вещества, таких как, например, АЭС-ИСП или ААС, нередко анализируемая масса СО растительного происхождения ограничена объемами ёмкостей, в которых происходит переведение проб в раствор. Тем не менее разложение порошковых образцов более 100 мг обычно приводит к однородному раствору, из которого могут быть взяты аликвоты для анализа, практически идентичные по составу, что обеспечивает высокую точность и повторяемость измерений [12]. Для неразрушающих методов, таких как, например, РФС или ИНАА, такая оценка представительной навески может оказаться заниженной. Поэтому экспериментальную оценку однородности для масс 0,1 и 0,5 г рассчитывали по данным АЭС-ИСП и РФС, соответственно. В табл. 2 показаны результаты оценки однородности распределения элементов в РМ ХСС-1 для этих методов анализов, где I – измеренная интенсивность аналитической линии элемента; S_n и V_n – погрешность неоднородности и коэффициент вариации элемента; γ_n – показатель выполнения критерия «ничтожной погрешности», m_d – минимальная представительная масса, требуемая для конкретного определения содержания аналита [13, 14]. Экспериментально показано, что аналитическая навеска 0,50 г однозначно будет представительной для всех элементов и при использовании любых аналитических методов (методик). Представительная масса 0,1 г может быть использована при определении всех протестированных элементов, кроме марганца. При использовании деструктивных методов, если аналитическая навеска будет менее 0,270 г, неоднородность вещества увеличит погрешность (неопределённость) определения марганца. Аналогичные расчёты представительной навески по данным метода АЭС-ИСП для ГСО ЛБ-1, Тр-1 и ЭК-1 показали возможность снижения аналитической навески до 0,10 г для всех элементов, кроме железа в ЛБ-1

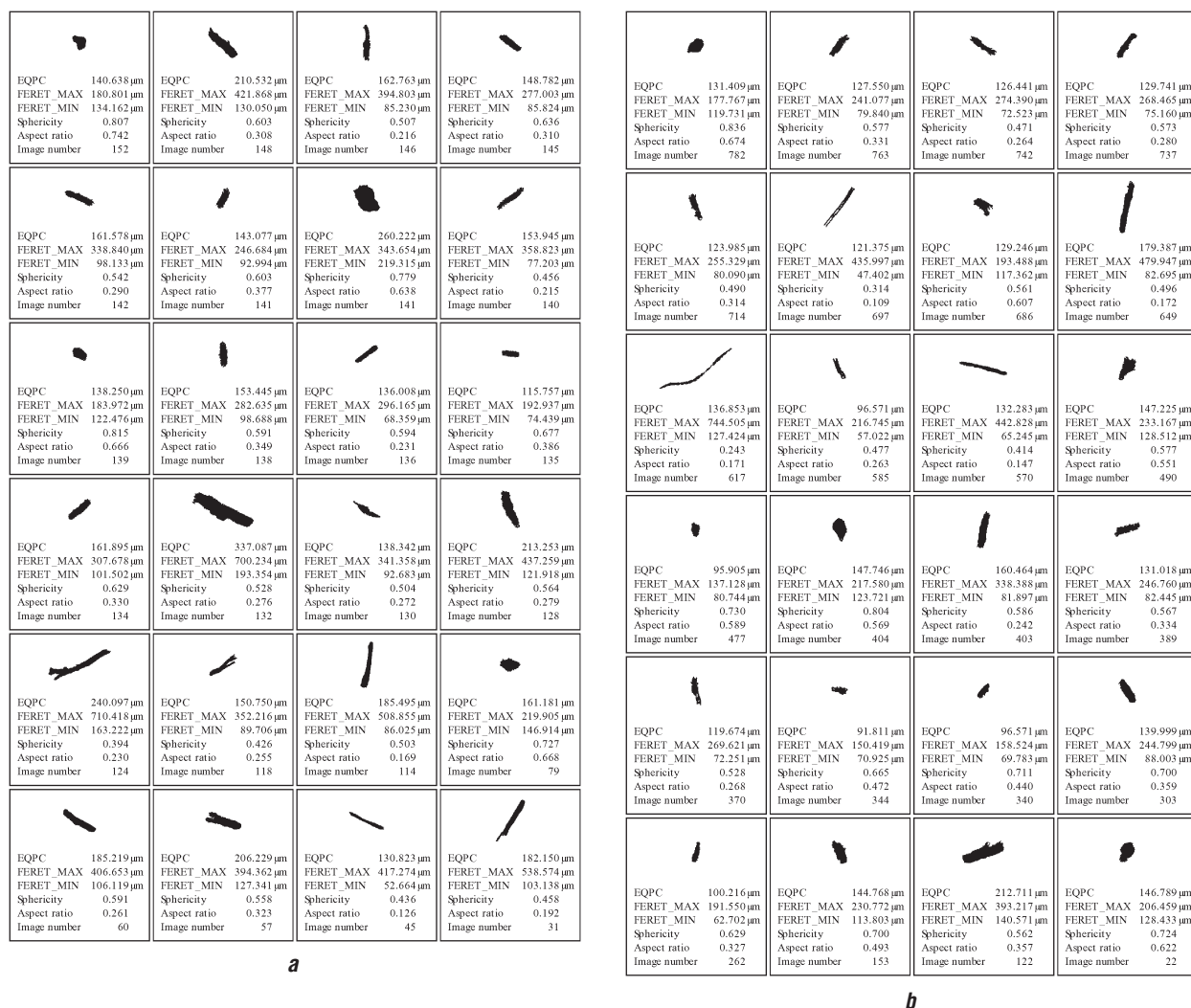


Рис. 2. Изображения некоторых характерных частиц из порошков СО: а) – ЛБ-1, б) – Тр-1; в) – ЭК-1 и д) – хвои сосны сибирской (анализатор Sympatec QICPIC & RODOS/L, Германия)

и кальция в ЭК-1, если метод анализ предусматривает переводение вещества в раствор.

Элементный состав растительных стандартных образцов

Аттестованные значения и погрешности аттестованных значений в растительных матричных референтных материалах были установлены способом межлабораторного эксперимента. В связи с высокими содержаниями органических соединений в каждом образце были охарактеризованы содержания кислорода, углерода, водорода, азота и указано их суммарное количество (табл. 3). При выполнении анализа было рекомендовано оперировать представительными массами.

В аттестационных исследованиях ЛБ-1 приняли участие 38 аналитических лабораторий (24 российских и 14 зарубежных) и выполнили измерения с применением 13 методов, основанных на разных физических и химических принципах. В межлабораторной аттестации Тр-1 использованы результаты 36 лабораторий (23 российских и 13 зарубежных) с применением 11 разных методов, ЭК-1–23 лабораторий (12 российских и 11 зарубежных) с применением 10 методов. Результаты для аттестации ХСС-1 по разным элементам представили от 3 до 20 российских и зарубежных лабораторий, выполненные 10 методами. Основное количество результатов было получено с использованием методов РФС, АЭС и МС-ИСП. Для оценки стабильности

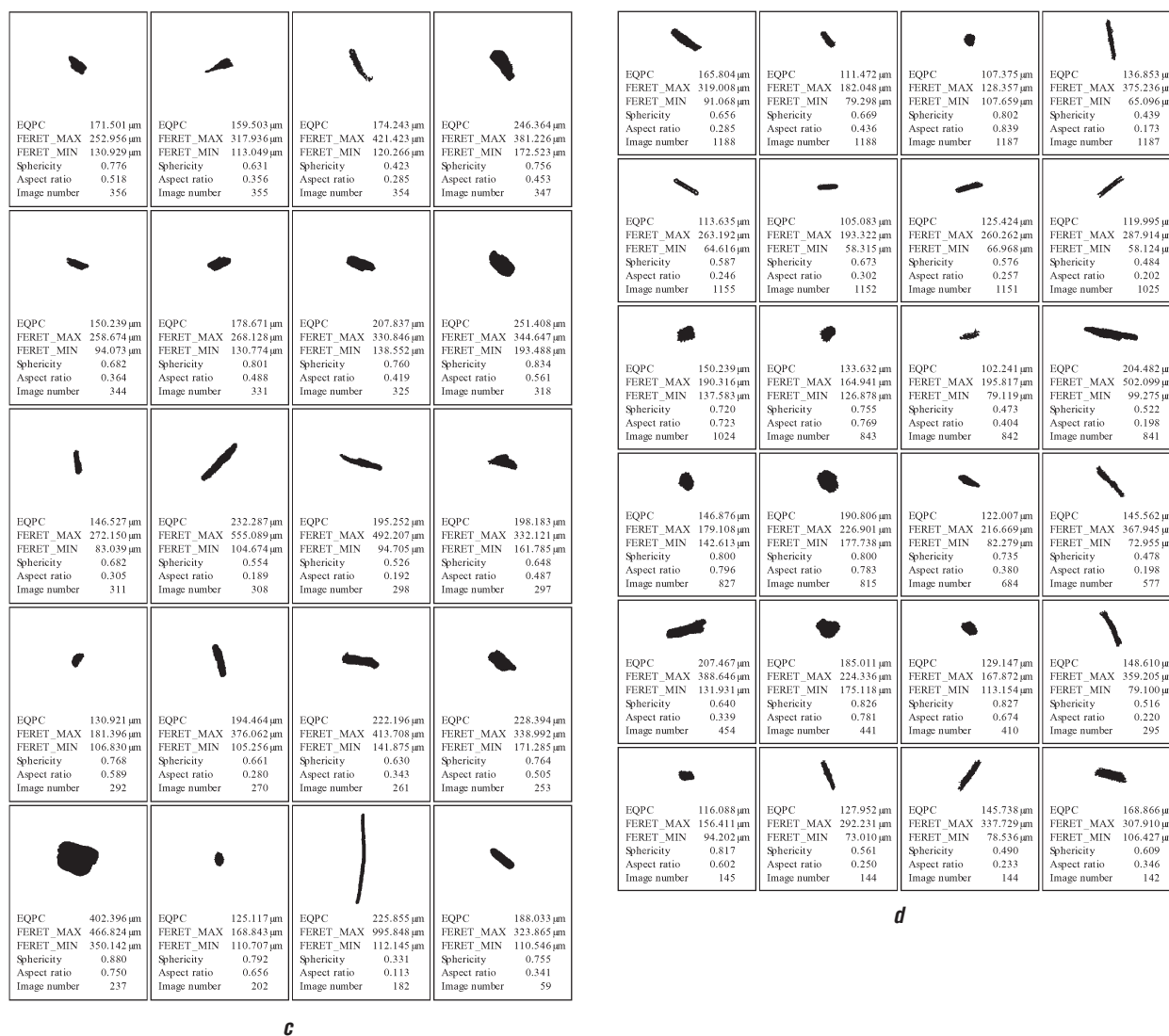


Fig. 2. Images of characteristic particles from RM powders: a) – LB-1, b) – Tr-1; c) – EK-1 and d) – Siberian pine needles (Sympatec QICPIC & RODOS/L analyzer, Germany)

материала ХСС были использованы только три метода АЭС-ИСП, МС-ИСП и РФС. Погрешность от стабильности (в течение 20 лет) не учитывали в погрешности аттестации СО. Расчеты средних содержаний элементов выполнены по ГОСТ 8.532-2002 и ISO Guide 35:2015. Установленные аттестованные характеристики содержания аналитов (А) соответствуют следующим требованиям ГОСТ 8.532-2002: N – количество результатов в выборке должно быть не менее 10; Δ_A – погрешность аттестованного значения должна быть меньше допустимой погрешности, установленной в техническом задании в соответствии с требованиями РМГ 76 и ОСТов Министерства природных ресурсов и экологии [15, 16, 17]. Однако ряд элементов из-за их

малых содержаний и недостаточного числа результатов не удалось надёжно оценить, поэтому для них указаны только информационные значения (табл. 4). Таким образом, в матричных СО из кластера «Растения» охарактеризованы содержания 64–66 элементов.

Достоверность аттестованных содержаний элементов в ГСО ЛБ-1, Тр-1 и ЭК-1 подтверждена при проведении сличительных испытаний с четырьмя CRMs состава листьев и ветвей кустарников, листьев тополя и чая GWB07602–07605 GSV-1÷4, которые были разработаны для обеспечения согласованности аналитических данных различных аналитических методов при выполнении «National-scale geochemical mapping project in China» [18]. В работе [19] мы предложили и подробно

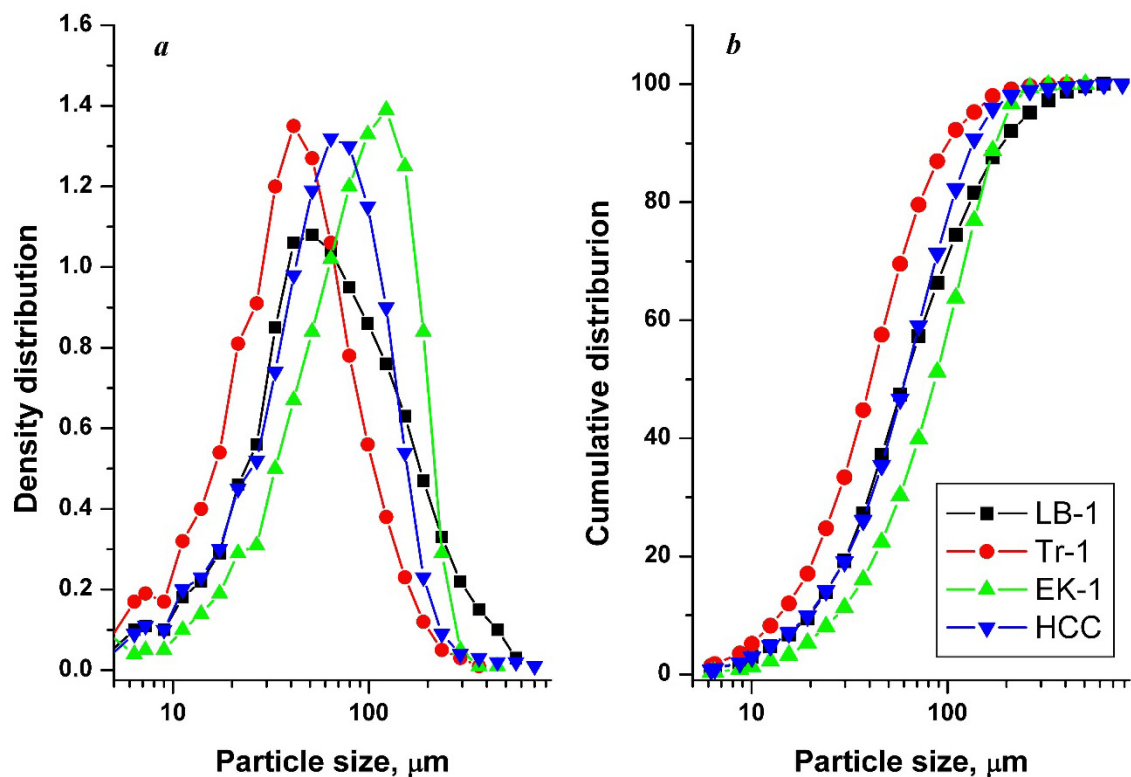


Рис. 3. Кривые интегрального и дифференциального распределений по размерам частиц

Fig. 3. Curves of integral and differential particle size distributions

Таблица 2. Результаты оценки однородности вещества ХСС-1

Table 2. Results of HSS-1 substance homogeneity estimation

Аналит	АЭС-ИСП					РФА				
	m=0.1 г					m=0.5 г				
	I	S _н , %	V _н , %	γ _н	w _д ≥(г)	I	S _н , %	V _н , %	γ _н	w _д ≥(г)
Si	0,14	0,031	0,22	<	0,100	0,61	0.0034	0.006	<	0.5
Al	0,015	0,00	0,13	<	0,100	0,25	0.0008	0.003	<	0.5
Mg	0,12	0,02	0,13	<	0,100	1,2	0.0056	0.005	<	0.5
Ca	0,31	0,05	0,16	<	0,100	31	0.099	0.003	<	0.5
Fe	0,036	0,01	0,15	<	0,100	21	0.067	0.003	<	0.5
Na	0,006	0,0019	0,31	<	0,100	Не определяли				
K	0,39	0,02	0,044	<	0,100	31	0.101	0.003	<	0.5
S	0,10	0,0021	0,020	<	0,100	4,6	0.0069	0.001	<	0.5
Ba	579	32	0,056	<	0,100	Не определяли				
Sr	7,2	1,37	0,19	<	0,100	1,8	0.012	0.007	<	0.5

Окончание табл. 2
End of Table 2

Аналит	АЭС-ИСП					РФА				
	m=0.1 г					m=0.5 г				
	I	Sn, %	Vn, %	γ_n	$w_d \geq (r)$	I	Sn, %	Vn, %	γ_n	$w_d \geq (r)$
Li	0,28	0,02	0,054	<	0,100	Не определяли				
P	0,15	0,01	0,048	<	0,100	1,6	0.0057	0.004	<	0.5
B	23	1,42	0,060	<	0,100	Не определяли				
Mn	175	20	0,11	>	0,270	4,9	0.019	0.004	<	0.5
Ti	8,5	1,02	0,12	<	0,100	0,88	0.029	0.032	<	0.5
Ni	1,9	0,09	0,045	<	0,100	0,25	0.0067	0.027	<	0.5
Co	20	1,47	0,074	<	0,100	Не определяли				
V	0,26	0,02	0,076	<	0,100	Не определяли				
Cr	3,0	0,35	0,12	<	0,100	0,16	0.0004	0.002	<	0.5
Sn	0,22	0,02	0,092	<	0,100	Не определяли				
Pb	0,4	0,06	0,14	<	0,100	Не определяли				
Cu	4,2	0,47	0,11	<	0,100	1,4	0.013	0.009	<	0.5
Zn	39	2,6	0,067	<	0,100	5,4	0.032	0.006	<	0.5
Cd	0,051	0,00	0,074	<	0,100	Не определяли				
Se	0,48	0,09	0,20	<	0,100	Не определяли				

Таблица 3. Макроэлементный состав вещества СО кластера «Растения»
Table 3. Macroelement composition of the substance from the cluster «Plants»

Образец	Массовая доля, %				
	C _{общ}	N	O	H	Σ
ЛБ-1	48,0	1,7	40,0	6,4	96,1
Тр-1	42,4	2,2	47,7	6,2	98,5
ЭК-1	35,5	2,3	52,1	5,4	95,3
ХСС-1	49,8	1,4	40,4	6,6	98,2

описали многомерную оценку степени согласованности ССО, основой которой является приём «стебель с листьями», рекомендованный Тьюки Дж. [20] для выполнения многомерного статистического анализа данных. Исследование продемонстрировало согласованность российских и китайских ССО. В настоящее время три ГСО из кластера «Растения» применяют для

валидации методик и контроля качества результатов анализа объектов растительного происхождения различными методами [21, 22].

Заключение

Кластер «Растения» в коллекции ИГХ СО РАН представлен четырьмя стандартными образцами:

Таблица 4. Содержания неорганических элементов в веществе растительных СО
Table 4. The content of inorganic elements in the substance of plant RMs

Element	Ед. изм.	ЛБ-1		Тр-1		ЭК-1		ХСС-1	
		A	±Δ	A	±Δ	A	±Δ	A	±Δ
Al	%	0,083	0,01	0,037	0,005	0,099	0,012	0,019	0,003
Ca	%	1,6	0,09	0,67	0,03	2,8	0,17	0,42	0,02
Cl	%	0,045	0,009	0,36	0,04	0,52	0,06	0,037	–
Fe	%	0,073	0,007	0,097	0,005	0,26	0,01	0,047	0,006
K	%	0,71	0,04	1,38	0,03	3,22	0,16	0,46	0,03
Mg	%	0,44	0,03	0,24	0,02	0,32	0,02	0,12	0,02
Na	%	0,018	0,003	0,075	0,006	0,68	0,05	0,0044	0,0004
P	%	0,154	0,006	0,22	0,01	0,24	0,03	0,14	0,02
S	%	0,10	0,02	0,18	0,02	0,34	0,05	0,091	0,010
Si	%	0,4	0,07	0,55	0,04	1,1	0,2	0,11	0,04
Ag	мг/кг					0,017	–	0,024	–
As	мг/кг	0,23	0,03	0,16	0,02	0,76	0,12	0,2	–
B	мг/кг	0,005	0,001	11,2	1,2	33	10	13	3
Ba	мг/кг	0,023	0,002	16,1	1,2	78	7	4,8	0,4
Be	мг/кг	0,05	–	0,014	–	0,07	–	0,01	–
Bi	мг/кг					0,023	–	0,0045	–
Br	мг/кг	3,2	0,4	9	1	32,6	2	1,2	–
Cd	мг/кг	0,16	0,03	0,051	0,011	0,1	0,02	0,036	–
Ce	мг/кг	1,5	0,12	0,5	0,05	3,4	0,3	0,17	0,01
Co	мг/кг	0,79	0,06	0,22	0,02	1,5	0,1	0,17	0,02
Cr	мг/кг	4,3	0,7	5,5	0,4	5,1	0,5	3,6	0,3
Cs	мг/кг	0,085	0,008	0,058	0,008	0,108	0,008	0,019	0,003
Cu	мг/кг	7,3	0,6	6,3	0,6	11,2	0,4	3,8	0,2
Dy	мг/кг	0,12	0,01	0,04	–	0,36	0,13	0,013	–
Er	мг/кг	0,07	0,01	0,017	–	0,13	0,02	0,0071	–
Eu	мг/кг	0,026	0,005	0,0095	0,0014	0,047	0,008	0,0029	–
Ga	мг/кг	0,48	0,08	0,16	0,02	0,4	–	0,085	–
Gd	мг/кг	0,15	0,04	0,05	–	0,35	0,08	0,016	–
Ge	мг/кг	0,09	0,02	0,04	–	0,07	–	0,013	–

Продолжение табл. 4
Continuation of Tabl. 4

Element	Ед. изм.	ЛБ-1		Тр-1		ЭК-1		ХСС-1	
		A	±Δ	A	±Δ	A	±Δ	A	±Δ
Hf	мг/кг	0,06	0,01	0,04	0,02	0,08	–	0,01	–
Hg	мг/кг	0,037	0,006	0,015	–	0,03	–	0,018	–
Ho	мг/кг	0,026	0,003	0,007	–	0,047	0,008	0,0025	–
La	мг/кг	0,82	0,09	0,26	0,09	2,05	0,14	0,085	0,012
Li	мг/кг	0,73	0,09	0,55	0,09	1,44	0,18	0,21	0,02
Lu	мг/кг	0,011	0,001	0,0029	–	0,019	0,003	0,001	–
Mn	мг/кг	930	70	50,9	2,1	520	30	215	12
Mo	мг/кг	0,16	0,06	0,25	0,02	1,2	–	0,12	0,02
Nb	мг/кг	0,2	0,03	0,082	–			0,037	–
Nd	мг/кг	0,69	0,06	0,22	0,02	1,59	0,17	0,072	0,013
Ni	мг/кг	5,8	0,8	3,2	0,3	3,7	0,4	2	0,1
Pb	мг/кг	3,7	0,5	0,42	0,06	1,1	0,1	0,38	0,05
Pr	мг/кг	0,19	0,02	0,06	0,009	0,42	–	0,021	–
Rb	мг/кг	13,7	0,9	15,7	0,4	3,5	0,3	2,3	0,2
Sb	мг/кг	0,057	0,011	0,019	0,005	0,08	0,02	0,041	0,007
Sc	мг/кг	0,3	0,04	0,082	0,008	0,38	0,02	0,033	0,004
Se	мг/кг	0,5	–	0,0004	–	0,3	–	0,04	–
Sm	мг/кг	0,132	0,015	0,041	0,003	0,31	0,03	0,015	–
Sn	мг/кг	0,19	0,09	0,09	–	0,12	–	0,15	0,02
Sr	мг/кг	72	7	28	0,9	174	9	11	1
Ta	мг/кг	0,02	–	0,008	–	0,017	0,004	0,012	–
Tb	мг/кг	0,022	0,003	0,01	–	0,041	0,005	0,002	–
Th	мг/кг	0,22	0,03	0,055	0,005	0,4	0,03	0,025	–
Ti	мг/кг	59	12	33,3	5,3	77	14	11	3
Tl	мг/кг	0,023	0,005	0,011	0,002	0,02	–	0,0076	–
Tm	мг/кг	0,011	0,003	0,003	–	0,021	0,007	0,001	–
U	мг/кг	0,082	0,012	0,017	0,002	1,4	0,1	0,093	–
V	мг/кг	2,1	0,4	0,61	0,09	3,8	0,4	0,27	0,04
W	мг/кг	0,3	0,03	0,08	–			0,0556	–

Окончание табл. 4
End of Table 4

Element	Ед. изм.	ЛБ-1		Тр-1		ЭК-1		ХСС-1	
		A	±Δ	A	±Δ	A	±Δ	A	±Δ
Y	мг/кг	0,69	0,06	0,16	0,02	1,3	–	0,067	0,005
Yb	мг/кг	0,074	0,007	0,018	0,002	0,074	0,006	0,006	0,002
Zn	мг/кг	94	6	23,6	1,1	20,6	1,4	45	3
Zr	мг/кг	5,5	1,6	0,9	–	2,6	–	0,46	0,07

Примечание. А – аттестованное значение СО. Пустые клетки – содержание элемента неохарактеризовано, курсивом отмечены рекомендуемые и информационные характеристики.

состава листа берёзы (ЛБ-1) ГСО 8923–2007 / COOMET CRM 0067–2008-RU (*Birch leaf* – LB-1), CRM–состава травосмесь (Тр-1) ГСО 8922–2007 / COOMET CRM 0066–2008-RU (*Mixture of meadow herbs* – Tr-1), состава элодеи канадской (ЭК-1) ГСО 8921–2007 / COOMET CRM 0065–2009-RU (*Canadian pond weed* – EK-1), PM состава хвои сосны сибирской (ХСС-1) (*Pinus Sylvestris* – HSS-1). Эти растения являются чувствительными индикаторами загрязнения природных наземных и водных экосистем. Сбор материала для RMs выполнен на территориях с минимальной антропогенной нагрузкой.

Характерные свойства материала, такие как гранулометрический состав (форма, размеры и распределение частиц по крупности), однородность и минимальная представительная масса, стабильность порошков в условиях естественного старения изучены с привлечением современных приборов и методов химического анализа. Составы матричных растительных образцов представлены содержаниями более 60 элементов, из которых от 23 до 41 аттестованы.

Разработанные СО растений предназначены для выполнения химических измерений при валидации существующих и разработке новых методик анализа, контроля качества результатов измерений и оценивании прослеживаемости результатов, а также профессионального тестирования лабораторий геологических, сельскохозяйственных и фармацевтических организаций.

Таким образом, применение матричных растительных СО кластера «Растения» коллекции референтных

материалов ИГХ СО РАН обеспечивает точность результатов определения широкого списка элементов различными аналитическими методами. Международные растительные СО других производителей малодоступны для испытательных лабораторий России и, согласно национальному законодательству, не могут быть применены без дополнительных административных процедур.

Благодарности

Исследования проведены в рамках выполнения государственного задания по Проектам IX.127.1.4. «Эколого-геохимические преобразования экосистем Восточной Сибири под воздействием природных и техногенных факторов» № 0350-2019-0005, № 0284-2021-0005 «Развитие методов исследования химического состава и структурного состояния природных и техногенных сред в науках о Земле» и Договора о сотрудничестве между ИГХ СО РАН и ООО «Симпатек».

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.).

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. Каталог стандартных образцов состава природных и техногенных сред // ИГХ СО РАН [сайт]. URL: <http://www.igc.irk.ru/images/Innovation/Standarts-obr/2015/Catalog.pdf>
2. Новый многоэлементный стандартный образец состава хвои сосны / Е. В. Шабанова [и др.] // В книге: Сборник тез. докл. III международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях». Екатеринбург, 11–14 сентября 2018. УНИИМ. 2018. Ч. RU. С. 185–186.
3. ISO Guide 33:2015 Reference materials. Good practice in using reference materials. Geneva: BSI. 2015.

4. ГОСТ 8.531-2002 Стандартные образцы твердых и дисперсных материалов. Способы оценивания гомогенности. М. : Стандартинформ, 2003.
5. ГОСТ 8.532-2002. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержание и порядок проведения работ. М. : Стандартинформ, 2002.
6. ГОСТ Р 8.694-2010. Стандартные образцы материалов (веществ). Общие статистические принципы определения метрологических характеристик (Руководство ИСО 35:2006). М. : Стандартинформ, 2012.
7. ГОСТ ISO Guide 35–2015. Стандартные образцы. Общие и статистические принципы сертификации (аттестации). М. : Стандартинформ, 2016.
8. Trends in developments of certified reference materials for chemical analysis – Focus on food, water, soil, and sediment matrices / I. R. B. Olivares [et al.] // Trends in Analytical Chemistry. 2018. Vol. 100. № 3. P. 53–64. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2017.12.013>
9. ГОСТ ISO/IEC17025–2019. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М. : Стандартинформ, 2020.
10. Р 50.2.031-2003. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Методика оценивания характеристики стабильности. М. : ИПК Издательство стандартов, 2004.
11. Гуничева Т. Н., Васильева И. Е. Изучение распределения элементов в образце стандартного образца состава мышечной ткани байкальского окуня (БОк-2) методом РСФА // Методы и объекты химического анализа. 2012. Т. 7. № 3. С. 132–137.
12. Rossbach M., Zeiller E. Assessment of element-specific homogeneity in reference materials using microanalytical techniques // Analytical and Bioanalytical Chemistry. 2003. Vol. 377. № 2. P. 334–339. <https://doi.org/10.1007/s00216-003-2043-6>
13. Надёжность анализа горных пород (факты, проблемы, решения) / В. Г. Хитров [и др.]. М. : Наука; 1985. 303 с.
14. Ingamells C. O., Switzer P. A proposed sampling constant for use in geochemical analysis // Talanta. 1973. Vol. 20. № 6. P. 547–568. [https://doi.org/10.1016/0039-9140\(73\)80135-3](https://doi.org/10.1016/0039-9140(73)80135-3)
15. РМГ 76–2014. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа. М. : Стандартинформ, 2014.
16. МПРиЭ РФ ОСТ 41-08-265-2004. Внутренний лабораторный контроль точности (правильности и прецизионности) результатов количественного химического анализа. М. : ВИМС, 2004.
17. МПРиЭ РФ ОСТ 41-08-212-2004. Нормы погрешности при определении химического состава минерального сырья и классификация методик лабораторного анализа по точности результатов. М. : ВИМС, 2004.
18. Yan M., Cheng Z. Study and application of geochemical reference materials in the Institute of Geophysical and Geochemical Exploration (IGGE), China // Geostandards and Geoanalytical Research. 2007. Vol. 31. № 4. P. 301–309. <https://doi.org/10.1111/j.1751-908X.2007.00133.x>
19. Васильева И. Е., Шабанова Е. В., Суслопарова В. Е., Манохина С. Н. Оценивание согласованности китайских и российских стандартных образцов растений по данным масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Стандартные образцы. 2014;(3):24–32.
20. Tukey J. W. Exploratory data analysis. Exploring Data Analysis. Pearson; 1977. 712 p.
21. Васильева И. Е., Шабанова Е. В. Определение микроэлементов в растениях методом дуговой атомно-эмиссионной спектроскопии // Аналитика и контроль. 2019. Т. 23. № 3. С. 298–313. <http://dx.doi.org/10.15826/analitika.2019.23.3.011>
22. Zaksas N. P. Solid sampling in analysis of various plants using two-jet plasma atomic emission spectrometry // Applied Spectroscopy. 2019. Vol. 73. № 8. P. 870–878. <https://doi.org/10.1177/0003702819845935>

REFERENCES

1. Catalogue of certified reference materials of natural and man-made media compositions from A. P. Vinogradov Institute of Geochemistry SB RAS. Available at: http://www.igc.irk.ru/images/Innovation/Standarts-obr/CATALOGUE_OF_CRMs_IGC_SB_RAS_-2017.pdf
2. Shabanova E. V., Vasil'eva I. E., Zak A. A., Mustafina O. K. A new multielement reference material for composition of pine needles. In: Proceedings Third International Scientific Conference «Reference Materials in Measurement and Technology». Ekaterinburg, 11–14 September 2018. UNIIM Publ., 2018, Vol. En, 146–147 pp.
3. ISO Guide 33:2015. Reference materials. Good practice in using reference materials. Geneva: BSI; 2015.
4. GOST 8.531-2002 Reference materials of composition of solid and disperse materials. Ways of homogeneity assessment. Moscow: Standartinform; 2003. (In Russ.)
5. GOST 8.532-2002. Certified reference materials of composition of substances and materials. Interlaboratory metrological certification. Content and order of works. Moscow: Standartinform; 2002. (In Russ.)
6. GOST R8.694-2010. Standard reference materials (substances). General statistical principles of determination of metrological characteristics (MOD ISO Guide 35:2006. Reference materials – General statistical principles of certification). Moscow: Standartinform; 2012. (In Russ.)
7. GOST ISO Guide 35–2015 Reference materials – General and statistical principles of certification. Moscow: Standartinform; 2016. (In Russ.)
8. Olivares I. R. B., Souza G. B., Nogueira A. R. A., Toledo G. T. K., Marcki D. C. Trends in developments of certified reference materials for chemical analysis – Focus on food, water, soil, and sediment matrices. Trends in analytical chemistry. 2018;100(3):53–64. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2017.12.013>

9. GOST ISO/IEC17025–2019. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. Moscow: Standartinform; 2020. (In Russ.)
10. R50.2.031-2003. Certified reference materials of composition of substances and materials. Ways of stability characteristics assessment. Moscow: Izdatelstvo Standartov; 2004. (In Russ.)
11. Gunicheva T. N., Vasileva I. E. Studying distribution of some elements in certified reference material of composition of Baikal perch muscle tissues B0k-2 by X-ray fluorescence method. *Methods and objects of chemical analysis*. 2012;7(3):132–137. (In Russ.).
12. Roszbach M., Zeiller E. Assessment of element-specific homogeneity in reference materials using microanalytical techniques. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*. 2003;377(2):334–339. <https://doi.org/10.1007/s00216-003-2043-6>
13. Khitrov V. G., Belousov G. E., Bozhevolnova N. A., Galuzina A. I., Dobronichenko V. V., Zemtsova L. S., Kopylova L. F., Semenov B. P. Reliability of rock analysis (facts, problems, solutions). Moscow: Nauka Publ.; 1985. 303 p. (In Russ.)
14. Ingamells C. O., Switzer P. A proposed sampling constant for use in geochemical analysis. *Talanta*. 1973;20(6):547–568. [https://doi.org/10.1016/0039-9140\(73\)80135-3](https://doi.org/10.1016/0039-9140(73)80135-3)
15. RMG 76–2014 Internal control of quantitative chemical analysis result's accuracy. Moscow: Standartinform; 2014. (In Russ.).
16. MPR&E RF OST 41-08-265-2004. Statistical control of the accuracy (correctness and precision) of the results of quantitative chemical analysis. Moscow: VIMS; 2004. (In Russ.).
17. MPR&E RF OST 41-08-212-2010. Standards of error in determining the chemical composition of mineral raw materials and classification of methods of analysis according to the accuracy of the results. Moscow: VIMS; 2004. (In Russ.).
18. Yan M., Cheng Z. Study and application of geochemical reference materials in the Institute of Geophysical and Geochemical Exploration (IGGE), China. *Geostandards and Geoanalytical Research*. 2007;31(4):301–309. <https://doi.org/10.1111/j.1751-908X.2007.00133.x>
19. Vasilyeva I. E., Shabanova E. V., Susloparova V. E., Manokhina S. N. Assessing extent-of-equivalence of Chinese and Russian certified reference materials of plants using data of mass spectrometry with inductively coupled plasma. *Measurement standards. Reference materials*. 2014;(3):24–32. (In Russ.).
20. Tukey J. W. *Exploratory data analysis*. Exploring Data Analysis. Pearson; 1977. 712 p.
21. Vasil'eva I. E., Shabanova E. V. Determination of trace elements in plants using the direct current arc atomic-emission spectrometry. *Analytics and Control*. 2019;23(3):298–313. (In Russ.). <http://dx.doi.org/10.15826/analitika.2019.23.3.011>
22. Zaksas N. P. Solid sampling in analysis of various plants using two-jet plasma atomic emission spectrometry. *Applied Spectroscopy*. 2019;73(8):870–878. <https://doi.org/10.1177/0003702819845935>

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Елена Владимировна Шабанова – док. физ.-мат. наук, старший научный сотрудник, руководитель группы атомно-эмиссионных методов анализа и стандартных образцов ФГБУН Институт геохимии им. А. П. Виноградова Сибирского отделения Российской академии наук (ИГХ СО РАН). Российская Федерация, 664033, г. Иркутск, ул. Фаворского, д. 1А
 Researcher ID: E-4333–2013
 ORCID 0000–0002–6444–612X
 E-mail: shev@igc.irk.ru

Ирина Евгеньевна Васильева – док. тех. наук, главный научный сотрудник группы атомно-эмиссионных методов анализа и стандартных образцов ФГБУН Институт геохимии им. А. П. Виноградова Сибирского отделения Российской академии наук (ИГХ СО РАН). Российская Федерация, 664033, г. Иркутск, ул. Фаворского, д. 1А
 e-mail: vasira@igc.irk.ru
 Researcher ID: E-7873–2013
 ORCID 0000–0001–6315–083X

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Elena V. Shabanova – D. Sc. (Phys. and Mat.), senior researcher, the head group of atomic emission analysis methods and reference materials in A. P. Vinogradov Institute of geochemistry, Siberian branch of Russian academy of sciences (IGC SB RAS). 1A Favorsky str., Irkutsk, 664033, Russian Federation
 Researcher ID: E-4333–2013
 ORCID 0000–0002–6444–612X
 E-mail: shev@igc.irk.ru

Irina E. Vasil'eva – D. Sc. (Eng.), Chief researcher, group of atomic emission analysis methods and reference materials in A. P. Vinogradov Institute of geochemistry, Siberian branch of Russian academy of sciences (IGC SB RAS). 1A Favorsky str., Irkutsk, 664033, Russian Federation
 e-mail: vasira@igc.irk.ru
 Researcher ID: E-7873–2013
 ORCID 0000–0001–6315–083X

Дмитрий Сергеевич Таусенев – директор представительства в РФ ООО «СимпатеК».
620142, Россия, г. Екатеринбург, ул. 8 Марта, 51, БЦ «Саммит», оф. 505-А
e-mail: russia@sympatec.com

Stefanie Scherbarth – заведующий лабораторией, Sympatec GmbH
38678, Германия, г. Клаусталь-Целлерфельд, ул. Ам Пульверхаус, 1
e-mail: lab@sympatec.com

Uwe Pierau – Руководитель лаборатории Sympatec GmbH.
38678, Германия, г. Клаусталь-Целлерфельд, ул. Ам Пульверхаус, 1
e-mail: lab@sympatec.com

Dmitrii S. Tausenev – Director of Sympatec representative office in Russian Federation
51 8th Marta str., Ekaterinburg,
620142, Russian Federation
e-mail: russia@sympatec.com

Stefanie Scherbarth – Head of laboratory, Sympatec GmbH
1 Am Pulverhaus, Clausthal-Zellerfeld,
38678, Deutschland
e-mail: lab@sympatec.com

Uwe Pierau – Head of laboratory Sympatec GmbH.
1 Am Pulverhaus, Clausthal-Zellerfeld,
38678, Deutschland
e-mail: lab@sympatec.com

О ВЫБОРЕ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА НОВЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ВЯЗКОСТИ ЖИДКОСТИ, АТТЕСТУЕМЫХ В ИНТЕРВАЛЕ ДОПУСКАЕМЫХ ЗНАЧЕНИЙ ТЕМПЕРАТУРЫ ОТ -40°C ДО -5°C

© А. А. Неклюдова, А. А. Демьянов

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

Поступила в редакцию – 30 апреля 2021 г., после доработки – 17 мая 2021 г.

Принята к публикации – 20 июля 2021 г.

В статье представлены результаты исследований, направленных на выбор материалов для производства новых типов стандартных образцов, которые предназначены для поверки, калибровки и испытаний в целях утверждения типа средств измерений вязкости жидкостей, а также аттестации методик измерений вязкости жидких сред при температурах ниже 0°C .

Разработанные стандартные образцы аттестуют в интервале допускаемых значений температуры от -40°C до -5°C , что позволяет метрологически обеспечить большую номенклатуру современных средств измерений вязкости жидкостей, таких как вискозиметры стеклянные капиллярные, вискозиметры ротационные, реометры и т. д.

Ключевые слова: стандартные образцы утвержденных типов, динамическая вязкость, температура, прослеживаемость, обеспечение единства измерений

Ссылка при цитировании:

Неклюдова А. А., Демьянов А. А. О выборе материалов для производства новых типов стандартных образцов вязкости жидкости, аттестуемых в интервале допускаемых значений температуры от -40°C до -5°C // Эталоны. Стандартные образцы. 2021. Т. 17. № 3. С. 63–71. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-3-63-71>

For citation:

Neklyudova A. A., Demyanov A. A. The choice of materials for production of new reference materials of liquid viscosity certified in the interval of allowed temperature values from -40°C to -5°C . *Measurement standards. Reference materials*. 2021;17(3):63–71. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-3-63-71> (In Russ.).

THE CHOICE OF MATERIALS FOR THE PRODUCTION OF NEW REFERENCE MATERIALS OF LIQUID VISCOSITY CERTIFIED IN THE INTERVAL OF ALLOWED TEMPERATURE VALUES FROM -40°C TO -5°C

© Anastasiya A. Neklyudova, Aleksey A. Demyanov

D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), Saint Petersburg, Russia
ResearcherID O-3887-2018, e-mail: A. A. Tsurko@vniim.ru

Received – 20 April, 2021. Revised – 17 May, 2021.

Accepted for publication – 20 July, 2021

The article presents the results of research aimed at the selection of materials for the production of new reference materials intended for verification, calibration, and testing for type approval of means of measuring the viscosity of liquids, as well as certification of methods for measuring the viscosity of liquid media at temperatures below 0°C . The developed reference materials are certified in the interval of allowed temperature values from -40°C to -5°C . This allows providing a wide range of modern methods for measuring the viscosity of liquids such as glass capillary viscometers, rotational viscometers, rheometers, etc.

Key words: reference materials of approved types, dynamic viscosity, temperature, traceability, ensuring the uniformity of measurements

Введение

Нефтяная промышленность играет большую роль в экономике любой страны, в том числе и Российской Федерации. В настоящее время в России функционирует 32 крупных нефтеперерабатывающих завода (НПЗ) [1] с объемами переработки более одного миллиона тонн в год и значительное количество малых нефтеперерабатывающих заводов. По общей мощности российская нефтеперерабатывающая промышленность занимает третье место в мире, уступая США и Китаю [2].

В пятерку крупнейших нефтеперерабатывающих компаний России входят ПАО «Газпром-нефть», ОАО «Сургутнефтегаз», ПАО «Роснефть», ПАО «Нефтяная компания «Лукойл», ПАО АНК «Башнефть» [3].

В соответствии с Государственной программой «Развитие энергетики» [4] на период с 2013 по 2024 гг. запланировано повышение глубины переработки нефти и увеличение выпуска топлива, соответствующего техническим регламентам, а также строительство, модернизация и реконструкция нефтеперерабатывающих предприятий.

Все эти мероприятия должны обеспечить не только увеличение количества производимых нефтепродуктов,

снижение неэффективной переработки сырья, но и повысить качество производимой продукции.

К основным продуктам, производимым НПЗ, относятся бензины, керосины, авиационное и ракетное топливо, мазуты, дизельные топлива, масла, смазки, битумы, нефтяной кокс и т. д.

При оценке качества нефтепродуктов широкое распространение наряду с такими параметрами, как плотность и фракционный состав, получил коэффициент вязкости. В свою очередь, от точности определения данного коэффициента зависит правильность принимаемого решения при технологическом контроле качества выпускаемой продукции. Наибольшее влияние на точность измерений оказывают применяемые средства измерений (СИ), методики измерений (МИ) и квалификация оператора.

На сегодняшний день существует огромное количество СИ вязкости, которые применяются в нефтеперерабатывающей промышленности, относящейся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений. Таким образом, в силу Федерального закона от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений», данные СИ должны проходить первичную и периодическую поверку [5].

Поверка СИ вязкости, в соответствии с документом «Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений вязкости жидкостей», утвержденным приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 05.11.2019 № 2622 [6], должна осуществляться с применением рабочих эталонов второго разряда, представляющих собой стандартные образцы (СО) вязкости жидкости, либо методом непосредственного сличения с использованием градуировочных жидкостей (компараторов).

Потребность в большой номенклатуре СО вязкости жидкости определялась многообразием типов СИ в области вискозиметрии, так как существовала проблема метрологического обеспечения СИ, позволяющих определять вязкость жидкостей в диапазоне значений температуры от $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$. Данные СИ, как правило, применяются при контроле качества моторных масел и смазок, что подразумевает проведение поверок этих СИ с применением СО.

Таким образом, разработка стабильных и однородных СО вязкости жидкости, аттестуемых в интервале допускаемых значений температуры от $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$, являлась актуальной задачей.

Материалы и методы

Разработка и исследование стандартных образцов

Разработка СО вязкости жидкости, аттестуемых в интервале допускаемых значений температуры от $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$, проводилась в рамках совершенствования ГЭТ 17–96¹.

Разработка СО включала шесть этапов:

- на первом этапе производили сбор и анализ исходной информации, составляли техническое задание (ТЗ) на разработку СО, проводили его метрологическую экспертизу и утверждение;
- на втором этапе производили выбор исходных материалов, способов приготовления СО, способов описания их характеристик, маркировки, хранения и транспортировки, разработку схемы метрологической прослеживаемости;
- третий этап включал подготовительные работы: калибровку, поверку и проверку пригодности оборудования; обеспечение необходимых условий в помещениях для производства СО, разработку, оценку пригодности (валидацию, аттестацию) методик измерений; обучение персонала;

– на четвертом этапе изготавливали опытные экземпляры (партию) СО, выполняли измерения для установления (приписывания) значений характеристик СО;

– на пятом этапе оценивали однородность, стабильность СО, неопределенность аттестованных значений СО;

– на шестом этапе оформляли документы на разработанные СО.

При отборе исходных материалов для разработки СО вязкости жидкости ранее авторами было проведено исследование однородности моторного масла Mobil 1 10W-60 (Mobil passenger-vehicle-lube, Russia) как отрицательного примера по применению подобных материалов при производстве стандартных образцов вязкости жидкости.

При проведении исследований однородности материала образца моторного масла Mobil 1 10W-60 применялся капиллярный метод измерений. Представительная проба материала моторного масла отбиралась из $\frac{1}{2}$ верхней части флакона, а также из $\frac{1}{2}$ нижней части флакона, как показано на рис. 1.



Рис. 1. Схема отбора представительной пробы моторного масла Mobil 1 10W-60

Fig. 1. Mobil 1 10W-60 Engine Oil Representative Sampling Scheme

Результаты измерений кинематической вязкости моторного масла Mobil 1 10W-60 при температуре $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ с применением капиллярного метода измерений приведены в табл. 1.

Из табл. 1 видно, что относительное выборочное стандартное отклонение среднего арифметического, полученного при проведении данного эксперимента, достигает 0,4 %, что является довольно большим значением, так как при проведении измерений вязкости однородных жидкостей с применением капиллярного метода измерений и рабочих эталонов 1 разряда, данный параметр обычно не превышает 0,1 % [6].

¹ ГЭТ 17–96 Государственный первичный эталон единицы кинематической вязкости жидкости // Федер. информац. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/947620>

Таблица. 1 Результаты измерений кинематической вязкости моторного масла Mobil 1 10W-60
Table. 1 The measurement results of kinematic viscosity of Mobil 1 10W-60 Engine Oil

Параметры	Номер пробы	
	1	2
Среднее измеренное значение времени истечения, с	157,62	159,78
Относительное выборочное стандартное отклонение среднего арифметического, %	0,2	0,4
Кинематическая вязкость моторного масла при $T = -30\text{ }^{\circ}\text{C}$	8262,8	8029,5
Сходимость, %	1,4	

Сходимость полученных результатов кинематической вязкости моторного масла между пробой № 1 и № 2, отобранных из одного экземпляра, составила 1,4 %, что также свидетельствует о том, что данный материал удовлетворяет требованиям к качеству моторных масел данного класса, но и подтверждает то, что его нельзя применять в качестве материала СО ввиду его существенной неоднородности [7].

О непригодности применения моторного масла в качестве материала стандартного образца свидетельствуют также и другие экспериментальные результаты.

При исследовании динамической вязкости образца, произведенного на основе моторного масла TNK Revolut D2 10W-40 (Роснефть, Россия), ротационным методом при температуре $T = (-25,00 \pm 0,05)\text{ }^{\circ}\text{C}$ на реометре Physica MCR301 (Anton Paar GmbH, Германия)², были проведены эксперименты, направленные на установление повторяемости измеренных значений

² Реометры Physica MCR // Федер. информац. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4> (дата обращения: 24.04.2021).

динамической вязкости моторного масла TNK 10W-40 при скорости сдвига $38,6\text{ с}^{-1}$ и пяти загрузках материала образца (пять серий измерений с 15 наблюдениями) в измерительную систему одним оператором, на одном и том же средстве измерений. Результаты исследования представлены в табл. 2 и на рис. 2.

При проведении исследований также было установлено, что данное моторное масло, содержащее пакет присадок, является неньютоновской жидкостью [8], т. е. имеется зависимость динамической вязкости моторного масла TNK 10W-40 от скорости сдвига.

На рис. 3 приведена зависимость динамической вязкости TNK 10W-40 от скорости сдвига в интервале от 0 мин^{-1} до 60 мин^{-1} .

Согласно паспортам качества готовые к применению моторные масла содержат механические примеси, массовая доля которых может достигать 0,015 %, что также может повлиять на качество стандартного образца вязкости, произведенного из такого материала.

Таким образом, сделан вывод о том, что применение готовых моторных масел является неприемлемым

Таблица. 2 Результаты измерений динамической вязкости образца на основе моторного масла TNK 10W-40 при температуре $T = (-25,00 \pm 0,05)\text{ }^{\circ}\text{C}$

Table. 2 The measurement results of dynamic viscosity of the material based on TNK 10W-40 Engine Oil at the temperature $T = (-25,00 \pm 0,05)\text{ }^{\circ}\text{C}$

Номер серии измерений	Среднее измеренное значение динамической вязкости, мПа·с	Скорость вращения измерительного ротора, мин ⁻¹	Скорость сдвига, с ⁻¹	Относительная повторяемость средних измеренных значений динамической вязкости, %
1	11170	30,0	38,6	—
2	11240			+ 0,6
3	11370			+ 1,8
4	11350			+ 1,6
5	11300			+ 1,2

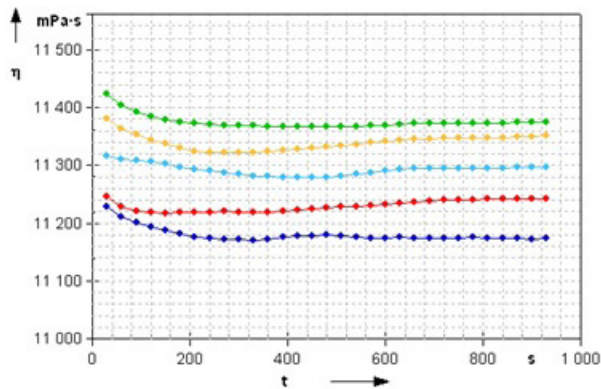


Рис. 2. Повторяемость измеренных значений динамической вязкости образца, произведенного на основе моторного масла ТНК при постоянной скорости сдвига

Fig. 2. The repeatability of the measured values of dynamic viscosity of the material produced based on TNK Engine Oil at a constant shear rate

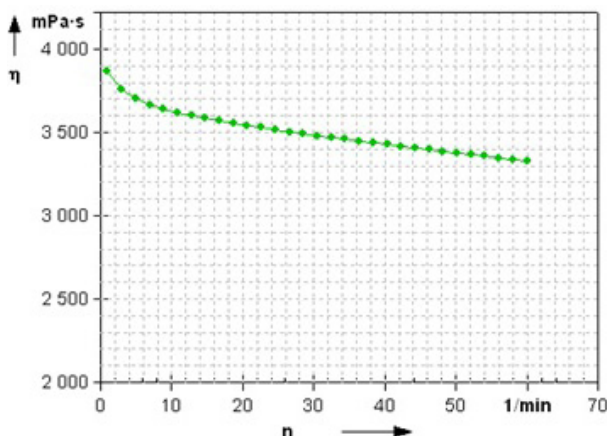


Рис. 3. Зависимость динамической вязкости образца на основе моторного масла ТНК 10W-40 от скорости сдвига

Fig. 3. The dependence of dynamic viscosity of the material based on TNK 10W-40 Engine Oil on shear rate

вариантом для производства СО вязкости жидкости, так как содержащиеся в масле присадки негативно влияют на стабильность и однородность такого материала, к тому же такие масла являются неньютоновскими жидкостями, что влечет за собой необходимость четкой фиксации в эксперименте скорости сдвига.

С целью выявления наиболее стабильных и однородных материалов, пригодных для производства СО вязкости, был произведен анализ современных базовых масел, свободных от присадок и механических примесей.

Для проведения исследований были отобраны синтетические и минеральные моторные масла, а также смеси последних.

Для производства низкотемпературных СО были отобраны базовые синтетические моторные масла 4 группы – полиальфаолефины.

Ведущими производителями полиальфаолефинов в мире являются: Idemitsu Kosan Co. – Lenealene, Япония; Exxon Mobil – SpectraSyn, США и Франция; INEOS – Durasyn, США и Бельгия; Chemtura – Synton, Канада; ChevronPhillips – SynFluid, США; Татнефть – Нижнекамскнефтехим, Россия.

Для подтверждения пригодности выбранных материалов в качестве образцов вязкости были проведены эксперименты, направленные на установление повторяемости измеренных значений динамической вязкости с применением ротационного метода и реометра Physica MCR301, как и в экспериментах с моторным маслом. Скорость вращения измерительного ротора также составляла 30 мин⁻¹, количество загрузок материала ПАО 170 – пять.

Результаты измерений динамической вязкости образца на основе ПАО-170 при температуре $T = (-25,00 \pm 0,05) ^\circ\text{C}$ приведены в табл. 3 и на рис. 4.

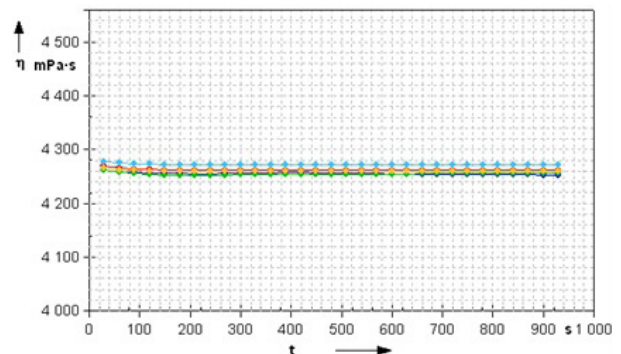


Рис. 4. Повторяемость измеренных значений динамической вязкости образца, произведенного на основе ПАО-170 при постоянной скорости сдвига

Fig. 4. The repeatability of the measured values of dynamic viscosity of the material produced based on PAO-170 at a constant shear rate

В ходе проведения исследований также было установлено, что данное базовое масло, не содержащее пакета присадок, является ньютоновской жидкостью, т. е. не имеет зависимости динамической вязкости от скорости сдвига (исследование проведено в диапазоне скоростей вращения измерительного ротора от 1 мин⁻¹ до 60 мин⁻¹).

На рис. 5 представлены зависимости динамической вязкости исследованных образцов на основе моторного масла и полиальфаолефина. Температуры, при которых проводились эксперименты, подбирались

Таблица. 3 Результаты измерений динамической вязкости образца на основе ПАО 170 при температуре $T = (-25,00 \pm 0,05) ^\circ\text{C}$

Table. 3 The measurement results of dynamic viscosity of the material based on PAO 170 at the temperature $T = (-25.00 \pm 0.05) ^\circ\text{C}$

Номер серии измерений	Среднее измеренное значение динамической вязкости, мПа·с	Скорость вращения измерительного ротора, мин ⁻¹	Скорость сдвига, с ⁻¹	Относительная повторяемость средних измеренных значений динамической вязкости, %
1	4254,0	30,0	38,6	—
2	4261,4			+0,2
3	4254,8			+0,02
4	4259,5			+0,1
5	4271,9			+0,4

таким образом, чтобы номинальные значения динамической вязкости образцов находились в пределах от 3000 мПа·с до 5000 мПа·с, т. е. были сопоставимы.

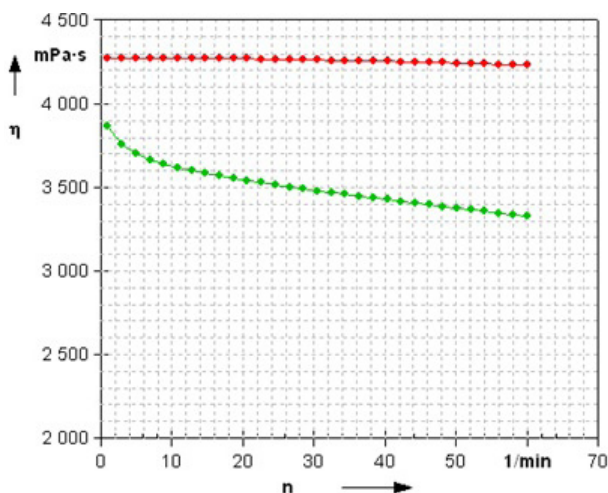


Рис. 5. Зависимость динамической вязкости образцов на основе моторного масла и полиальфаолефина от скорости сдвига

Fig. 5. The dependence of dynamic viscosity of the material based on engine oil and polyalphaolefin on shear rate

При проведении измерений кинематической вязкости синтетических базовых и моторных масел визуально было установлено, что в материале моторного масла, залитого в капиллярный стеклянный вискозиметр и помещенного в термостатическую ванну, в которой была установлена температура $-30 ^\circ\text{C}$, происходят изменения структуры, т. е. масло из желтой прозрачной жидкости превращается в бело-желтую помутневшую субстанцию. Такого эффекта не наблюдается

при помещении в те же условия полиальфаолефиновых масел.

На рис. 6 и 7 представлены фотографии моторных и полиальфаолефиновых масел, помещенных в капиллярном стеклянном вискозиметре в термостатическую ванну.



Рис. 6. Моторные масла, помещенные в капиллярном стеклянном вискозиметре в термостатическую ванну при температуре $-30 ^\circ\text{C}$

Fig. 6. Engine oils placed in a glass capillary viscometer in a thermostatic bath at a temperature of $-30 ^\circ\text{C}$



Рис. 7. Полиальфаолефиновое масло, помещенное в капиллярном стеклянном вискозиметре в термостатическую ванну при температуре – 30 °С

Fig. 7. Polyalphaolefin oil placed in a glass capillary viscometer in a thermostatic bath at a temperature of – 30 °C

Результаты исследования и их обсуждение

Таким образом, на основе проведенных исследований авторами сделан вывод: что моторные масла Mobil 1 10W-60 и THK Revolux D2 10W-40, готовые к применению, т. е. содержащие комплекс присадок, удовлетворяют требованиям, предъявляемым к маслам, эксплуатируемым в двигателях внутреннего сгорания, но не пригодны для применения в качестве материалов СО ввиду их высокой нестабильности и неоднородности, а базовые моторные масла IV группы – полиальфаолефины фирм Idemitsu Kosan Co. – Lenealene, Exxon Mobil – SpectraSyn, INEOS – Durasyn, Chemtura – Synton, ChevronPhillips – SynFluid, Татнефть – Нижнекамскнефтехим, не содержащие присадок и механических примесей, в чистом виде не пригодны для применения в двигателях, но демонстрируют высокую стабильность и однородность, следовательно, пригодность для применения их в качестве материала СО вязкости жидкости.

На основе проведенного исследования авторами было разработано три стандартных образца: ГСО 11516–2020 РЭВ-ВНИИМ-50, ГСО 11517–2020 РЭВ-ВНИИМ-100 и ГСО 11518–2020 РЭВ-ВНИИМ-200.

Метрологические характеристики разработанных СО, аттестуемых в интервале допускаемых значений температуры от – 40 °С до – 5 °С, представлены в табл. 4–6.

Таблица 4. Метрологические характеристики ГСО 11516–2020 РЭВ-ВНИИМ-50

Table 4. Metrological characteristics of REV-VNIIM-50

Наименование аттестуемой характеристики	Интервал допускаемых аттестованных значений, измеренных при температуре, °С							
	-40,00± 0,02	-35,00± 0,02	-30,00± 0,02	-25,00± 0,02	-20,00± 0,01	-15,00± 0,01	-10,00± 0,01	-5,00± 0,01
Кинематическая вязкость, ν , мм ² /с	6870– 9300	3715– 5035	2195– 2975	1155– 1565	865– 1200	574– 777	392– 530	274– 370
Динамическая вязкость, η , мПа·с	5930– 8020	3195– 4325	1875– 2545	985– 1335	735– 1000	485– 657	330– 450	230– 315
Допускаемые значения относительной расширенной неопределенности аттестованных значений динамической и кинематической вязкости (U_R)*, при $k=2$, %	0,4				0,3			

* – соответствует границам относительной погрешности $\pm\delta$, %, при доверительной вероятности $P=0,95$.

Таблица 5. Метрологические характеристики ГСО 11517–2020 РЭВ-ВНИИМ-100
Table 5. Metrological characteristics of REV-VNIIM-100

Наименование аттестуемой характеристики	Интервал допускаемых аттестованных значений, измеренных при температуре, °C							
	-40,00± 0,02	-35,00± 0,02	-30,00± 0,02	-25,00± 0,02	-20,00± 0,01	-15,00± 0,01	-10,00± 0,01	-5,00± 0,01
Кинематическая вязкость, ν , мм ² /с	14930– 20210	7515– 10250	4270– 5780	2560– 3470	1590– 2160	870– 1180	685– 925	470– 640
Динамическая вязкость, η , мПа·с	12930– 17500	6490– 8780	3675– 4975	2195– 2975	1360– 1840	740– 1010	580– 790	395– 545
Допускаемые значения относитель- ной расширенной неопределенности аттестованных значений динамической и кинематической вязкости (U_R)*, при $k=2$, %	0,4				0,3			

* – соответствует границам относительной погрешности $\pm\delta$,%, при доверительной вероятности $P=0,95$.

Таблица 6. Метрологические характеристики ГСО 11518–2020 РЭВ-ВНИИМ-200
Table 6. Metrological characteristics of REV-VNIIM-200

Наименование аттестуемой характеристики	Интервал допускаемых аттестованных значений, измеренных при температуре, °C							
	-40,00± 0,02	-35,00± 0,02	-30,00± 0,02	-25,00± 0,02	-20,00± 0,01	-15,00± 0,01	-10,00± 0,01	-5,00± 0,01
Кинематическая вязкость, ν , мм ² /с	29350– 39710	14380– 19460	7835– 10605	4510– 6105	2720– 3680	1450– 1970	1105– 1495	625– 850
Динамическая вязкость, η , мПа·с	25500– 34500	12445– 16835	6760– 9140	3875– 5242	2330– 3150	1240– 1680	935– 1270	530– 720
Допускаемые значения относитель- ной расширенной неопределенности аттестованных значений динамической и кинематической вязкости (U_R)*, при $k=2$, %	0,4				0,3			

* – соответствует границам относительной погрешности $\pm\delta$, %, при доверительной вероятности $P=0,95$.

Заключение

Разработанные СО были опробованы в более чем в 20 метрологических работах, таких, как поверка, калибровка, испытания в целях утверждения типа СИ.

Разработанные и исследованные СО решили не только проблему отсутствия средств поверки для средств измерений вязкости в диапазоне значений температуры от -40 °C до -5 °C, но и позволили инициировать сличения национальных эталонов единицы кинематической вязкости жидкости. Предложение об организации международных сличений было озвучено представителями ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

13.05.2019 г. в г. Севре (Франция) на заседании рабочей группы CCM.WGDV.

Вклад соавторов

Все авторы сделали эквивалентный вклад в подготовку публикации.

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.).

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. Рябов В. А. О кризисных проблемах в нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности // Нефть и газ Сибири. 2019. № 1 (34). URL: <http://sib-ngs.ru/journals/article/978> (дата обращения: 20.04.2021).
2. Переработка нефти и газового конденсата: основные показатели // Министерство энергетики Российской Федерации [сайт]. URL: <https://minenergo.gov.ru/node/1209> (дата обращения: 20.04.2021).
3. Крупнейшие нефтеперерабатывающие заводы России // Пронедра. 2017. 25 апр. URL: <https://pronedra.ru/krupneyshie-neftepererabatyivayushhie-za-14225.html> (дата обращения: 20.04.2021).
4. Государственная программа «Развитие энергетики»: открытое министерство // Министерство энергетики Российской Федерации [сайт]. URL: <https://minenergo.gov.ru/node/323> (дата обращения: 21.04.2021).
5. Об обеспечении единства измерений: Федер. закон Рос. Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 11 июня 2008 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 18 июня 2008 г. (в редакции от 11 июня 2021 г. // Информационно – правовой портал Гарант.ру
6. Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений вязкости жидкостей: Приказ от 05 ноября 2019 № 2622 // Федер. информац. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://www.rst.gov.ru/portal/gost/home/activity/documents/orders#/order/126301> (дата обращения: 20.04.2021).
7. ГОСТ ISO Guide 34–2014 Общие требования к компетентности производителей стандартных образцов. М. : Стандартинформ, 2015. 33 с.
8. Мак-Келви Д. М. Переработка полимеров / Перевод с англ. Ю. В. Зеленева [и др.]. Москва: Химия, 1965. 442 с.

REFERENCES

1. Ryabov V. A. On crisis problems in the oil refining and petrochemical industry. Siberian oil and gas. 2019;1(34). URL: <http://sib-ngs.ru/journals/article/978> (date of access: 20.03.2021).
2. Refining of oil and gas condensate. Available at: <https://minenergo.gov.ru/node/1209> (date of access: 20.04.2021).
3. The largest oil refineries in Russia. Pronedra. 2017;25 Apr. Available at: <https://pronedra.ru/oil/2017/04/25/krupneyshie-npz-rossii/> (date of access: 20.04.2021).
4. State program «Development of energy»: open ministry. Available at: <https://minenergo.gov.ru/node/323> (date of access: 21.04.2021).
5. Federal Law № 102-FZ of 26.06.2008 «On Ensuring the Uniformity of Measurements» (as amended and supplemented), 2021. 18 p.
6. On the approval of the State verification scheme for measuring instruments for the viscosity of liquids: Order No. 2622 dated November 05, 2019. Available at: <https://www.rst.gov.ru/portal/gost/home/activity/documents/orders#/order/126301> (date of access: 20.04.2021).
7. GOST ISO Guide 34–2014 General requirements for the competence of reference material producers. Moscow: Standartinform; 2019. 39 p. (in Russ.).
8. McKelvey, D. M. Processing of polymers, trans. from English. Moscow: Chemistry; 1965. 444 p.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Анастасия Александровна Неклюдова – канд. техн. наук, заместитель руководителя Научно-исследовательской лаборатории госэталонов в области измерений плотности и вязкости жидкости ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». Российская Федерация, 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19
e-mail: A. A. Tsurko@vniim.ru
ResearcherID: O-3887–2018

Алексей Алексеевич Демьянов – руководитель Научно-исследовательской лаборатории госэталонов в области измерений плотности и вязкости жидкости ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». Российская Федерация, 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19
e-mail: A. A. Demyanov@vniim.ru
ResearcherID: O-3983–2018

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Anastasia A. Neklyudova – PhD, Deputy Head of Density and Viscosity Laboratory, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM). 19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia
e-mail: A. A. Tsurko@vniim.ru
ResearcherID: O-3887–2018

Aleksey A. Demyanov – Head of Density and Viscosity Laboratory, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM). 19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia
e-mail: A. A. Demyanov@vniim.ru
ResearcherID: O-3983–2018

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

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

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

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

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

СВЕДЕНИЯ О НОВЫХ ТИПАХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

В. В. Суслова

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

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

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

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

ГСО 11686–2021

СО ПЛОТНОСТИ ЖИДКОСТИ (СО ПЛЖ-ПА-5)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений плотности жидкости по ГОСТ Р 51069–97, ГОСТ 3900–85, ГОСТ Р 57037–2016, ГОСТ 33364–2015, ГОСТ ISO 3675–2014, ГОСТ Р ИСО 3675–2007, ГОСТ Р 57829–2017, ГОСТ 33276–2015, ГОСТ 18995.1–73, Р 50.2.075–2010, ГОСТ 32081–2013, ГОСТ 33453–2015, ASTM D5002, ISO 3838:2004, DIN 51757, DIN EN ISO 12185, ISO 12185:1996, DIN EN ISO 3675, ISO 3675:1998, ASTM D7777, ASTM D6822, ASTM D1298, ASTM D3505, ASTM D1217, ASTM D5931, ASTM D4052, ASTM D2111. 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 критериям, установленным в методиках калибровки средств измерений.

Область применения: нефтехимическая, нефтеперерабатывающая, химическая промышленности.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: плотность, кг/м³

СО представляет собой раствор цинка хлористого (по ГОСТ 4529–78) в смеси воды дистиллированной (по ГОСТ 6709–72) и спирта изопропилового (по ГОСТ 9805–84), разлитый в стеклянную ампулу либо полимерный или стеклянный флакон, закрытый полиэтиленовой пробкой с плотно завинчивающейся крышечкой, на которые наклеена этикетка, объем материала в ампуле не менее 5 см³, 10 см³, объем материала во флаконе не менее 5 см³, 10 см³, 25 см³, 50 см³, 100 см³, 250 см³, 500 см³ и не менее 1000 см³.

ГСО 11687–2021

СО СОСТАВА ФИЛЕ МИНТАЯ СУБЛИМАЦИОННОЙ СУШКИ (РП-1 СО УНИИМ)

СО предназначен для поверки и калибровки средств измерений массовых долей азота, белка и влаги, аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовых долей азота, белка, влаги, жира в рыбе и пищевой рыбной продукции.

СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик измерений, применяемых при определении состава

рыбы и пищевой рыбной продукции; поверки средств измерений массовой доли жира при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений; калибровки средств измерений массовой доли жира при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики калибровки; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа при соответствии метрологических характеристик требованиям программ испытаний.

Область применения: рыбная промышленность, пищевая промышленность, научные исследования.

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

Аттестованная характеристика СО: массовая доля влаги, азота, белка, жира, %

СО представляет собой филе минтая вареное измельченное сублимационной сушки в виде порошка, расфасованное в двойные герметичные полиэтиленовые или металлизированные пакеты с этикеткой; масса СО составляет от 30 до 100 г в зависимости от требований заказчика.

ГСО 11688–2021

СО ОГНЕУПОРА МАГНЕЗИТОВОГО ТИПА П-89 (ИСО К6)

СО предназначен для аттестации, валидации и верификации методик измерений, контроля точности результатов измерений, установления и контроля стабильности градуировочных характеристик при определении химического состава огнеупоров 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 методики 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, %

СО представляет собой огнеупор магнезитовый типа П-89 (ГОСТ 4689–94) в виде порошка крупностью не более 0,063 мм (ГОСТ 2642.0–2014). Материал расфасован по (50–300) г в банки, на которые наклеены этикетки. Банки упакованы в коробки с этикетками.

ГСО 11689–2021

СО СТАЛИ НЕЛЕГИРОВАННОЙ ТИПА 05кп (1С1/2)

СО предназначен для измерения массовой доли углерода при аттестации стандартных образцов сталей методом сравнения в диапазоне (0,001–0,006) % инфракрасно-абсорбционным методом.

Область применения: металлургия, машиностроение, металлообработка.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: массовая доля углерода, %

СО представляет собой сталь нелегированную типа 05кп (ГОСТ 1050–2013) в виде неокисленной стружки толщиной не более 0,4 мм (ГОСТ 7565–81, ГОСТ Р ИСО 14284–2009). Материал расфасован по 200 г в банки, на которые наклеены этикетки. Банки упакованы в коробки с этикетками.

ГСО 11690–2021

СО ЧУГУНА ЛИТЕЙНОГО ТИПА ЛЗ (4Ч4/1)

СО предназначен для измерения массовой доли серы при аттестации стандартных образцов чугунов методом сравнения в диапазоне (0,002–0,02) % инфракрасно-абсорбционным методом.

Область применения: металлургия, машиностроение, металлообработка.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: массовая доля серы, %

СО представляет собой чугун литейный типа ЛЗ (ГОСТ 4832–95) в виде неокисленной стружки толщиной не более 0,4 мм (ГОСТ 7565–81, ГОСТ Р ИСО 14284–2009). Материал расфасован по 200 г в банки, на которые наклеены этикетки. Банки упакованы в коробки с этикетками.

ГСО 11691–2021

СО СОСТАВА ЭНАЛАПРИЛА МАЛЕАТА

(НЦСО-Эналаприл)

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

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

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля эналаприла малеата, %

СО представляет собой субстанцию эналаприла малеата, порошок белого цвета (2RS)-1-[(2S)-2-[(1S)-3-Фенил-1(этоксикарбонил)пропил]амино]пропаноил]пирролидин-2-карбоновой кислоты (2Z)-бут-2-ендиоат (1:1), расфасованный по 200 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой, оформленной согласно требованиям ГОСТ Р 8.691-2010 и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 11692–2021

СО СОСТАВА БИСОПРОЛОЛА ФУМАРАТА

(НЦСО-Бисопролол)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли основного вещества в субстанции бисопролола фумарата, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит бисопролола фумарат. СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики калибровки.

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля бисопролола фумарата, %

СО представляет собой субстанцию бисопролола фумарата, порошок белого или почти белого цвета (2RS)-3-[(Пропан-2-ил)амино]-1-[4-[(2-[пропан-2-ил)окси]этоксид)мтил]феноксид]пропан-2-ола (Е)-бутендиоат (2:1), расфасованный по 200 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый

Флакон снабжается этикеткой, оформленной согласно требованиям ГОСТ Р 8.691-2010 и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 11693-2021

СО СОСТАВА КЛОПИДОГРЕЛА ГИДРОСУЛЬФАТА (НЦСО-Клопидогрел)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли основного вещества в субстанции клопидогрела гидросульфата, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит клопидогрела гидросульфат. СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики калибровки.

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля кло-
пидогрела гидросульфата, %

СО представляет собой субстанцию клопидогрела гидросульфата, порошок белого или почти белого цвета метил[(2S)-2-(4,5,6,7-тетрагидротиено[3,2-с]пирidin-5-ил)-2-(2-хлорфенил)ацетата] гидросульфата (1:1), расфасованный по 200 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой, оформленной согласно требованиям ГОСТ Р 8.691-2010 и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 11694-2021

СО СОСТАВА ОТРАБОТАННОГО АВТОМОБИЛЬНОГО НЕЙТРАЛИЗАТОРА (СО АН-2)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовых долей платины, палладия и родия в отработанных автомобильных нейтрализаторах.

СО могут быть использованы при поверке средств измерений при условии их соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений; при испытаниях средств измерений и стандартных образцов в целях утверждения типа, при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям,

установленным в программах испытаний, 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 представляет собой отработанный автомобильный нейтрализатор (партия А050133–01, проба 19Л20079) изготовленный на ОАО «Красцветмет» и собой порошок, крупностью не более 0,1 мм, расфасованный в полиэтиленовые банки с завинчивающимися крышками массой не менее 50,0 г. на которые наклеены этикетки.

ГСО 11695-2021

СО ДЛЯ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА СПЛАВА МЛ19 (КОМПЛЕКТ)

Со предназначены для аттестации, валидации методик (методов) измерений и контроля точности результатов измерений состава магниевого сплава МЛ19 и аналогичных по химическому составу магниевых сплавов методами спектрального анализа; калибровки средств измерений состава магниевых сплавов при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик калибровки; установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; поверки средств измерений состава магниевых сплавов.

Область применения: цветная металлургия.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов, %

СО изготовлены в виде цилиндров из магниевого сплава типа МЛ19, диаметром 40 мм, высотой 30 мм. Образцы имеют две рабочие плоскости, маркировка нанесена на образующие цилиндра. Образцы промаркированы следующим образом: первая строка: индекс СО; вторая строка: номер комплекта. Комплект СО упакован в картонную коробку с этикеткой. Комплект состоит из пяти монолитных образцов.

ГСО 11696-2021

СО ДЛЯ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА СПЛАВА АЛЮМИНИЕВОГО ВСДП-16 (КОМПЛЕКТ)

СО предназначены для аттестации, валидации методик (методов) измерений и контроля точности



результатов измерений состава алюминиевого сплава ВСДП-16 и аналогичных по химическому составу алюминиевых сплавов методами спектрального анализа; калибровки средств измерений состава алюминиевых сплавов при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик калибровки; установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; поверки средств измерений состава алюминиевых сплавов.

Область применения: авиационная промышленность, цветная металлургия.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов, %

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

ГСО 11697-2021

СО СОСТАВА КАПТОПРИЛА (НЦСО-Каптоприл)

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

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

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля каптоприла, %

СО представляет собой субстанцию каптоприла, порошок белого или почти белого цвета (2S)-1-[(2S)-2-метил-3-сульфанилпропаноил]

пирролидин-2-карбоновой кислоты, расфасованный по 200 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой, оформленной согласно требованиям ГОСТ Р 8.691-2010 и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 11698-2021

СО СОСТАВА ОМЕПРАЗОЛА (НЦСО-Омепразол)

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

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

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля омепразола, %

СО представляет собой субстанцию омепразола, порошок белого или почти белого цвета 2-[(RS)-[(3,5-Диметил-4-метокси-1Н-бензимидазола, расфасованный по 200 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой, оформленной согласно требованиям ГОСТ Р 8.691-2010 и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 11699-2021/ГСО 11701-2021

СО СОСТАВА СТАЛИ (набор Ст-1 СО УНИИМ)

СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовых долей углерода, серы, кислорода, азота и водорода в сталях, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений (СИ), реализующих методы восстановительного плавления в потоке инертного газа и методы сжигания в токе кислорода.

СО может применяться для калибровки СИ и для контроля метрологических характеристик СИ при проведении испытаний, в том числе в целях утверждения типа,

при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в методиках калибровки, программах испытаний СИ в целях утверждения типа.

Область применения: металлургия, научные исследования, машиностроение, испытания и контроль качества продукции.

Способ аттестации – применение аттестованных методов измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля углерода, серы, кислорода, азота и водорода, %

Материалом СО являются калибровочные образцы LECO 502–893, LECO 502–928, LECO 502–963, изготовленные из легированной или углеродистой стали в виде цилиндров массой около 1 г, расфасованных по 100 шт. в стеклянные банки с закручивающимися крышками. На каждую банку наклеена этикетка. Количество стандартных образцов в наборе – три.

ГСО 11702-2021

СО МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ (СТАЛЬ) (комплект СОМСМ-1)

СО предназначены для калибровки, испытаний средств измерений магнитных свойств магнитных материалов, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений магнитных свойств магнитных материалов; другие виды метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

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

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: коэрцитивная сила по намагниченности, А/м

СО изготовлен из стали марки 45 по ГОСТ 1050–2013, представляет собой комплект из одиннадцати СО в форме прямоугольных параллелепипедов размерами: длина (58,0±0,5) мм; ширина (35,0±0,5) мм; высота (8,0±0,2) мм. На торце каждого экземпляра комплекта нанесена маркировка. Комплект упакован в футляр из немагнитного материала с этикеткой. Упаковка

обеспечивает защиту от ударов и механических повреждений каждого экземпляра.

ГСО 11703-2021

СО ДЕТОНАЦИОННОЙ СТОЙКОСТИ (ОКТАНОВОГО ЧИСЛА) БЕНЗИНОВ (ИМИТАТОР) (ОЧ-СХ)

СО предназначен для контроля точности (прецизионности) результатов измерений детонационной стойкости (октанового числа) бензинов по моторному методу согласно ГОСТ 511-2015, ГОСТ Р 52946-2019 (ЕН ИСО 5163:2005), ГОСТ 32340-2013 (ISO 5163:2005) и исследовательскому методу согласно ГОСТ 8226-2015, ГОСТ Р 52947-2019 (ЕН ИСО 5164:2005), ГОСТ 32339-2013 (ISO 5164:2005), аттестации методик измерений, установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений, контроля метрологических характеристик средств измерений детонационной стойкости (октанового числа) бензинов при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа, при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца.

СО может применяться для поверки средств измерений детонационной стойкости (октанового числа) бензинов, при условии соответствия метрологических и технических характеристик стандартного образца обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах, методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений.

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

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: детонационная стойкость (октановое число) бензинов

СО представляет собой гомогенную смесь, состоящую из толуола, изооктана и н-гептана. СО расфасованы объемом не менее 500 см³ во флаконы из темного стекла с завинчивающейся крышкой, с этикеткой.

ГСО 11704-2021

**СО ОБЩЕГО ЩЕЛОЧНОГО ЧИСЛА НЕФТНЕПРОДУКТОВ
(ЩЧ-СХ)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений общего щелочного числа нефтепродуктов по ГОСТ 11362–96, ГОСТ ISO 3771–2013, ГОСТ 30050–93, ГОСТ 32328–2013.



Область применения: нефтехимическая, нефтеперерабатывающая, химическая промышленности.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: общее щелочное число, мг/г

СО представляет собой смесь трибутиламина и высокоочищенного белого масла, разлитая во флакон из темного стекла с уплотнительной пробкой и герметичной крышкой или в стеклянные ампулы вместимостью не менее 5 см³, с этикеткой. Объем экземпляра СО во флаконе или ампуле не менее 5 см³.

ГСО 11705-2021

СО КИСЛОТНОСТИ НЕФТЕПРОДУКТОВ (КН-СХ)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений кислотности нефтепродуктов, установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений, – контроль метрологических характеристик средств измерений кислотности нефтепродуктов при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа, при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям программ испытаний.

СО может быть использован для: калибровки средств измерений кислотности нефтепродуктов при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик калибровки; поверки средств измерений, при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах, методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений.

Область применения: химическая, нефтехимическая и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный

Аттестованная характеристика СО: кислотность, мг/см³
СО представляет собой смесь органической кислоты в о-ксилоле, расфасованную в стеклянные или полимерные флаконы, закрытые плотно закручивающимися крышками, объем материала СО во флаконе не менее 10 см³, с этикеткой.

ГСО 11706-2021

СО КИСЛОТНОГО ЧИСЛА НЕФТЕПРОДУКТОВ (КЧ-СХ)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений кислотного числа нефтепродуктов по ГОСТ 5985–79,

ГОСТ 11362–96, ГОСТ Р 52658–2006, ГОСТ 32328–2013, ГОСТ 32333–2013, ГОСТ EN12634–2014, ГОСТ 32327–2013, ГОСТ ISO 6618–2013, ГОСТ ISO 6619–2013, ГОСТ 29255–91.

СО может быть использован для: установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; контроля метрологических характеристик средств измерений кислотного числа нефтепродуктов при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям программ испытаний; калибровки средств измерений кислотного числа нефтепродуктов при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик калибровки; поверки средств измерений, при условии соответствия метрологических и технических характеристик стандартного образца обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах, методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений.

Область применения: нефтяная, химическая, нефтехимическая и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: кислотное число, мг/г
СО представляет собой гомогенную смесь органической кислоты с толуолом и минеральным маслом, расфасованную в стеклянные или полимерные флаконы, снабженные полиэтиленовыми пробками, закручивающимися крышками и этикетками. Объем материала во флаконе не менее 10 см³.

ГСО 11707-2021

СО СОСТАВА МЯСА КУР (МП-2-3 СО Gallus gallus)

СО предназначен для поверки, калибровки средств измерений массовых долей азота, белка в мясе кур, контроля точности результатов измерений массовых долей азота, белка в мясе кур.

СО может применяться при установлении метрологических характеристик методик определения видовой принадлежности мясных ингредиентов в готовой продукции и мясе; а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: пищевая и сельскохозяйственная промышленность, осуществление мероприятий

государственного надзора (контроля), научные исследования.

Способ аттестации — использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля азота, белка, %

СО представляет собой сухой лиофилизированный порошок, приготовленный из мяса кур по таблице 1, который расфасован по (7–70) мг в виалы с герметичными кримповыми крышками. (Масса одного экземпляра СО соответствует 100 мг сырого мяса кур). Виала снабжается этикеткой и упаковывается в полиэтиленовый пакет с ZIP-Lock-замком или герметично запаенный полиэтиленовый пакет.

ГСО 11708-2021

СО СОСТАВА ВОДНОГО РАСТВОРА ФЛУОРЕСЦЕИНА НАТРИЯ

СО предназначен для поверки, калибровки, испытаний средств измерений (флуориметров, спектрофлуориметров, ПЦР-анализаторов и т. п.), в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой концентрации флуоресцеина натрия (относительной единицы флуоресценции, ОЕФ) и молярной концентрации флуоресцеина натрия в водных растворах и биологических жидкостях; хранения, воспроизведения и передачи массовой концентрации флуоресцеина натрия (относительной единицы флуоресценции, ОЕФ) и молярной концентрации флуоресцеина натрия.

Область применения: здравоохранение, ветеринария, охрана окружающей среды, химическая промышленность, пищевая промышленность, обеспечение безопасных условий и охраны труда, оценка соответствия продукции и иных объектов обязательным требованиям.

Способ аттестации — использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая концентрация флуоресцеина натрия, мг/дм³ (относительная единица флуоресценции, ОЕФ); молярная концентрация флуоресцеина натрия, ммоль/дм³

СО представляет собой раствор флуоресцеина натрия в дистиллированной воде. СО расфасован по 5 см³ в запаенные стеклянные ампулы вместимостью 5 см³ с этикеткой.

ГСО 11709-2021/ГСО 11712-2021

СО ОТКРЫТОЙ ПОРИСТОСТИ И ГАЗОПРОНИЦАЕМОСТИ ГОРНЫХ ПОРОД (ИМИТАТОРЫ) (набор СО ОПГП УНИИМ-КОРТЕХ)

СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений открытой пористости и коэффициента газопроницаемости при заданном обратном поровом давлении по гелию и азоту и коэффициента абсолютной газопроницаемости горных пород; поверки и калибровки средств измерений открытой пористости и коэффициента газопроницаемости при заданном обратном поровом давлении по гелию и азоту и коэффициента абсолютной газопроницаемости горных пород.

СО может использоваться для контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа при соответствии метрологических характеристик требованиям программ испытаний.

Область применения: нефтедобывающая и газодобывающая промышленность, геология, научные исследования.

Способ аттестации — использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: коэффициент газопроницаемости при заданном обратном поровом давлении по азоту, мкм²; коэффициент газопроницаемости при заданном обратном поровом давлении по гелию, мкм²; коэффициент абсолютной газопроницаемости, мкм²; открытая пористость, %

СО представляют собой формованные огнеупоры на основе Al₂O₃ в виде цилиндров длиной (20–60) мм; диаметром (30±1) мм. Каждый экземпляр СО помещается в пластиковый или деревянный футляр с этикеткой. На каждом экземпляре выгравирован номер по Госреестру СО, индекс СО и номер экземпляра. В наборе четыре типа СО.

ГСО 11713-2021

СО СОСТАВА ЙОДАТА КАЛИЯ (КЮЗ СО УНИИМ)

СО предназначен для передачи единицы массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента стандартным образцам и химическим реактивам по реакции окисления-восстановления; поверки, калибровки средств измерений (СИ), контроля метрологических характеристик при проведении испытаний СИ, в том числе в целях утверждения типа; установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики СИ; аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах.

Область применения: химическая промышленность, фармацевтическая промышленность, металлургия,

научные исследования, испытания и контроль качества продукции.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля йодата калия, %; массовая доля йода, %; массовая доля кислорода, %

Материал СО представляет собой порошок йодата калия белого цвета, темнеющий на свету. СО поставляются в пластиковых или стеклянных светонепроницаемых флаконах вместимостью 30 см³ или 50 см³ с защёлкивающейся или завинчивающейся крышкой, содержащих от 5 г до 20 г материала СО. На каждый флакон наклеена этикетка, дополнительно флакон помещается в полиэтиленовый пакет с ZIP-Lock замком.

ГСО 11714-2021

СО СОСТАВА АЦИКЛОВИРА (НЦСО-Ацикловир)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли основного вещества в субстанции ацикловира, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит ацикловир. Стандартный образец может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики калибровки.

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля ацикловира, %

СО представляет собой субстанцию ацикловира, порошок белого цвета (2-Амино-9-[(2-гидроксиэтокси)метил]-1,9-дигидро-6Н-пурин-6-он), расфасованный по 300 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой, оформленной согласно требованиям ГОСТ Р 8.691-2010 и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 11715-2021

СО МАССОВОЙ ДОЛИ ВОДЫ

В НЕФТЕПРОДУКТАХ (ВН-СХ)

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

доли воды в нефтепродуктах; установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; контроля метрологических характеристик средств измерений массовой доли воды в нефтепродуктах при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа, при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям программ испытаний.

СО может быть использован: для калибровки средств измерений массовой доли воды в нефтепродуктах при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик калибровки; для поверки средств измерений, при условии соответствия 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 – расчетно-экспериментальный

Аттестованная характеристика СО: массовая доля воды, %

СО представляет собой смесь дистиллированной воды по ГОСТ 6709-72 и вазелинового масла по ГОСТ 3164-78, разлитую в стеклянные или полимерные флаконы вместимостью не менее 100 см³. Масса материала СО во флаконе составляет (100,00±0,01) г.

ГСО 11716-2021

СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ХЛОРИСТЫХ СОЛЕЙ В НЕФТЕПРОДУКТАХ (ИМИТАТОР) (ХСН-СХ)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой концентрации хлористых солей в нефти и нефтепродуктах, установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений, контроля метрологических характеристик средств измерений массовой концентрации хлористых солей в нефти и нефтепродуктах при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям программ испытаний.

СО может быть использован для: калибровки средств измерений массовой концентрации хлористых солей в нефти и нефтепродуктах при соответствии

метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик калибровки; поверки средств измерений, при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах, методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений.

Область применения: химическая, нефтехимическая и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный

Аттестованная характеристика СО: массовая концентрация хлористых солей в пересчете на хлористый натрий, мг/дм³

СО представляет собой смесь бутанольного раствора хлористого лития в трансформаторном масле, расфасованную в стеклянный или полимерный флакон с плотно завинчивающейся крышкой; с этикеткой. Объем материала во флаконе не менее 50 см³.

ГСО 11717-2021

СО ВЯЗКОСТИ ЖИДКОСТИ (ВЖ-01-СХ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений вязкости жидкости, аттестации испытательного оборудования, применяемого для определения вязкости жидкости.

СО может применяться для: калибровки средств измерений вязкости жидкости, 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 вязкости жидкости, при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах, методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений.

Область применения: нефтехимическая и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методов измерений

Аттестованная характеристика СО: кинематическая вязкость, мм²/с; динамическая вязкость, мПа*с

СО представляет собой смесь топлива для реактивных двигателей и трансформаторного масла, расфасованную в стеклянные или полимерные флаконы с этикеткой, закрытые плотно завинчивающейся крышкой, с этикеткой. Объем материала СО во флаконе не менее 50 см³.

ГСО 11718-2021

СО ВЯЗКОСТИ ЖИДКОСТИ (ВЖ-02-СХ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений вязкости жидкости, аттестации испытательного оборудования, применяемого для определения вязкости жидкости. СО может применяться для: калибровки средств измерений вязкости жидкости, 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 вязкости жидкости, при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах, методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений.

Область применения: нефтехимическая и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методов измерений

Аттестованная характеристика СО: кинематическая вязкость, мм²/с; динамическая вязкость, мПа*с

СО представляет собой смесь трансформаторного масла ГК и авиационного масла, расфасованную в стеклянные или полимерные флаконы с этикеткой, закрытые плотно завинчивающейся крышкой, с этикеткой. Объем материала СО во флаконе не менее 50 см³.

ГСО 11719-2021

СО ВЯЗКОСТИ ЖИДКОСТИ (ВЖ-03-СХ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений вязкости жидкости, аттестации испытательного оборудования, применяемого для определения вязкости жидкости.

СО может применяться для: калибровки средств измерений вязкости жидкости, 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 вязкости жидкости, при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах, методиках



аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений.

Область применения: нефтехимическая и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: кинематическая вязкость, мм²/с; динамическая вязкость, мПа*с

СО представляет собой смесь авиационного масла и октола, расфасованную в стеклянные или полимерные флаконы с этикеткой, закрытые плотно завинчивающейся крышкой, с этикеткой. Объем материала СО во флаконе не менее 50 см³.

ГСО 11720-2021

СО ЦЕТАНОВОГО ЧИСЛА ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА (ЦЧ-СХ)

СО предназначен для контроля точности (прецизионности) результатов измерений цетанового числа дизельного топлива по ГОСТ 3122-67, ГОСТ Р 52709-2019, ГОСТ 32508-2013, ГОСТ ISO 5165-2014, ГОСТ EN15195-2014, ГОСТ Р EN 15195-2011, аттестации методик измерений цетанового числа дизельного топлива, установления и контроля стабильности калибровочной характеристики при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений, контроля метрологических характеристик средств измерений цетанового числа дизельного топлива при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа, при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям программ испытаний.

СО может применяться для поверки средств измерений цетанового числа дизельного топлива, 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 отрасли промышленности.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент

Аттестованная характеристика СО: цетановое число дизельного топлива

СО представляет собой дизельное топливо по ГОСТ Р 52368-2005, расфасованное объемом не менее 500 см³ во флаконы из темного стекла с завинчивающейся крышкой вместимостью не менее 500 см³, с этикеткой.

ГСО 11721-2021

СО МОЛЯРНОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ГЛЮКОЗЫ В СЫВОРОТКЕ КРОВИ (комплект)

СО предназначен для контроля метрологических характеристик средств измерений молярной концентрации глюкозы в сыворотке крови при проведении испытаний, в том числе в целях утверждения типа, при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям программы испытаний, установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений, калибровки средств измерений молярной концентрации глюкозы в сыворотке крови при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики калибровки, поверки средств измерений, при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах, методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений.

Область применения: здравоохранение.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: молярная концентрация глюкозы, ммоль/дм³

Материал СО представляет собой лиофилизированную инактивированную сыворотку крови человека с нормальным и патологическим уровнем молярной концентрации глюкозы. СО изготовлены в виде порошка, помещенного в стеклянные флаконы с этикетками вместимостью 10 см³. Масса порошка во флаконе 0,9 г. Экземпляры помещают в коробку с этикеткой. При растворении материала, содержащегося в одном экземпляре СО, в 1 дм³ дистиллированной воды получают раствор с молярными концентрациями компонентов, соответствующими аттестованным значениям СО. Комплект состоит из двух экземпляров СО.

ГСО 11722-2021

СО ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ЗАКРЫТОМ ТИГЛЕ (ТВЗТ-15-СХ)

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

СО может применяться для: калибровки средств измерений температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле, 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 температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле, при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах, 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 в закрытом 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 11723-2021

СО ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ЗАКРЫТОМ ТИГЛЕ (ТВЗТ-30-СХ)

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

СО может применяться для: калибровки средств измерений температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле, 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 температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле, при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах, 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 в закрытом 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 11724-2021

СО ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ЗАКРЫТОМ ТИГЛЕ (ТВЗТ-50-СХ)

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

СО может применяться для: калибровки средств измерений температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле, 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 температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле, при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах, 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 в закрытом 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 11725-2021

СО ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ЗАКРЫТОМ ТИГЛЕ (ТВЗТ-70-СХ)



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

СО может применяться для: калибровки средств измерений температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле, 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 температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле, при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах, 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 в закрытом 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 11726-2021

СО ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ЗАКРЫТОМ ТИГЛЕ (ТВЗТ-110-СХ)

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

СО может применяться для: калибровки средств измерений температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле, 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 температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле, при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах, 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 в закрытом 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 11727-2021

СО ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ЗАКРЫТОМ ТИГЛЕ (ТВЗТ-140-СХ)

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

СО может применяться для: калибровки средств измерений температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле, 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 температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле, при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах, 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 в закрытом 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 11728-2021

СО ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ЗАКРЫТОМ ТИГЛЕ (ТВЗТ-180-СХ)

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

СО может применяться для: калибровки средств измерений температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле, 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 температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле, при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах, 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 в закрытом тигле, град. Цельсия

СО представляет собой масло, расфасованное в стеклянные или полимерные флаконы с этикеткой, закрытые плотно закручивающейся крышкой, объем материала СО во флаконе не менее 100 см³.

ГСО 11729-2021

СО ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ ОРГАНИЧЕСКОЙ ЖИДКОСТИ В ЗАКРЫТОМ ТИГЛЕ (ТВЗТ-280-СХ)

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

СО может применяться для калибровки средств измерений температуры вспышки органической жидкости в закрытом тигле, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик калибровки и процедур метрологического контроля.

Область применения: химическая промышленность, испытания и контроль качества продукции.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент
Аттестованная характеристика СО: температура вспышки в закрытом тигле, град. Цельсия

СО представляет собой органическую жидкость, расфасованную в стеклянные или полимерные флаконы с этикеткой, закрытые плотно завинчивающейся крышкой, объем материала СО во флаконе не менее 100 см³.

ГСО 11730-2021

СО СОСТАВА РУТЕНИЯ (комплект СОРУ-19)

СО предназначены для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений, аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли элементов в порошке рутения методом атомно-эмиссионного спектрального анализа.

СО могут быть использованы: для поверки средств измерений при условии их соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах, методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений; для калибровки средств измерений при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках калибровки средств измерений.

Область применения: металлургия, научные исследования, испытания и контроль качества продукции.

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный

Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов, %

Материал СО представляет собой порошок рутения, в который введены аттестуемые элементы (кроме иридия, осмия и родия) в виде растворов их соединений с последующей термической обработкой в водорододе. Иридий, осмий и родий введены в образцы в виде тонкодисперсных порошков. В процессе приготовления материалы подвергали измельчению и гомогенизации. Материал СО расфасован порциями по 1 г, 5 г или 10 г в герметически закрытые полипропиленовые емкости с этикеткой. Комплект, состоящий из пяти СО упакован в коробку с этикеткой.



ГСО 11731-2021**СО СОСТАВА n-ГЕКСАДЕКАНА (ГКД-ВНИИМ)**

СО предназначен для передачи единиц величины массовой доли n-гексадекана от ГЭТ 208 вторичным и разрядным рабочим эталонам; поверки, калибровки и/или установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики газовых хроматографов и других средств измерений; испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; испытаний стандартных образцов, в том числе в целях утверждения типа и другие виды метрологических работ.

Область применения: нефтехимическая промышленность, охрана окружающей среды, производство химической и других типов промышленной продукции, выполнение работ по обеспечению безопасных условий и охраны труда на предприятиях основных отраслей экономики, научные исследования.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля n-гексадекана, %

СО представляет собой чистое жидкое органическое вещество – n-гексадекан, расфасованное по $(1,5 \pm 0,5)$ см³ в стеклянные ампулы из прозрачного бесцветного стекла номинальным объемом 5 см³, снабженные этикеткой.

ГСО 11732-2021**СО СОСТАВА СУБСТАНЦИИ ГРАМИЦИДИНА С ГИДРОХЛОРИДА (СОВЕТСКОГО)**

СО предназначен для контроля точности и аттестации методик измерений массовой доли основного вещества, массовой доли родственных соединений, суммарной массовой доли неорганических примесей, массовой доли кальция (Ca), массовой доли железа (Fe), массовой доли хрома (Cr), суммарной массовой доли воды и органических растворителей в субстанции грамицидина С гидрохлорида (советского), в фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит грамицидин С гидрохлорид (советский).

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

характеристик стандартного образца требованиям методики калибровки.

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

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

Аттестованная характеристика СО: массовая доля грамицидина С гидрохлорида (советского), %; массовая доля родственных соединений, %; суммарная массовая доля неорганических примесей, %; массовая доля калиция, калия и хрома, %; суммарная массовая доля воды и органических растворителей, %

СО представляет собой субстанцию грамицидина С гидрохлорида (советского), белый порошок без запаха, расфасованный массой не менее 0,100 г в стеклянные флаконы объемом 10 см³, герметично укупоренные пробками из резины и обжатые алюминиевыми колпачками. Каждый флакон помещен в картонный футляр, снабженный этикеткой.

ГСО 11733-2021**СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НЕПОЛЯРНЫХ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ПОЛЯРНОМ ОРГАНИЧЕСКОМ РАСТВОРИТЕЛЕ (НПВ)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений массовой концентрации неполярных нефтепродуктов в питьевых, природных поверхностных и очищенных сточных водах методом инфракрасной спектроскопии.

СО может использоваться для: аттестации методик измерений массовой концентрации неполярных нефтепродуктов в воде методом инфракрасной спектроскопии.

Область применения: охрана окружающей среды; контроль качества питьевой воды, природных поверхностных и очищенных сточных вод.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая концентрация неполярных нефтепродуктов, мг/см³

СО представляет собой раствор масла турбинного по ГОСТ 32–74 в полярном органическом растворителе, расфасованный не менее чем по 2,5 см³ в запаянную стеклянную ампулу с этикеткой, помещенную в пластмассовый футляр.

В. В. Суслова

В соответствии с требованиями Приказа Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2905¹ (вступил в силу 01.01.2021 г.) решение о внесении изменений в сведения в части срока действия утвержденного типа стандартных образцов (далее – СО) принимает Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт) на основании заявления правообладателя² утвержденного типа СО. К заявлению прилагается заключение по результатам рассмотрения конструкторской, технологической и (или) технической документации стандартного образца, подтверждающее, что изменения в конструкторскую, технологическую и (или) техническую документацию СО не вносились и сведения об утвержденном типе СО, содержащиеся в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений, соответствуют технической документации СО. Заявление при внесении изменений в сведения в части срока действия утвержденного типа СО подается не менее, чем за 30 рабочих дней до окончания срока действия утвержденного типа стандартных образцов.

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

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



Таблица 1 Перечень СО утвержденных типов, в сведения о которых были внесены изменения в части срока действия утвержденного типа СО

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство СО	Действует до
<i>Приказ Росстандарта № 1338 от 25.05.2021 г.</i>			
ГСО 8810–2006	СО состава метилфосфоновой кислоты	серийное	30.08.2026
ГСО 8812–2006	СО состава О-изопропилметилфосфоната	серийное	30.08.2026
ГСО 8813–2006	СО состава О-пинаколилметилфосфоната	серийное	30.08.2026
ГСО 8814–2006	СО состава тиодигликоля(β, β'-диоксидиэтилсульфида)	серийное	30.08.2026
ГСО 8837–2006	СО влажности пиломатериалов	серийное	30.08.2026
ГСО 7934–2001	СО состава раствора афлатоксина М ₁ в смеси бензола и ацетонитрила (М ₁ –0,3)	серийное	30.08.2026
ГСО 7935–2001	СО состава раствора афлатоксина М ₁ в смеси бензола и ацетонитрила (М ₁ –1)	серийное	30.08.2026
ГСО 7936–2001	СО состава раствора афлатоксина В ₁ в смеси бензола и ацетонитрила (В ₁ –10)	серийное	30.08.2026
ГСО 7937–2001	СО состава раствора патулина в смеси бензола и ацетонитрила (П-10)	серийное	30.08.2026
ГСО 7938–2001	СО состава раствора патулина в смеси бензола и ацетонитрила (П-100)	серийное	30.08.2026
ГСО 7939–2001	СО состава раствора дезоксиниваленола в ацетонитриле (Д-20)	серийное	30.08.2026
ГСО 7940–2001	СО состава раствора дезоксиниваленола в ацетонитриле (Д-100)	серийное	30.08.2026
ГСО 7941–2001	СО состава раствора охратоксина А в смеси бензола и уксусной кислоты (О-50)	серийное	30.08.2026
ГСО 7942–2001	СО состава раствора Т-2 токсина в бензоле (Т-2–100)	серийное	30.08.2026
ГСО 7943–2001	СО состава раствора зеараленона в бензоле (З-20)	серийное	30.08.2026
ГСО 7944–2001	СО состава раствора зеараленона в бензоле (З-100)	серийное	30.08.2026
ГСО 8765–2006	СО состава О-метил-О'-изобутилметилфосфоната	серийное	09.07.2026
ГСО 8811–2006	СО состава О-изобутилметилфосфоната	серийное	09.07.2026
ГСО 9391–2009	СО содержания микропримесей серы в нефтепродуктах (ССН-ВНИИМ-5)	серийное	09.07.2026
ГСО 9392–2009	СО содержания микропримесей серы в нефтепродуктах (ССН-ВНИИМ-10)	серийное	09.07.2026
ГСО 9393–2009	СО содержания микропримесей серы в нефтепродуктах (ССН-ВНИИМ-20)	серийное	09.07.2026
ГСО 9394–2009	СО содержания микропримесей серы в нефтепродуктах (ССН-ВНИИМ-30)	серийное	09.07.2026

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство СО	Действует до
ГСО 9395–2009	СО содержания микропримесей серы в нефтепродуктах (ССН-ВНИИМ-40)	серийное	09.07.2026
ГСО 9396–2009	СО содержания микропримесей серы в нефтепродуктах (ССН-ВНИИМ-50)	серийное	09.07.2026
ГСО 7967–2001	СО гранулометрического состава Д040 (монодисперсный полистирольный латекс)	серийное	09.07.2026
ГСО 7968–2001	СО гранулометрического состава Д050 (монодисперсный полистирольный латекс)	серийное	09.07.2026
ГСО 7439–98	СО состава раствора ионов натрия (комплект 10К)	серийное	09.07.2026
ГСО 7440–98	СО состава раствора ионов ртути (комплект 12К)	серийное	09.07.2026
ГСО 7441–98	СО состава раствора ионов хрома (VI) (комплект 14К)	серийное	09.07.2026
ГСО 7442–98	СО состава раствора ионов никеля (комплект 11К)	серийное	09.07.2026
ГСО 7443–98	СО состава раствора ионов марганца (II) (комплект 8К)	серийное	09.07.2026
ГСО 7444–98	СО состава раствора ионов меди (комплект 9К)	серийное	09.07.2026
ГСО 7445–98	СО состава раствора ионов магния (комплект 7К)	серийное	09.07.2026
ГСО 7446–98	СО состава раствора ионов цинка (комплект 15К)	серийное	09.07.2026
ГСО 7447–98	СО состава раствора ионов свинца (комплект 13К)	серийное	09.07.2026
ГСО 7448–98	СО состава раствора ионов кобальта (комплект 6К)	серийное	09.07.2026
ГСО 7449–98	СО состава раствора ионов калия (комплект 5К)	серийное	09.07.2026
ГСО 7450–98	СО состава раствора ионов железа (III) (комплект 3К)	серийное	09.07.2026
ГСО 7451–98	СО состава раствора ионов кадмия (комплект 4К)	серийное	09.07.2026
ГСО 7452–98	СО состава раствора ионов аммония (комплект 2К)	серийное	09.07.2026
ГСО 7453–98	СО состава раствора ионов алюминия (комплект 1К)	серийное	09.07.2026
ГСО 7454–98	СО состава раствора нитрат-ионов (комплект 17А)	серийное	09.07.2026
ГСО 7455–98	СО состава раствора нитрит-ионов (комплект 16А)	серийное	09.07.2026
ГСО 7456–98	СО состава раствора хлорид-ионов (комплект 19А)	серийное	09.07.2026
ГСО 7457–98	СО состава раствора сульфат-ионов (комплект 18А)	серийное	09.07.2026
ГСО 9100–2008	СО состава раствора натрия гидроксида (26 NaOH-5)	серийное	09.07.2026
ГСО 9101–2008	СО массовой концентрации сухого остатка воды (комплект 37СО)	серийное	09.07.2026
ГСО 10613–2015	СО массовых долей примесей в коксе нефтяном прокаленном (РУСАЛ КНП)	серийное	10.07.2026
ГСО 10783–2016	СО массовой доли золота в угле активированном (ЗАУ-1)	серийное	01.07.2026

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство СО	Действует до
ГСО 10784–2016	СО массовой доли золота в угле активированном (ЗАУ-2)	серийное	01.07.2026
ГСО 10785–2016	СО массовых долей золота и серебра в угле активированном (ЗАУ-3)	серийное	01.07.2026
ГСО 10786–2016	СО массовой доли золота в смоле ионообменной (ЗИС-1)	серийное	01.07.2026
ГСО 10787–2016	СО массовой доли золота в смоле ионообменной (ЗИС-2)	серийное	01.07.2026
ГСО 10788–2016	СО массовой доли золота в смоле ионообменной (ЗИС-3)	серийное	01.07.2026
ГСО 10796–2016/ ГСО 10798–2016	СО массовой доли воды в органической жидкости (набор ВОЖСО УНИИМ)	серийное	30.08.2026
ГСО 2129–89	СО удельных магнитных потерь (сталь электротехническая холоднокатаная анизотропная) комплект СОТЭСЛ	серийное	30.08.2026
ГСО 2215–81	СО состава калия двуххромовокислого (бихромата калия) 1-го разряда	серийное	30.08.2026
ГСО 10800–2016	СО состава меди высокой чистоты (Cu СО УНИИМ)	серийное	30.08.2026
ГСО 10816–2016	СО состава железа высокой чистоты (Fe СО УНИИМ)	серийное	26.09.2026
ГСО 8754–2006	СО состава золота лигатурного (СО 1)	серийное	30.08.2026
ГСО 8755–2006	СО состава золота лигатурного (СО 2)	серийное	30.08.2026
ГСО 8756–2006	СО состава золота лигатурного (СО 3)	серийное	30.08.2026
ГСО 8757–2006	СО состава золота лигатурного (СО 4)	серийное	30.08.2026
ГСО 8758–2006	СО состава золота лигатурного (СО 5)	серийное	30.08.2026
ГСО 8759–2006	СО состава золота лигатурного (СО 6)	серийное	30.08.2026
ГСО 8760–2006	СО состава золота лигатурного (СО 7)	серийное	30.08.2026
ГСО 8761–2006	СО состава золота лигатурного (СО 8)	серийное	30.08.2026
ГСО 8762–2006	СО состава золота лигатурного (СО 9)	серийное	30.08.2026
ГСО 8763–2006	СО состава золота лигатурного (СО 10)	серийное	30.08.2026
ГСО 10766–2016	СО состава дигидрокверцетина (ГСО-ДКВ-АМЕТИС)	серийное	25.05.2026
ГСО 10753–2016	СО фосфазида (СО Никавир «АЗТ ФАРМА К.Б.»)	серийное	19.04.2026
ГСО 10760–2016	СО состава дибенз-1,4-оксазепина	серийное	06.05.2026
ГСО 10761–2016	СО состава хлорацетофенона	серийное	06.05.2026
ГСО 10762–2016	СО состава 2-хлорбензилиденмалонодинитрила	серийное	06.05.2026
ГСО 7903–2001	СО поглощенной дозы фотонного и электронного излучений (сополимер с феназиновым красителем)СО ПД(Ф)Р-30/200	серийное	20.06.2026
ГСО 7904–2001	СО поглощенной дозы фотонного и электронного излучений (сополимер с феназиновым красителем)СО ПД(Ф)Э-5/50	серийное	20.06.2026

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство СО	Действует до
ГСО 10056–2011	СО массовой доли воды в органической жидкости (СО ВФ-ПА-1)	серийное	23.11.2026
ГСО 10801–2016	СО массовой доли общего осадка в остаточных топливах (имитатор) (СО ООТ-ПА)	серийное	30.08.2026
ГСО 10817–2016	СО состава минерального удобрения (СО СМУ-ПА)	серийное	26.09.2026
ГСО 10763–2016	СО счетной концентрации частиц в масле (МППМ-1)	серийное	06.05.2026
ГСО 9923–2011	СО массовой доли серы в светлых нефтепродуктах (изооктане) (ССН-0,02-НС)	серийное	30.08.2026
ГСО 9926–2011	СО массовой доли серы в светлых нефтепродуктах (изооктане) (ССН-0,20-НС)	серийное	30.08.2026
ГСО 9927–2011	СО массовой доли серы в светлых нефтепродуктах (изооктане) (ССН-0,50-НС)	серийное	30.08.2026
ГСО 9924–2011	СО массовой доли серы в светлых нефтепродуктах (изооктане) (ССН-0,05-НС)	серийное	30.08.2026
ГСО 9925–2011	СО массовой доли серы в светлых нефтепродуктах (изооктане) (ССН-0,10-НС)	серийное	30.08.2026
ГСО 10597–2015	СО состава искусственной газовой смеси в азоте (N ₂ -П-1)	серийное	10.07.2026
ГСО 10598–2015	СО состава искусственной газовой смеси в азоте (N ₂ -П-2)	серийное	10.07.2026
ГСО 10599–2015	СО состава искусственной газовой смеси в воздухе (Air-П-1)	серийное	10.07.2026
ГСО 10600–2015	СО состава искусственной газовой смеси в воздухе (Air-П-2)	серийное	10.07.2026
ГСО 10601–2015	СО состава искусственной газовой смеси в аргоне (Ar-П-1)	серийное	10.07.2026
ГСО 10602–2015	СО состава искусственной газовой смеси в аргоне (Ar-П-2)	серийное	10.07.2026
ГСО 10603–2015	СО состава искусственной газовой смеси в водороде (H ₂ -П-1)	серийное	10.07.2026
ГСО 10604–2015	СО состава искусственной газовой смеси в водороде (H ₂ -П-2)	серийное	10.07.2026
ГСО 10605–2015	СО состава искусственной газовой смеси в гелии (He-П-1)	серийное	10.07.2026
ГСО 10606–2015	СО состава искусственной газовой смеси в гелии (He-П-2)	серийное	10.07.2026
ГСО 10607–2015	СО состава искусственной газовой смеси серосодержащих соединений (S-П-2)	серийное	10.07.2026
ГСО 10608–2015	СО состава искусственной газовой смеси в кислороде (O ₂ -П-1)	серийное	10.07.2026
ГСО 10609–2015	СО состава искусственной газовой смеси углеводородов (ИПГ-П-1)	серийное	10.07.2026
ГСО 10612–2015	СО состава искусственной смеси сжиженных углеводородных газов (ШФЛУ-П-1)	серийное	10.07.2026
ГСО 8465–2003	СО массовой доли железа, осажденного на фильтр из водного раствора (комплект, Fe)	серийное	20.06.2026

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство СО	Действует до
ГСО 8466–2003	СО массовой доли меди, осажденной на фильтр из водного раствора (комплект, Cu)	серийное	20.06.2026
ГСО 8468–2003	СО массовой доли титана, осажденного на фильтр из водного раствора (комплект, Ti)	серийное	20.06.2026
ГСО 8472–2003	СО массовой доли магния, осажденного на фильтр из водного раствора (комплект, Mg)	серийное	20.06.2026
ГСО 8473–2003	СО массовой доли кремния, осажденного на фильтр из водного раствора (комплект, Si)	серийное	20.06.2026
ГСО 8479–2003	СО массовой доли молибдена, осажденного на фильтр из водного раствора (комплект, Mo)	серийное	20.06.2026
ГСО 8480–2003	СО массовой доли ванадия, осажденного на фильтр из водного раствора (комплект, V)	серийное	20.06.2026
ГСО 8481–2003	СО массовой доли олова, осажденного на фильтр из водного раствора (комплект, Sn)	серийное	20.06.2026
ГСО 8482–2003	СО массовой доли вольфрама, осажденного на фильтр из водного раствора (комплект, W)	серийное	20.06.2026
ГСО 8483–2003	СО массовой доли кальция, осажденного на фильтр из водного раствора (комплект, Ca)	серийное	20.06.2026
ГСО 8486–2003	СО массовой доли железа, кобальта, меди, никеля, осажденных на фильтр из водного раствора (МО-3)	серийное	20.06.2026
ГСО 7886–2001	СО минерального состава воды природной (СО МСВ А1)	серийное	20.06.2026
<i>Приказ Росстандарта № 1530 от 29.07.2021 г.</i>			
ГСО 9867–2011	СО массовой концентрации хлористых солей в нефтепродуктах (СО ХСН-ПА-1)	серийное	20.06.2026
ГСО 9868–2011	СО массовой концентрации хлористых солей в нефтепродуктах (СО ХСН-ПА-2)	серийное	20.06.2026
ГСО 9893–2011	СО массовой доли серы в темных нефтепродуктах (СО СУ-ПА)	серийное	20.06.2026
ГСО 9922–2011	СО массовой доли воды в органической жидкости (СО ВФ-ПА-2)	серийное	20.06.2026
ГСО 10750–2016	СО фракционного состава бензина (СО ФС-Б-ПА)	серийное	19.04.2026
ГСО 10751–2016	СО фракционного состава реактивного топлива (СО ФС-РТ-ПА)	серийное	19.04.2026
ГСО 10752–2016	СО фракционного состава дизельного топлива (СО ФС-ДТ-ПА)	серийное	19.04.2026
ГСО 10759–2011	СО кислотного числа нефтепродуктов (СО КЧ-ПА)	серийное	06.05.2026
ГСО 10765–2016	СО свойств нефтяного битума (СО БИТ-ПА)	серийное	18.05.2026
ГСО 9913–2011	СО молярной концентрации холестерина в крови	серийное	30.08.2026

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство СО	Действует до
ГСО 9914–2011	СО жесткости воды (комплект 36Ж)	серийное	30.08.2026
ГСО 9915–2011	СО состава раствора фенола в этаноле	серийное	30.08.2026
ГСО 9866–2011	СО состава ДНК СОИ (комплект ГМ–СОЯ–ВНИИМ)	серийное	30.08.2026
ГСО 9726–2010	СО плотности асфальтобетона (комплект)	серийное	30.10.2026
ГСО 10030–2011	СО параметров шаговой структуры в тонком слое монокристаллического кремния	серийное	23.11.2026
ГСО 10821–2016/ ГСО 10824–2016	СО состава угля (набор УГ-67СО ЛЕКО)	серийное	20.10.2026
ГСО 7969–2001	СО состава водных растворов этанола (комплект ВРЭ-1)	серийное	30.08.2026
ГСО 10660–2015	СО дифракционных свойств кристаллической решетки (купрат иттрия-бария), ПРФС-23 а, в	серийное	10.09.2026
<i>Приказ Росстандарта № 1810 от 19.08.2021 г.</i>			
ГСО 9442–2009	СО диаметра полистироновых сфер (SRM 1963a)	единичное	31.03.2022
ГСО 9443–2009	СО диаметра полистироновых сфер (SRM 1964)	единичное	31.03.2022
<i>Приказ Росстандарта № 1898 от 30.08.2021 г.</i>			
ГСО 7966–2001	СО состава меди черновой (комплект МБЧ)	единичное	01.06.2027
ГСО 10063–2012	СО состава кобальта (комплект ЭК)	единичное	01.06.2031
<i>Приказ Росстандарта № 1899 от 30.08.2021 г.</i>			
ГСО 10650–2015	СО состава искусственной газовой смеси в азоте (N ₂ -НЦ-0)	серийное	10.09.2026
ГСО 10651–2015	СО состава искусственной газовой смеси в азоте (N ₂ -НЦ-1)	серийное	10.09.2026
ГСО 10652–2015	СО состава искусственной газовой смеси в азоте (N ₂ -НЦ-2)	серийное	10.09.2026
ГСО 10653–2015	СО состава искусственной газовой смеси в воздухе (Air-НЦ-1)	серийное	10.09.2026
ГСО 10654–2015	СО состава искусственной газовой смеси в воздухе (Air-НЦ-2)	серийное	10.09.2026
ГСО 10655–2015	СО состава искусственной газовой смеси в гелии C ₃ H ₈ /He	серийное	10.09.2026
ГСО 10665–2015	СО состава искусственной газовой смеси в азоте (N ₂ -КР-1)	серийное	30.10.2026
ГСО 10666–2015	СО состава искусственной газовой смеси в аргоне (Ar-КР-1)	серийное	30.10.2026
ГСО 10667–2015	СО состава искусственной газовой смеси в воздухе (AIR-КР-1)	серийное	30.10.2026
ГСО 10668–2015	СО состава искусственной газовой смеси в кислороде (O ₂ -КР-1)	серийное	30.10.2026
ГСО 10847–2016	СО состава цеолита (СО cSmartCal)	серийное	25.11.2026
ГСО 10013–2011	СО массовой доли магния в твердой основе (КО-03)	серийное	20.10.2026
ГСО 10014–2011	СО массовой доли алюминия в твердой основе (КО-04)	серийное	20.10.2026
ГСО 10015–2011	СО массовой доли кальция и фосфора в твердой основе (КО-79)	серийное	20.10.2026

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство СО	Действует до
ГСО 10016–2011	СО массовой доли оксида кремния в твердой основе (КО-81)	серийное	20.10.2026
ГСО 10017–2011	СО массовой доли кобальта в твердой основе (КО-83)	серийное	20.10.2026
ГСО 10018–2011	СО массовой доли свинца в твердой основе (КО-91)	серийное	20.10.2026
ГСО 10019–2011	СО массовой доли стронция в твердой основе (КО-98)	серийное	20.10.2026
ГСО 10020–2011	СО массовой доли титана в твердой основе (КО-100)	серийное	20.10.2026
ГСО 10021–2011	СО массовой доли натрия и хлора в твердой основе (КО-107)	серийное	20.10.2026
ГСО 10022–2011	СО массовой доли борной кислоты в твердой основе (КО-163)	серийное	20.10.2026
ГСО 10023–2011	СО состава искусственной мочи	серийное	20.10.2026
ГСО 10826–2016	СО состава цинкбацитрацина	серийное	20.10.2026
ГСО 10886–2017	СО состава энрофлоксацина	серийное	02.05.2027
ГСО 10890–2017	СО состава окситетрациклина гидрохлорида	серийное	31.05.2027
ГСО 10856–2016	СО состава искусственной смеси – имитатор сжиженных углеводородных газов (СУГ-Ю-0)	серийное	30.12.2026
ГСО 10857–2016	СО состава искусственной смеси – имитатор конденсата газового нестабильного (КГН-Ю-0)	серийное	30.12.2026
<i>Приказ Росстандарта № 1900 от 30.08.2021 г.</i>			
ГСО 9727–2010	СО состава раствора ионов серебра	серийное	19.11.2026
ГСО 9728–2010	СО состава раствора сульфид-ионов	серийное	19.11.2026
ГСО 9729–2010	СО состава раствора ионов кремния (КР-1)	серийное	19.11.2026

ИНФОРМАЦИЯ ДЛЯ АВТОРОВ И ЧИТАТЕЛЕЙ

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

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

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

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

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

ОСНОВНЫЕ РАЗДЕЛЫ ЖУРНАЛА:

Передовая статья

- Научно-методические подходы, концепции

Оригинальные статьи

- Эталоны
- Разработка, производство стандартных образцов
- Применение стандартных образцов
- Сличения стандартных образцов
- Современные методы анализа веществ и материалов

Методические материалы. Нормативы. Стандарты. Международные стандарты.

Переводы

Материалы конференций

Информация. Новости. События

Журнал осуществляет научное рецензирование («двустороннее слепое») всех поступающих в редакцию материалов с целью экспертной оценки.

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

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

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

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

Статьи, содержащие результаты диссертационных работ, публикуются вне очереди.

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

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

Журнал входит:

в Перечень российских рецензируемых научных журналов, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученых степеней доктора и кандидата наук по группе специальностей 05.11.00 – приборостроение, метрология и информационно-измерительные приборы и системы;

Международный справочник научных изданий Ulrichsweb Global Serials Directory;

Базы данных Всероссийского института научной и технической информации Российской академии наук (ВИНИТИ РАН)

Журнал индексируется и архивируется в:
Российской государственной библиотеке;
Российском индексе научного цитирования (РИНЦ);
электронной библиотеке «КиберЛенинка»

Журнал является членом Cross Ref.

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



