

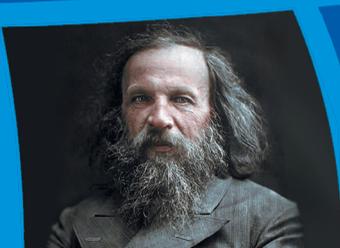
ISSN 2687-0886

# ЭТАЛОНЫ СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Том Vol. **18**

№ **3**

2022



Measurement standards  
Reference materials

Издание зарегистрировано Федеральной службой по надзору в сфере связи, информационных технологий и массовых коммуникаций, номер свидетельства печатного СМИ ПИ № ФС77-78423 от 29 мая 2020 г.; номер свидетельства сетевого СМИ Эл № ФС77-79330 от 09 октября 2020 г. ISSN 2687-0886 (Print)

**УЧРЕДИТЕЛЬ ЖУРНАЛА**

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ») 190005, г. Санкт-Петербург, пр. 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.rmjournal.ru

Основной целью журнала является аккумулирование научно-технических знаний в области метрологии. Приоритетная задача журнала состоит в создании открытой площадки для обмена информацией, отражающей результаты научных и прикладных исследований, которые связаны с вопросами разработки и внедрения эталонов единиц физических величин; стандартных образцов как средств передачи единицы величины, а также с вопросами разработки новых подходов создания и применения стандартных образцов. В журнале также публикуются исследования по изысканию и использованию физических и химических эффектов с целью создания новых и совершенствования существующих методов и средств измерений высшей точности; освещаются нормативные документы и международные работы, связанные со средствами измерений высшей точности и стандартными образцами.

**ГЛАВНЫЙ РЕДАКТОР**

**Медведевских Сергей Викторович**  
канд. техн. наук, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия

**ЗАМЕСТИТЕЛЬ ГЛАВНОГО РЕДАКТОРА**

**Окрепилов Михаил Владимирович**  
д-р техн. наук, доцент, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия

**РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ**

**Собина Егор Павлович**  
д-р техн. наук, УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», г. Екатеринбург, Россия

**Кремлева Ольга Николаевна**  
УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»,

Журнал издаётся с 2005 г., до 2020 г. издавался под названием «Стандартные образцы». Периодичность издания – 4 раза в год.

Журнал входит в список рекомендованных для публикации ВАК по группе специальностей: 2.2.4. Приборы и методы измерения (по видам измерений); 2.2.8. Методы и приборы контроля и диагностики материалов, изделий, веществ и природной среды; 2.2.10. Метрология и метрологическое обеспечение (технические науки); 2.2.12. Приборы, системы и изделия медицинского назначения. Входит в базу данных «Russian Science Citation Index», «Белый список». Электронные версии статей размещены на сайте журнала, Российской государственной библиотеки, Научной электронной библиотеки eLIBRARY.RU, электронной библиотеки «КиберЛенинка», Google Scholar, в базах данных Всероссийского института научной и технической информации Российской академии наук (ВИНИТИ РАН) и др.

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

**РЕДАКЦИОННЫЙ СОВЕТ**

**Катков Александр Сергеевич**  
д-р техн. наук, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия

**Конопелько Леонид Алексеевич**  
д-р техн. наук, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия

**Крылов Анатолий Иванович**  
д-р хим. наук, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия

**Литвинов Борис Яковлевич**  
д-р техн. наук, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия

**Осинцева Елена Валерьевна**  
канд. хим. наук, ООО «Югра-ПГС», г. Сургут, Россия

**Походун Анатолий Иванович**  
д-р техн. наук, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия

**Слаев Валерий Абдулович**  
д-р техн. наук, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия

**Степановских Валерий Васильевич**  
канд. техн. наук, ЗАО «Институт стандартных образцов», г. Екатеринбург, Россия

**Сясько Владимир Александрович**  
д-р техн. наук, ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский горный университет», г. Санкт-Петербург, Россия

**Чуновкина Анна Гурьевна**  
д-р техн. наук, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия

**Шелехова Наталья Викторовна**  
д-р техн. наук, ВНИИПБТ – филиал ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии», Москва, Россия

**ОТВЕТСТВЕННЫЙ СЕКРЕТАРЬ**

**Когновицкая Елена Андреевна**  
канд. физ.-мат. наук, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия

**ТЕХНИЧЕСКИЙ СЕКРЕТАРЬ**

**Тараева Наталия Сергеевна**

**КОРРЕКТОР**

**Бортникова Алена Валерьевна**

**ВЕРСТКА, ЦВЕТКОРРЕКЦИЯ**

**Таскаев Владислав Васильевич**

Подписной индекс в электронном каталоге агентств «Пресса России» – Е 102263.

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. Знаком информационной продукции не маркируется.

Подписано в печать 30.09.2022.  
Дата выхода в свет 15.10.2022.  
Формат 60×90 1/8. Печать офсетная.  
Бумага ВХИ. Усл. печ. л. 11,16.  
Тираж 200 экз. Заказ № 16565.

Свободная цена.

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

The publication is registered by Roskomnadzor.  
Certificate of registration of the printed publication: PI No. FS 77-78423 dated May 29, 2020. Certificate of registration of the electronic publication: EI No. FS 77-79330 dated October 9, 2020.  
ISSN 2687-0886 (Print)

**FOUNDER:**

D.I. Mendeleev Institute for Metrology,  
19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia

**EDITORIAL OFFICE & PUBLISHER**

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

The main purpose of the journal is the accumulation of scientific and technical knowledge in the field of metrology. The priority task of the journal is to create an open platform for the exchange of information reflecting the results of scientific and applied research related to the development and implementation of measurement standards, as well as new approaches in the field of creation and application of reference materials. The journal also publishes research on the discovery and use of physical and chemical effects in order to create new and improve existing methods and measuring instruments of the highest accuracy; normative documents and international works related to measuring instruments of the highest accuracy and reference materials are covered.

**EDITOR-IN-CHIEF****Sergey V. Medvedevskikh**

Cand. Sci. (Eng.), D.I. Mendeleev Institute for Metrology,  
Saint Petersburg, Russia

**DEPUTY CHIEF EDITOR****Mikhail V. Okrepilov**

Dr. Sci. (Eng.), D.I. Mendeleev Institute for Metrology,  
Saint Petersburg, Russia

**EDITORIAL TEAM****Egor P. Sobina**

Dr. Sci. (Eng.), UNIIM – Affiliated Branch of the D.I. Mendeleev Institute for Metrology, Yekaterinburg, Russia

**Olga N. Kremleva**

UNIIM – Affiliated Branch of the D.I. Mendeleev Institute for Metrology,  
Yekaterinburg, Russia

The journal has been published since 2005, until 2020 it was published under the name "Reference materials". The frequency of publication is 4 times a year.

The journal is included in the list recommended for publication by the Higher Attestation Commission for the group of specialties: 2.2.4. Devices and measurement technique (by type of measurement); 2.2.8. Methods and devices for monitoring and diagnosing of materials, products, substances and natural environment; 2.2.10. Metrology and metrological provision (technical sciences); 2.2.12. Devices, systems and products for medical purposes. The journal is included in the database of the Russian Science Citation Index, «White List». Electronic versions of the articles are posted on the website of the journal, the Russian State Library, the Scientific Electronic Library eLIBRARY.RU, the CyberLeninka electronic library, Google Scholar, the databases of the All-Russian Institute of Scientific and Technical Information of the Russian Academy of Sciences (VINITI RAS), etc.

All rights reserved. Authors and advertisers are responsible for the accuracy of the information published in articles and advertising materials, as well as for the fact that the materials do not contain data that are not subject to open publication. The opinion of the editors does not always coincide with the authors' view.

**EDITORIAL BOARD****Anna G. Chunovkina**

Dr. Sci. (Eng.), D.I. Mendeleev Institute for Metrology,  
Saint Petersburg, Russia

**Aleksandr S. Katkov**

Dr. Sci. (Eng.), D.I. Mendeleev Institute for Metrology,  
Saint Petersburg, Russia

**Leonid A. Konopelko**

Dr. Sci. (Eng.), D.I. Mendeleev Institute for Metrology,  
Saint Petersburg, Russia

**Anatoliy I. Krylov**

Dr. Sci. (Chem.), D.I. Mendeleev Institute for Metrology,  
Saint Petersburg, Russia

**Boris Ya. Litvinov**

Dr. Sci. (Eng.), D.I. Mendeleev Institute for Metrology,  
Saint Petersburg, Russia

**Elena V. Osintseva**

Cand. Sci. (Chem.), Yugra-PGS, Surgut, Russia

**Anatoliy I. Pokhodun**

Dr. Sci. (Eng.), D.I. Mendeleev Institute for Metrology,  
Saint Petersburg, Russia

**Valeriy A. Slayev**

Dr. Sci. (Eng.), D.I. Mendeleev Institute for Metrology,  
Saint Petersburg, Russia

**Valeriy V. Stepanovskikh**

Cand. Sci. (Eng.), Institute for Reference Materials,  
Yekaterinburg, Russia

**Vladimir A. Syasko**

Dr. Sci. (Eng.), Saint-Petersburg Mining University,  
Saint Petersburg, Russia

**Natalya V. Shelekhova**

Dr. Sci. (Eng.), Russian Scientific Research Institute of Food Biotechnology,  
Moscow, Russia

**EXECUTIVE SECRETARY****Elena A. Kognovitskaya**

Cand. Sci. (Phys.-Math.), D.I. Mendeleev Institute for Metrology,  
Saint Petersburg, Russia

**TECHNICAL SECRETARY****Natalia S. Taraeva**

UNIIM – Affiliated Branch of the D.I. Mendeleev Institute for Metrology,  
Yekaterinburg, Russia

**PROOF-READER****Alena V. Bortnikova****LAYOUT, COLOUR CORRECTION****Vladislav V. Taskaev**

Subscription index in the electronic catalog of agencies «Pressa Rossii» – E 102263. Reprinting of materials in whole or in part for educational or research purposes is possible only with reference to the journal's imprint with the obligatory indication of the copyright holder and the authors' names.

Signed for printing: 30.09.2022.

Date of publication: 15.10.2022.

Sheet size 60×90 1/8. Offset printing.

Royal paper. Conventional printed sheets 11.16.

Number of copies 200. Order No 16565.

The journal is not marked with the sign of information products.

Printed by LLC Publishing and Printing House «Alfa Print»  
2 Avtomatiki ave., Yekaterinburg, 620049, Russia



## ЭТАЛОНЫ

И. Ю. Шмигельский,  
Д. В. Андреев, А. Ф. Остривной,  
В. В. Сычев

**5** Требования к эталонам единицы силы, применяемым для поверки  
большегрузных весов

Р. Э. Кувандыков

**17** О возможности применения деформационно-частотного способа  
измерения абсолютного давления газа в эталонных вакуумметрах

## СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

А. А. Спиридонова,  
В. Н. Кудияров, А. М. Лидер

**29** Стандартные образцы для градуировки анализатора водорода при  
высокой концентрации

## СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

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

**41** Алгоритм определения чистоты чистых органических веществ  
фталатов косвенным методом массового баланса

## В ПОРЯДКЕ ОБСУЖДЕНИЯ

А. А. Попов

**57** Цифровизация обеспечения метрологической прослеживаемости  
средств измерений и стандартных образцов через облачные  
технологии: современное состояние и перспективы развития

## РЕЕСТР УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ, ПРЕДСТАВЛЕННЫХ В ФЕДЕРАЛЬНОМ ИНФОРМАЦИОННОМ ФОНДЕ

Суслова В. В.

**71** Сведения о новых типах стандартных образцов

Суслова В. В.

**87** Сведения о стандартных образцах утвержденных типов, в которые  
были внесены изменения в части срока действия утвержденного типа  
стандартного образца



**MEASUREMENT STANDARDS**

I. Yu. Shmigelsky, D. V. Andreev, **5** Requirements for Force Standards Used for Verification of Heavy Scales  
A. F. Ostrivnoi, V. V. Sychev

R. E. Kuvandykov **17** On the Possibility of Using the Strain-Frequency Method for Measuring the  
Absolute Gas Pressure in Reference Vacuum Gauges

**REFERENCE MATERIALS**

A. A. Spiridonova, V. N. Kudiyarov, **29** Development of Reference Materials for Calibration of the Hydrogen  
Analyzer at High Concentration  
A. M. Lider

**CONTEMPORARY METHODS OF MATTERS AND MATERIALS ANALYSIS**

A. Y. Mikheeva, A. G. Budko, **41** Algorithm for Determining the Purity of Pure Organic Phthalates by the  
Indirect Mass Balance Method  
A. I. Krylov

A. A. Popov **57** Digitalization of Ensuring Metrological Traceability of Measuring  
Instruments and Reference Materials through Cloud-Based Technologies:  
Current State and Development Prospects

**ASPECTS OF MAINTAINING THE STATE REGISTER  
OF TYPE APPROVED REFERENCE MATERIALS**

V. V. Suslova **71** Data on new Reference Materials Approved

V. V. Suslova **87** Data on Type Approved Reference Materials the Validity Period  
of which has been Extended



## ЭТАЛОНЫ

Научная статья  
УДК 006.91:681.26:621.317.089.68  
<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-3-5-16>



# Требования к эталонам единицы силы, применяемым для поверки большегрузных весов

И. Ю. Шмигельский ✉, Д. В. Андреев, А. Ф. Остривной, В. В. Сычев

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», Санкт-Петербург, Россия  
✉ [i.y.shmigelskiy@vniim.ru](mailto:i.y.shmigelskiy@vniim.ru)

**Аннотация:** В данной статье рассматривается проблема поверки большегрузных весов существующими на данный момент методами, которые подразумевают использование эталонных гирь, а также возможность расширения области применения эталонов силы для поверки большегрузных весов. Суть обозначенных вопросов состоит: в наличии технологических и экономических трудностей при применении данных методов передачи единицы величины; в несоответствии нормируемых метрологических характеристик средств измерений массы и эталонов силы.

Авторами предложен новый метод передачи единицы величины большегрузным весам с применением силовоспроизводящих гидравлических машин в качестве эталонов единицы силы. В ходе исследования опробован данный метод, а также сформулированы требования к эталонам силы, применяемым для поверки большегрузных весов, и проведены экспериментальные исследования в целях проверки соответствия эталонов силы этим требованиям. На примере гидравлических силовоспроизводящих машин показано соответствие эталонов силы данным требованиям.

Описан подход к метрологическому обеспечению измерений больших масс с применением эталонов единицы силы. Новый метод передачи единицы величины на основе этого подхода имеет перспективу стать самым распространенным и доступным методом поверки большегрузных весов ввиду относительной простоты реализации данного метода. Поэтому целесообразно расширить области применения существующих эталонов силы 1 разряда.

**Ключевые слова:** эталон, измерения массы, поверка, большегрузные весы, силовоспроизводящие машины

**Используемые сокращения:** ГПС для СИ массы – государственная поверочная схема для средств измерений массы; ГПЭ – государственный первичный эталон; СИ – средства измерений; НИЛ – научно-исследовательская лаборатория

**Ссылка при цитировании:** Требования к эталонам единицы силы, применяемым для поверки большегрузных весов / И. Ю. Шмигельский [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2022. Т. 18, № 3. С. 5–16. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-3-5-16>

Статья поступила в редакцию 10.05.2022; одобрена после рецензирования 25.06.2022; принята к публикации 25.09.2022.

## MEASUREMENT STANDARDS

Research Article

# Requirements for Force Standards Used for Verification of Heavy Scales

Ilya Yu. Shmigelsky ✉, Dmitrii V. Andreev, Aleksandr F. Ostrivnoi, Vladimir V. Sychev

D. I. Mendeleev Institute for Metrology, St. Petersburg, Russia

✉ i.y.shmigelskiy@vniim.ru

**Abstract:** This article discusses the problem of verification of heavy scales by currently existing methods that involve the use of reference weights and the possibility of expanding the scope of force standards for verification of heavy scales. The essence of the problem is the existence of technological and economic difficulties in the application of these methods of transferring a measurement unit, as well as the incompatibility between the normalized metrological characteristics of mass measuring instruments and force standards.

The authors proposed a new method for transferring a measurement unit to heavy scales using force-reproducing hydraulic machines as force standards. Within the research, this method was tested, the requirements for force standards used for verification of heavy scales were formed, and experimental studies were carried out in order to verify the compliance of force standards with these requirements. On the example of hydraulic force-reproducing machines, the compliance of force standards with these requirements was shown.

There is described an approach to the metrological support of measurements of large masses using force standards. In view of the relative ease of the method implementation, a new method of transferring a measurement unit based on this approach has the prospect of becoming the most common and accessible method for verification of heavy scales. Therefore, it is advisable to expand the scope of existing 1<sup>st</sup> category force standards.

**Keywords:** standards, mass measurement, verification, heavy scales, force-reproducing hydraulic machines

**Abbreviations used in the article:** SPS – state primary standard; MI – measuring instruments, SRL – science research laboratory

**For citation:** Shmigelsky I. Yu., Andreev D. V., Ostrivnoi A. F., Sychev V. V. Requirements for Force Standards Used for Verification of Heavy Scales *Measurement Standards. Reference Materials*. 2022;18(3): 5–16. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-3-5-16> (In Russ.).

The article was submitted 10.05.2022; approved after reviewing 25.06.2022; accepted for publication 25.09.2022.

### Введение

Поверка большегрузных весов существующими на данный момент методами [1] влечет за собой технологические и экономические трудности, которые представляют собой отсутствие достаточного количества эталонных гирь у поверочных организаций, высокие затраты ресурсов предприятия на аренду необходимого оборудования для перевозки и установки гирь, длительность процесса поверки, а также возможность перевозки гирь к месту поверки. Важность данного исследования обоснована возможностью решить данные проблемы, которые возникают в ходе поверки с помощью гирь.

Известно, что подкладные и крановые весы могут конструктивно быть установлены в рабочую область гидравлической силовоспроизводящей машины, поэтому представляется логичным при соответствии требованиям эталона проводить поверки [7, с. 17] данных средств измерений с помощью гидравлических силовоспроизводящих машин. Другие большегрузные весы также могут быть поверены с их помощью, но другими способами, также с использованием эталонов силы.

Целью настоящего исследования является рассмотрение возможности применения нового метода поверки большегрузных весов и определение соответствия метрологических характеристик

силовоспроизводящих машин, принадлежащих ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», в качестве средства поверки большегрузных весов согласно требованиям, предъявляемым к эталонам, заимствованным из других ГПС для СИ массы<sup>1</sup>.

В последнее десятилетие промышленность начала производить высокоточные силовоспроизводящие машины, основанные на принципах гидравлического нагружения с применением тензорезисторного датчика, находящегося в силовой цепи.

Такие машины в настоящее время применяются для метрологического обеспечения динамометров и силоизмерительных датчиков.

В машинах применяется обратная связь, замкнутая на вторичном электронном преобразователе. Схема взаимодействия элементов управления в общем виде представлена на рис. 1 (с применением обратной связи). Вторичный электронный преобразователь измеряет выходной сигнал с датчика в виде мВ/В с относительной погрешностью порядка  $10^{-6}$ .

Особенностью системы управления и выхода на режим при задании нагрузки в таких силовоспроизводящих машинах является то, что при создании нагрузки в гидравлической системе применяются два сервопривода, один из которых работает с постоянным количеством оборотов, а второй по каналу обратной связи компенсирует случайные колебания поршня в составе цилиндра первого сервопривода и отклонение давления от значения, соответствующего номинальному значению усилия согласно формуле (1) зависимости [2] значения номинальной силы от давления в гидравлической системе.

$$F = P \cdot S, \quad (1)$$

где  $F$  – номинальное усилие машины, в Н;

<sup>1</sup> В соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений массы, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 04.07.2022 № 1622.

$S$  – площадь поверхности поршня, передающего усилие силовой цепи, в  $\text{мм}^2$ ;

$P$  – давление в гидравлической системе, соответствующее номинальному значению усилия, в МПа.

Такой принцип позволяет задавать стабильную нагрузку с точностью до 1 Н при нагрузке порядка 100 000 Н в течение долгого времени, например, нескольких десятков минут и более.

Данные показатели гидравлических силовоспроизводящих машин позволяют реализовать возможность поверки большегрузных весов с помощью эталонов единицы силы. Такие возможности рассмотрены в статье А. Ф. Остривного [3] и И. Ю. Шмигельского [4], где подробно описаны методы поверки большегрузных весов силовым методом, а также проведен анализ существующих методов, по итогам которого сделан вывод об ограниченности применения существующих методов поверки большегрузных весов, а также о том, что оценки метрологических характеристик большегрузных весов, полученные силовым методом, не хуже, чем метод с использованием гирь.

## Материалы и методы

В данном разделе рассматривается метод передачи единицы силы от первичного эталона силы к эталону силы 1 разряда с учетом чувствительности динамометра-компаратора в выбранных точках нагружения. Проводится анализ составляющих неопределенности измерений при передаче единицы силы с выделением доминирующих составляющих неопределенности, а также оценка требований к эталонам силы в соответствии с ГПС для СИ массы в целях проведения поверки большегрузных весов.

### Метод сличения при передаче единицы силы

В Государственной поверочной схеме для средств измерений силы (рис. 2) предусмотрен метод сличения аттестуемого эталона 1 разряда с государственным первичным эталоном единицы силы ГЭТ 32–2011

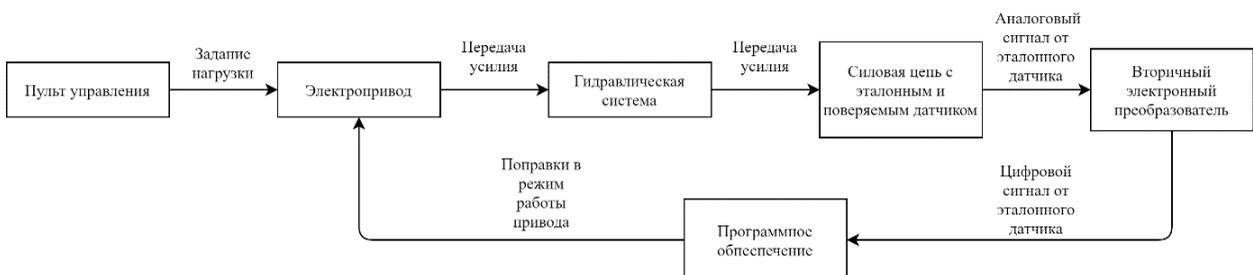


Рис. 1. Схема взаимодействия элементов управления (с применением обратной связи)

Fig. 1. The interaction scheme of controls using feedback

при помощи динамометра-компаратора [5], входящего в состав первичного эталона силы (далее – динамометра-компаратора). Метод подразумевает регистрацию показаний динамометра-компаратора при нагружении на первичном эталоне силы в требуемых точках нагружения и регистрацию показаний динамометра-компаратора при нагружении на аттестуемом эталоне 1 разряда в требуемых точках нагружения при дальнейшем расчете на основе наблюдаемых данных необходимых метрологических характеристик аттестуемого эталона.

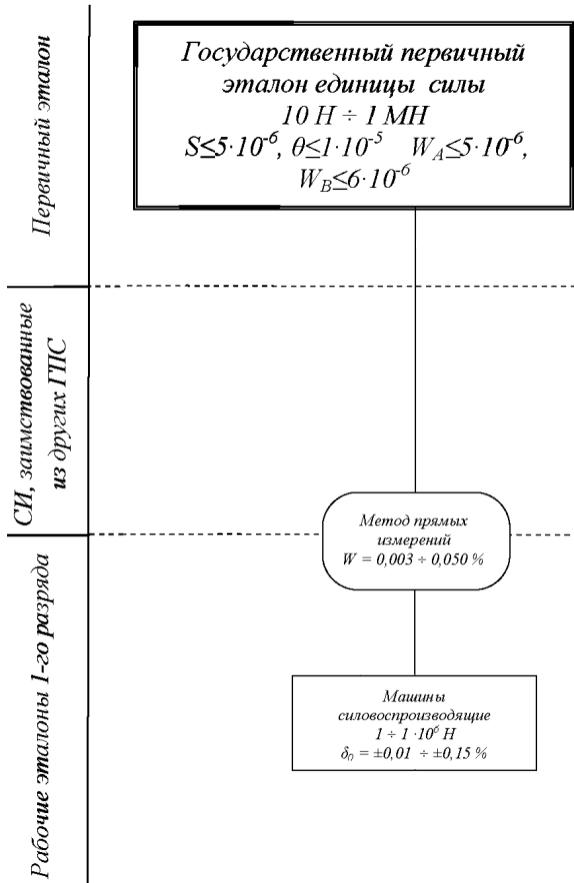


Рис. 2. Фрагмент Государственной поверочной схемы для средств измерений силы

Fig. 2. Fragment of the State verification scheme for force measuring instruments

Путем приближения зависимости измеренного значения силы от выходного сигнала динамометра-компаратора в условных единицах к линейной, при определении метрологических характеристик аттестуемого эталона возможен расчет систематической составляющей погрешности измерений  $\Delta F$  с помощью формулы.

$$\Delta F_i = c_i (\overline{X}_i - \overline{I}_i), \quad (2)$$

где  $\overline{X}_i$  – средние значения показаний динамометра-компаратора в мВ/В на аттестуемом эталоне в каждой точке нагружения;

$\overline{I}_i$  – средние значения показаний динамометра-компаратора в мВ/В на первичном эталоне в каждой точке нагружения;

$c_i$  – коэффициент чувствительности в Н/(мВ/В) на каждой  $i$ -й ступени нагружения по формуле:

$$c_i = \frac{m_i g}{\Delta I_i}, \quad (3)$$

где  $m_i$  – масса дополнительной нагрузки, кг;

$i$  – точки нагружения, например, от 1 до 19;

$g$  – значение ускорения свободного падения на месте эксплуатации ГПЭ единицы силы ( $g = 9,8193 \text{ м/с}^2$ );

$\Delta I_i$  – средние значения изменений показаний динамометра-компаратора при добавлении дополнительной нагрузки  $m_i$ , мВ/В.

При применении разных динамометров-компараторов в ряде случаев выявилась возможность уменьшения неопределенности за счет учета нелинейности. Учет нелинейности в перспективе может повысить показатели точности при измерениях.

При проведении градуировки методом сличений таких силовоспроизводящих машин с государственным первичным эталоном единицы силы с применением эталонных динамометров-компараторов, современное программное обеспечение позволяет проводить градуировку в различных диапазонах измерений и строить кусочно-линейную аппроксимацию по точкам внутри. Такие динамометры-компараторы предварительно отградуированы на государственном первичном эталоне единицы силы [6].

В выбранных точках, соответствующим показаниям динамометра-компаратора  $I_i$ , производится оценка чувствительности динамометра-компаратора. Результат определяется уравнением измерений:

$$F(I_i + \Delta I_i) - F(I_i) \approx \frac{dF}{dI} \Delta I_i, \quad (4)$$

где:  $\frac{\Delta I_i}{I_i} \ll 1$

$\Delta I_i$  – изменение показаний динамометра-компаратора при добавлении дополнительной нагрузки  $m_i$ , мВ/В.



Рис. 3. Оценка чувствительности динамометра-компаратора при помощи гири на эталоне силы прямого нагружения ГЭТ 32–2011

Fig. 3. Evaluation of the sensitivity of the dynamometrical comparator using a weight on the deadweight force standard GET 32–2011

Другими словами, при предварительных исследованиях динамометра-компаратора на ГПЭ требуется оценка производной (чувствительности) в каждой точке нагружения.

Путем такой градуировки возможно минимизировать систематическую составляющую погрешности.

Для исследования стабильности градуировочных характеристик необходимо наблюдение за метрологическими характеристиками силовоспроизводящих машин в течение нескольких лет при каждой периодической калибровке, аттестации или межлабораторных сличительных испытаниях.

Важным элементом погрешности также является случайная составляющая, которая зависит от конструктивных особенностей эталонной силовоспроизводящей машины, от режимов работы гидравлической системы управления, от стабилизации при применении отрицательной обратной связи.

Принцип передачи единицы величины от государственного первичного эталона единицы силы эталонам

единицы силы первого разряда заключается в применении динамометра-компаратора, который градуируется во всем диапазоне измерений, как правило, в 10 точках в режиме нагружения и 10 точках в режиме разгружения с получением опорных значений. Градуировка динамометра-компаратора проводится путем нагружения эталонной силой в указанных диапазонах. В целях уменьшения влияния возможного несимметричного нагружения относительно оси силовыведения проводится шесть рядов измерений при поворотах  $0^\circ$ ,  $120^\circ$  и  $240^\circ$  (два оборота) относительно оси датчика. Далее рассчитывается среднее значение в каждой точке нагружения по 6 рядам измерений с учетом значений при нулевой нагрузке.

Для оценки возможности применения динамометра-компаратора в целях передачи единицы силы эталонам 1 разряда с относительной погрешностью  $\delta_{э1}$ , например, 0,02 %, необходимо реализовать указанную величину с применением гири класса  $M_3$  (рис. 3) согласно ГОСТ OIML R111-1-2009. Это возможно на установках, работающих по принципу непосредственного нагружения силой тяжести, которые входят в состав государственного первичного эталона единицы силы. Путем добавления гири номинальной массы, равной в данном примере 0,02 %, от значения наибольшего предела измерений, мы получаем коэффициент преобразования условных единиц мВ/В в нормированные единицы измерений (Ньютоны).

После получения опорных значений динамометры-компараторы совместно со вторичной электронной аппаратурой транспортируются к аттестуемому эталону. При аттестации проводятся аналогичные измерения в тех же точках нагружения в тех же режимах при 6 рядах (рис. 4). По результатам полученных измерений рассчитывается среднее значение по 6 измерениям и устанавливается отклонение среднего значения, полученного на первичном эталоне, от среднего значения, полученного на аттестуемом эталоне.

Доминирующими составляющими неопределенности [7] результата измерений силы являются, как правило, случайная составляющая аттестуемого эталона и неисключенная систематическая составляющая после внесения поправок, а также нестабильность градуировочной характеристики аттестуемого эталона (рис. 5).

В общем виде бюджет суммарной неопределенности [6, с. 17] измерений на аттестуемом эталоне в каждой точке нагружения представлен в табл. 1 и рис. 1.



Рис. 4. Проведение измерений на аттестуемом эталоне единицы силы 1 разряда

Fig. 4. Measurements on the certified 1<sup>st</sup> category force standard

### Поверка большегрузных весов

В настоящее время поверка весов происходит с применением гирь и, как правило, выполняется в соответствии с ГОСТ OIML R76-1-2011. При поверке весов возникают сложности с доставкой гирь в отдаленные места установки весов. Не всегда возможно доставить гири к месту поверки. Для весов с максимальной нагрузкой более 30 т существует проблема, связанная с недостаточным количеством гирь у поверочных организаций. Частично эти проблемы можно решить путем применения эталонов силы в качестве средств поверки весов.

Для оценки возможности применения эталонов силы в целях поверки большегрузных весов необходимо, в первую очередь, руководствоваться принципом соотношения 1/3 между пределами абсолютной погрешности эталонов и поверяемых большегрузных весов в требуемых диапазонах измерений.

Поскольку при измерениях силы обычно нормируется относительная погрешность, то при нижнем пределе измерений значение погрешности обычно выше, чем при верхнем пределе измерений. Возникает несоответствие показателей точности, когда речь идет о применении средств измерений силы для поверки большегрузных весов, например, крановых или подкладных. У весов нормируется не относительная, а абсолютная погрешность, которая зависит от значения поверочного интервала весов ( $e$ ) согласно ГОСТ OIML R76-1-2011.

Таблица 1. Составляющие суммарной относительной неопределенности измерений на аттестуемом эталоне единицы силы 1 разряда

Table 1. Components of the total relative uncertainty of measurements on the certified 1<sup>st</sup> category force standard

№ п/п	Составляющая неопределенности, $u_i$	Тип оценивания	Доля $u_i$ от алгебраической суммы всех составляющих
1	Суммарная неопределенность результатов измерений динамометров-компараторов на ГПЭ	B	1%
2	Стандартная неопределенность, связанная с повторяемостью результатов измерений	A	68%
3	Стандартная неопределенность, связанная с разрешением вторичного измерительного преобразователя	B	< 1%
4	Стандартная неопределенность, связанная с поправками, которые получены по калибровочной характеристике	B	< 1%
5	Стандартная неопределенность, связанная с ползучестью	B	15%
6	Стандартная неопределенность, связанная с дрейфом нуля	B	12%
7	Стандартная неопределенность, связанная с температурой	B	3%

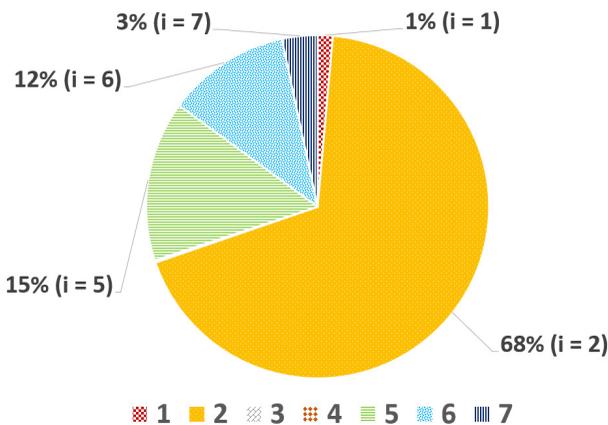


Рис. 5. Диаграмма распределения долей составляющих суммарной относительной неопределенности

Fig. 5. Distribution diagram of the proportions of the components of the total relative uncertainty

С учетом сказанного, чтобы силовоспроизводящая машина была пригодна при использовании не только в качестве эталона 1 разряда<sup>2</sup>, для поверки динамометров и/или их аттестации в качестве эталонов 2 разряда, но и в качестве средства поверки большегрузных весов, согласно ГПС для СИ массы, к ним должны предъявляться требования к значениям абсолютной погрешности  $\Delta_{zi}$ : соотношение  $K$  между пределами допускаемой погрешности применяемого эталона и поверяемого средства

измерений должно удовлетворять условию  $K \leq \frac{1}{3}$ .

<sup>2</sup> Согласно приказу Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22.10.2019 № 2498 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений силы».

Стоит также обратить внимание на одно принципиальное различие в диапазонах измерений средств измерений силы и средств измерений массы. Диапазон измерений эталонов единицы силы и средства измерений силы, как правило, начинается от 5% или 10% от наибольшего предела измерений, в то время как весы, изготовленные, например, по ГОСТ OIML R76, имеют наименьший предел измерения 20е, что ниже наименьшего предела для средств измерений силы. Поэтому при аттестации эталонов силы, предназначенных для целей поверки большегрузных весов, требуется проводить дополнительную процедуру измерений в специальном нижнем диапазоне измерений.

### Результаты и обсуждение

#### Результаты

В 2021 г. авторами проведена научно-исследовательская работа<sup>3</sup> с целью оценки возможности поверки большегрузных весов с помощью эталонов силы. На основе результатов исследований при первичной аттестации государственного рабочего эталона силы 1 разряда НИЛ госэталонов в области измерений массы и силы были сформированы следующие метрологические требования к эталону (табл. 2).

Например, на практике применяются крановые весы с пределами допускаемой абсолютной погрешности от 1 кг.

<sup>3</sup> Проведение теоретических и экспериментальных исследований новых эффективных методов и средств испытаний, калибровки и поверки большегрузных весов с применением средств измерений силы: отчет о НИР (заключ.) / ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»; рук. Шмигельский И. Ю. СПб., 2021. 101 с. Исполн.: Остривной А. Ф., Сычев В. В., Андреев Д. В. Инв. № 1210707000124–9.

Таблица 2. Метрологические требования к эталону единицы силы 1 разряда

Table 2. Metrological requirements for 1<sup>st</sup> category force standard

Диапазон измерений, кН	Пределы допускаемой абсолютной погрешности, $\Delta_{zi}$ , Н	Пределы допускаемой относительной погрешности, $\delta_{zi}$ , %
от 1 до 10	±3,5	—
от 10 до 40	±6	±0,01
от 40 до 100	±9,5	
от 100 до 200	±24	
от 200 до 300	±50	
от 300 до 400	±60	
от 400 до 500	±90	
от 500 до 1000	±160	

В табл. 2 приведены требования к абсолютной погрешности эталона единицы силы в соответствии с ГПС для СИ массы для реализации возможности поверки большегрузных весов. Значения пределов допускаемой абсолютной погрешности соответствуют запасу точности для поверки наиболее точных большегрузных весов на сегодняшний день. Также в табл. 2 приведены требования в соответствии с ГПС для СИ силы для соответствия силовоспроизводящей машины эталону 1 разряда.

При исследовании метрологических характеристик эталона силы 1 разряда по результатам выполнения НИР на основе измеренных значений определены абсолютная  $\Delta_{zi}$  и относительная  $\delta_{zi}$  погрешности воспроизведения единицы силы силовоспроизводящей машиной СМ-200 в диапазоне измерений от 1 до 200 кН и рассчитаны соотношения  $K$  между пределами допускаемой

погрешности СМ-200 и поверяемых крановых весов (табл. 3–5, рис. 6, 7). Данные рисунки иллюстрируют соответствие требованиям, заложенным в государственной поверочной схеме для средств измерений массы, согласно которым соотношение между пределами допускаемой погрешности применяемого эталона и средства измерений не должно превышать 1/3. Согласно экспериментальным данным абсолютная погрешность силовоспроизводящих машин соответствует предъявляемым требованиям.

По полученным результатам разработана и утверждена новая редакция ГПС для СИ массы.

#### Обсуждение

За последний год аттестовано более 100 эталонов силы 1 разряда по всей России. Существующие

Таблица 3. Рассчитанные значения нагружения в диапазоне от 1 до 10 кН

Table 3. Calculated load values in the range from 1 to 10 kN

$F_i$ , кН	СМ-200		Пределы допускаемой абсолютной погрешности весов, кг	Выполнение условия соотношения
	$\Delta_{zi}$ , Н	$\delta_{zi}$ , %		СМ-200
1	2,4	0,238	±1	0,245
5	3,1	0,062		0,316
10	3,1	0,031		0,316

Таблица 4. Рассчитанные значения нагружения в диапазоне от 10 до 100 кН

Table 4. Calculated load values in the range from 10 to 100 kN

$F_i$ , кН	СМ-200		Пределы допускаемой абсолютной погрешности весов, кг	Выполнение условия соотношения
	$\Delta_{zi}$ , Н	$\delta_{zi}$ , %		СМ-200
10	0,7	0,007	±2	0,036
20	2,0	0,010		0,102
30	2,6	0,009		0,133
40	3,2	0,008		0,163
50	4,1	0,008	±3	0,139
60	5,0	0,008		0,170
70	7,3	0,010		0,248
80	8,2	0,010		0,279
90	9,1	0,010		0,310
100	8,9	0,009		0,303

Таблица 5. Рассчитанные значения нагружения в диапазоне от 20 до 200 кН  
 Table 5. Calculated load values in the range from 20 to 200 kN

$F_i$ , кН	СМ-200		Пределы допускаемой абсолютной погрешности весов, кг	Выполнение условия соотношения СМ-200
	$\Delta_{\Delta i}$ , Н	$\delta_{\Delta i}$ , %		
20	1,5	0,008	±2	0,077
40	4,0	0,010		0,204
60	5,8	0,010		0,197
80	5,7	0,007	±3	0,194
100	5,8	0,006		0,197
120	9,6	0,008		0,122
140	9,0	0,006	±8	0,115
160	13,0	0,008		0,166
180	15,6	0,009		0,199
200	18,2	0,009		0,232

эталонные силы 1 разряда уже применяются для поверки крановых весов, предусматривающих силовой метод в методике поверки.

Проведение новых исследований в области применения эталонов силы, опробование и разработка новых методик поверки на основе метода поверки

с применением эталонов силы позволит расширить область применения имеющихся в ряде предприятий эталонов силы при проведении их аттестации.

Бункерные и железнодорожные весы рельсового типа могут поверяться с применением компаратора, основанного на эталонном датчике, предварительно

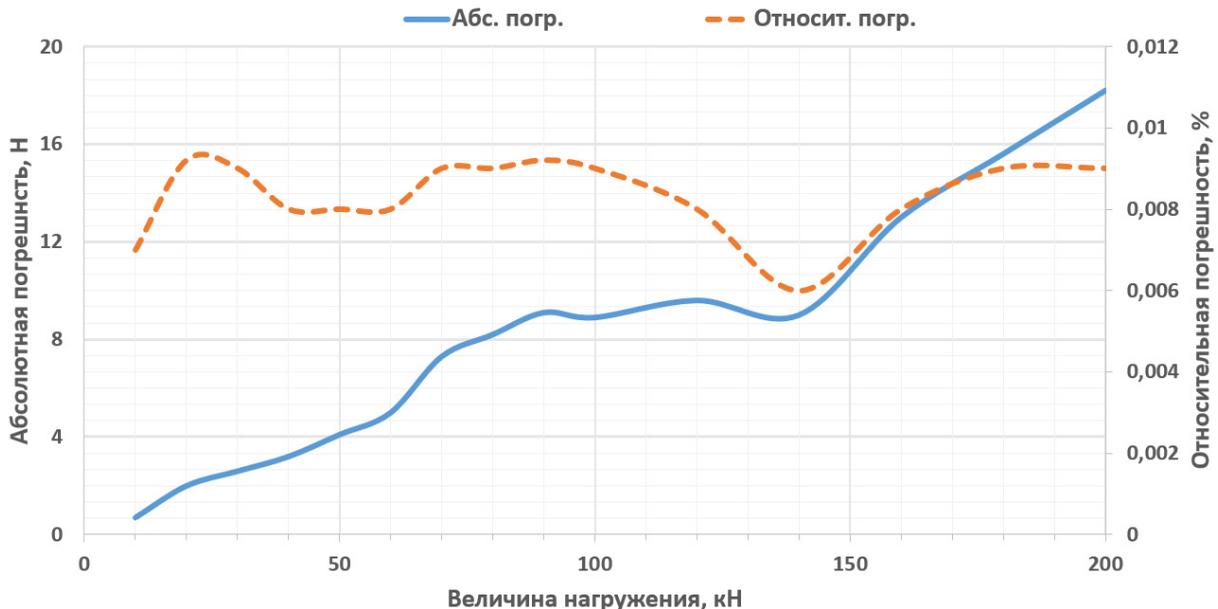


Рис. 6. График зависимости абсолютной и относительной погрешности от величины нагружения

Fig. 6. Dependence of absolute and relative error on the value of loading

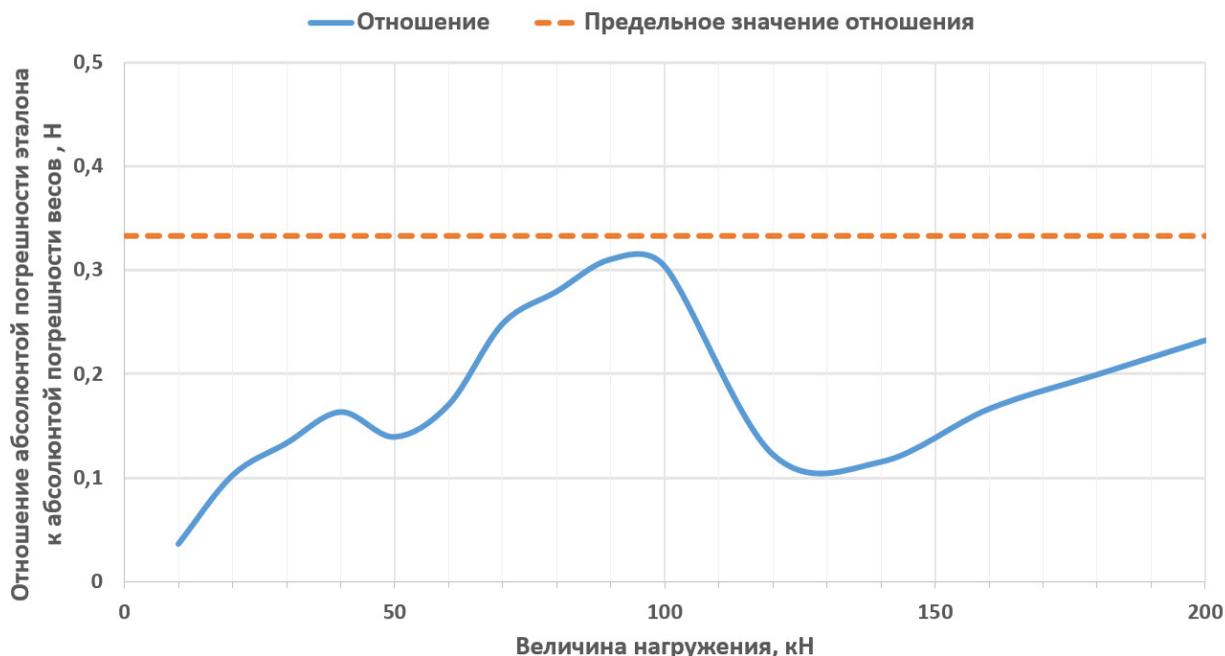


Рис. 7. График зависимости отношения абсолютной погрешности эталона к абсолютной погрешности весов и 1/3 от величины нагружения

Fig. 7. The ratio of the absolute error of the standard to the absolute error of the scales and 1/3 of the value of loading

исследованном на силовоспроизводящей машине с последующим применением, например, гидравлической системы нагружения специальным приспособлением, нагружающим проверяемые весы. Платформенные большегрузные весы могут поверяться путем демонтажа датчиков с исследованием их метрологических характеристик на эталоне силы и последующей установкой в платформенные весы в тех же контролируемых условиях [4].

### Выводы

Проведено исследование и опробование нового метода передачи единицы величины большегрузным весам с применением гидравлических силовоспроизводящих машин, а также сформулированы требования к эталонам силы, применяемым для поверки крановых и подкладных большегрузных весов.

Проведенные экспериментальные исследования позволяют убедительно говорить о том, что существующие в настоящий момент современные высокоточные силовоспроизводящие машины обладают достаточным запасом точности для проведения поверки крановых и подкладных большегрузных весов. Рассмотренные в данной статье крановые и подкладные весы могут поверяться прямым методом – путем

установки крановых весов в рабочую зону растяжения силовоспроизводящих машин.

**Благодарности:** Исследование выполнено в рамках научно-исследовательской работы «Проведение теоретических и экспериментальных исследований новых эффективных методов и средств испытаний, калибровки и поверки большегрузных весов с применением средств измерений силы» НИОКТР 1210707000124–9.

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

**Acknowledgments:** The research was carried out as part of the research work «Conducting Theoretical and Experimental Studies of New Effective Methods and Means for Testing, Calibrating and Verifying Heavy Scales Using Force Measuring Instruments» R&D № 1210707000124–9.

All measurements were carried out using the equipment of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology.

**Вклад соавторов:** Шмигельский И. Ю. – общее руководство работами, их методология и координация, анализ экспериментальных данных; Андреев Д. В. – разработка методов исследований эталонов единицы силы, анализ экспериментальных данных, критический

анализ и доработка текста; Остривной А. Ф.– разработка концепции исследования, разработка математической модели метода сличения; Сычев В. В.– сбор и обработка экспериментальных данных, работа с текстом.

**Contribution of the authors:** Shmigelsky I. Yu.– overall management of works (methodology and coordination), analysis of experimental data; Andreev D. V.– development of research methods for force standards, analysis of experimental data, critical analysis and revision of the

text; Ostrivnoi A. F.– development of the research concept, development of a mathematical model of the comparison method; Sychev V. V.– collection and processing of experimental data, work with the text.

**Конфликт интересов:** Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

**Conflict of interest:** Authors declare no conflict of interest.

## СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. OIML G 11 (Ex P 5) Mobile equipment for the verification of road weighbridges. 1992. 60 p.
2. Kumar R., Kumar H., Kumar A., Vikram. Long term uncertainty investigations of 1 MN force calibration machine at NPL, India (NPLI) // *Measurement Science Review*. 2012. № 12. P. 149–152. <https://doi.org/10.2478/v10048-012-0022-9>
3. Остривной А. Ф., Шмигельский И. Ю., Котляров Р. Ю. Методы поверки большегрузных весов // *Законодательная и прикладная метрология*. 2021. № 2. С. 23–28.
4. Экспериментальное исследование метрологических характеристик платформенных большегрузных весов / И. Ю. Шмигельский [и др.] // *Приборы*. 2021. № 5 (251). С. 1–6.
5. Остривной А. Ф., Качмин Д. Г., Семенов С. А. Новая Государственная поверочная схема для средств измерений силы // *Главный метролог*. 2011. № 6 (63). С. 28–30.
6. Maldonado N. I., Betancur I. D. A proposal of an evaluation method for hydraulic standard force machine // *Measurement: Sensors*. 2021. № 18. 100319. <https://doi.org/10.1016/j.measen.2021.100319>
7. Guidelines on the calibration of non-automatic weighing instruments. Euramet/cg-18/v.04 11–2015. P. 91–109.

## REFERENCE

1. OIML G 11 (Ex P 5) Mobile equipment for the verification of road weighbridges. 1992. 60 p.
2. Kumar R., Kumar H., Kumar A., Vikram. Long term uncertainty investigations of 1 MN force calibration machine at NPL, India (NPLI). *Measurement Science Review*. 2012;12:149–152. <https://doi.org/10.2478/v10048-012-0022-9>
3. Ostrivnoi A. F., Shmigelsky I. Yu., Kotliarov R. Iu. Methods for verification of heavy weights. *Zakonodatel'naia i prikladnaia metrologiia*. 2021;2:23–28. (In Russ.).
4. Shmigelsky I. Yu., Senianskii M. V., Ostrivnoi A. F., Kotliarov R. Iu. Experimental study of the metrological characteristics of platform heavy-duty scales. *Pribory*. 2021;5(251):1–6. (In Russ.).
5. Ostrivnoi A. F., Kachmin D. G., Semenov S. A. New State Verification Scheme for Force Measuring Instruments. *Glavnyi metrolog*. 2011;6 (63):28–30. (In Russ.).
6. Maldonado N. I., Betancur I. D. A proposal of an evaluation method for hydraulic standard force machine. *Measurement: Sensors*. 2021;18:100319. <https://doi.org/10.1016/j.measen.2021.100319>
7. Guidelines on the calibration of non-automatic weighing instruments. Euramet/cg-18/v.04 11–2015. P. 91–109.

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

ГОСТ OIML R 76-1-2011. Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия = tate system for ensuring the uniformity of measurements. Non-automatic weighing instruments. Part 1. Metrological and technical requirements. Tests : межгосударственный стандарт : издание официальное : утвержден и введен в действие Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации, протокол от 22 декабря 2011 г. № 48 : дата введения 2013.07.01. / подготовлен Техническим комитетом по стандартизации ТК 310 «Приборы весоизмерительные», Обществом с ограниченной ответственностью «ОКБ Веста» и Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», внесен Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии. Москва : Стандартинформ, 2013. 140 с. Текст : непосредственный.

ГОСТ OIML R 111-1-2009. Государственная система обеспечения единства измерений. Гири классов E(1), E(2), F(1), F(2), M(1), M(1-2), M(2), M(2-3) и M(3) = State system for ensuring the uniformity of measurements. Weights of classes E, E, F, F, M, M, M, M and M. Part 1. Metrological and technical requirements : межгосударственный стандарт : издание официальное : утвержден и введен в действие Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации, протокол от 11 июня 2009 г. № 35 : дата введения 2012.07.01. / подготовлен Техническим комитетом по стандартизации ТК 310 «Приборы весоизмерительные», Обществом с ограниченной ответственностью «ОКБ Веста» и Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», внесен Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии. Москва : Стандартинформ, 2012. 103 с. Текст : непосредственный.

ГЭТ 32-2011 Государственный первичный эталон единицы силы / институт хранитель ВНИИМ им. Д.И.Менделеева. Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397917>

Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений силы : приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 октября 2019 г. № 2498.

Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы : приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 4 июля 2018 г. № 1622.

РМГ 91-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Совместное использование понятий «Погрешность измерения» и «Неопределенность измерения». Общие принципы = State system for ensuring the uniformity of measurements. Joint use of concepts «error of measurement» and «uncertainty of measurement». General principles : рекомендации по межгосударственный стандарт : издание официальное : утвержден и введен в действие Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации, протокол от 26 января 2009 г. № 36 : дата введения 2010.02.01 / разработан Всероссийским научно-исследовательским институтом физико-технических и радиотехнических измерений, внесен Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии. Москва : Стандартинформ, 2009. 12 с. Текст : непосредственный.

### ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

**Шмигельский Илья Юрьевич** – канд. техн. наук, руководитель Научно-исследовательской лаборатории госэталонов в области измерений массы и силы ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».  
Российская Федерация, 190005,  
г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19.  
e-mail: i. y.shmigelskiy@vniim.ru

**Андреев Дмитрий Викторович** – инженер 1 категории Научно-исследовательской лаборатории госэталонов в области измерений массы и силы ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».  
Российская Федерация, 190005,  
г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19.  
e-mail: d. v.andreev@vniim.ru

**Остривной Александр Федорович** – ведущий инженер лаборатории Научно-исследовательской лаборатории госэталонов в области измерений массы и силы ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».  
Российская Федерация, 190005,  
г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19.  
e-mail: 2301@vniim.ru

**Сычев Владимир Владимирович** – инженер Научно-исследовательской лаборатории госэталонов в области измерений массы и силы ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».  
Российская Федерация, 190005,  
г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19.  
e-mail: 2301@vniim.ru

### INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

**Ilya Yu. Shmigelsky** – Cand. Sci. (Eng.), Head of the Mass and Force Laboratory, D. I. Mendeleev Institute for Metrology.  
19 Moskovskiy ave., St. Petersburg  
190005, Russian Federation  
e-mail: i. y.shmigelskiy@vniim.ru

**Dmitrii V. Andreev** – 1<sup>st</sup> category Engineer of the Mass and Force Laboratory, D. I. Mendeleev Institute for Metrology.  
19 Moskovskiy ave., St. Petersburg  
190005, Russian Federation  
e-mail: d. v.andreev@vniim.ru

**Aleksandr F. Ostrivnoi** – Lead Engineer of the Mass and Force Laboratory, D. I. Mendeleev Institute for Metrology.  
19 Moskovskiy ave., St. Petersburg  
190005, Russian Federation  
e-mail: 2301@vniim.ru

**Vladimir V. Sychev** – Engineer of the Mass and Force Laboratory, D. I. Mendeleev Institute for Metrology  
19 Moskovskiy ave., St. Petersburg  
190005, Russian Federation  
e-mail: 2301@vniim.ru

## ЭТАЛОНЫ

Научная статья  
УДК 531.788:533.5:621.317.089.68  
<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-3-17-28>



# О возможности применения деформационно-частотного способа измерения абсолютного давления газа в эталонных вакуумметрах

Р. Э. Кувандыков  

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», Санкт-Петербург, Россия  
 [rskuw@mail.ru](mailto:rskuw@mail.ru)

**Аннотация:** Обеспечение точности вакуумных измерений крайне важное направление в метрологической науке, имеющее критическое значение для промышленности. На сегодняшний день в России при поверке и калибровке вакуумметров в качестве эталонных вакуумметров используются преимущественно иностранные вакуумметры с диапазоном измерений вакуума  $P_{\text{нпн}} - P_{\text{впн}}$  0,1 – 1000 Па. На основе проведенного анализа характеристик применяемых в России эталонных вакуумметров, основанных на различных методах измерений давления газа, можно утверждать, что наиболее точным и распространенным среди эталонных вакуумметров методом измерений является деформационный. Однако деформационный метод обладает рядом ограничений, связанных с необходимостью введения следующих поправок: поправкой на остаточное давление в сравнительной камере, поправкой на влияние температурных эффектов при термостатировании первичного измерительного преобразователя.

Целью данной работы стало исследование соответствия метрологических характеристик вакуумметра, основанного на новом деформационно-частотном способе измерения абсолютного давления газа, требованиям к эталонным вакуумметрам, приведенным в государственных поверочных схемах в области измерений вакуума.

Основными методами исследования стало исследование метрологических характеристик деформационно-частотного вакуумметра с учетом поправки на остаточное давление в сравнительной камере; поправки на влияния температурных эффектов при термостатировании первичного измерительного преобразователя, а также на соответствие метода требованиям государственных поверочных схем в области измерений вакуума. На основе анализа уравнения измерения (с учетом оценки составляющих источников неопределенностей) приведена оценка показателей точности деформационно-частотного способа измерения абсолютного давления газа. Полученные результаты исследования доказали возможность применения деформационно-частотного способа измерения давления с исключением поправки на остаточное давление в сравнительной камере, поправки на влияние температурных эффектов при термостатировании первичного измерительного преобразователя, в эталонных вакуумметрах, соответствующих требованиям государственных поверочных схем в области измерений вакуума.

В результате исследования установлено, что расширенная неопределенность результата измерения давления вакуумметром, основанном на новом деформационно-частотном способе, не превышает 2 %, что позволяет использовать данный способ в эталонных вакуумметрах.

Практическая значимость разработанных научно-методических принципов и технологических решений для расчета и изготовления первичного измерительного преобразователя вакуумметра, основанного на новом способе измерения низкого абсолютного давления и состоит в возможности изготавливать первичный измерительный преобразователь на российских предприятиях с использованием отечественных технологий микросистемной техники.

**Ключевые слова:** эталонный вакуумметр, средства измерения низкого абсолютного давления газа, вакуумметры, вакуумметрические установки, коэффициент чувствительности, погрешность, неопределенность, деформационно-частотный способ измерения

**Ссылка при цитировании:** Кувандыков Р. Э. О возможности применения деформационно-частотного способа измерения абсолютного давления газа в эталонных вакуумметрах // Эталон. Стандартные образцы. 2022. Т. 18, № 3. С. 17–28. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-3-17-28>

Статья поступила в редакцию 17.08.2022; одобрена после рецензирования 15.09.2022; принята к публикации 25.09.2022.

## MEASUREMENT STANDARDS

Research Article

# On the Possibility of Using the Strain-Frequency Method for Measuring the Absolute Gas Pressure in Reference Vacuum Gauges

Rustam E. Kuvandykov  

D. I. Mendeleev Institute for Metrology, St. Petersburg, Russia

 [ruskuw@mail.ru](mailto:ruskuw@mail.ru)

**Abstract:** An especially important direction in metrological science is ensuring the accuracy of vacuum measurements, which is crucial for industry. In Russia, predominantly foreign vacuum gauges with a vacuum measurement range  $P_{NPI} - P_{VPI}$  0.1–1000 Pa are used as reference vacuum gauges for verification and calibration of vacuum gauges. On the basis of the analysis of the characteristics of reference vacuum gauges used in Russia based on various methods for measuring gas pressure, it can be argued that the most accurate and common measurement method among reference vacuum gauges is the strain method. However, the strain method has a number of limitations associated with the need to introduce the following corrections: correction for the residual pressure in the comparative chamber, correction for the influence of temperature effects during temperature control of the primary measuring transducer.

The purpose of this work was to study the compliance of the metrological characteristics of a vacuum gauge based on a new strain-frequency method for measuring the absolute gas pressure with the requirements for reference vacuum gauges given in state verification schemes in the field of vacuum measurements.

The main research methods were the study of the metrological characteristics of the strain-frequency vacuum gauge, taking into account the correction for the residual pressure in the comparative chamber; corrections for the influence of temperature effects during temperature control of the primary measuring transducer, as well as for the compliance of the method with the requirements of state verification schemes in the field of vacuum measurements. An assessment of the accuracy indicators of the strain-frequency method for measuring the absolute gas pressure based on the analysis of the measurement equation, taking into account the assessment of the components of the uncertainty sources, is given. The obtained results have shown the possibility of using the strain-frequency method of pressure measurement, with the exception of the correction for the residual pressure in the comparative chamber, corrections for the influence of temperature effects during temperature control of the primary measuring transducer in reference vacuum gauges that meet the requirements of state verification schemes in the field of vacuum measurements.

As a result of the study, it was found that the expanded uncertainty of the result of measuring pressure with a vacuum gauge based on the new strain-frequency method does not exceed 2%. This makes it possible to use this method in reference vacuum gauges. The practical significance of the developed scientific and methodological principles, and technological solutions for calculating and manufacturing the primary measuring transducer of a vacuum gauge based on a new method for measuring low absolute pressure lies in the possibility to manufacture the primary measuring transducer at Russian enterprises using domestic technologies of microsystem technology.

**Keywords:** reference vacuum gauge, means for measuring low absolute gas pressure, gauges, vacuum gauges, sensitivity coefficient, error, uncertainty, strain-frequency method

**For citation:** Kuvandykov R. E. On the Possibility of Using the Strain-Frequency Method for Measuring the Absolute Gas Pressure in Reference Vacuum Gauges. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2022;18(3):17–28 <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-3-17-28> (In Russ.).

The article was submitted 17.08.2022; approved after reviewing 15.09.2022; accepted for publication 25.09.2022.

## Введение

Вакуумная техника (в соответствии с ГОСТ 5197–85) на сегодняшний день применяется во многих отраслях промышленности и науки. Вакуумные системы применяются в химии для изучения свойств чистых веществ, для изучения состава и разделения компонентов смесей, скоростей химических реакций. В фармацевтической и пищевой промышленности, где предъявляются значительно более высокие требования к чистоте и сухости, вакуум применяется в основном для удаления кислорода из пищи или таблеток. В металлургической области вакуум необходим при производстве стали и других металлических сплавов для удаления газов из расплавленного металла и предотвращения немедленного окисления. Вакуумные установки применяют более чем в двадцати эталонных установках, расположенных во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева. Таким образом, обеспечение точности измерений вакуумных установок крайне важное направление в метрологической науке, имеющее критическое значение для промышленности. Точное измерение вакуума позволяет контролировать процессы в промышленности, обеспечивать необходимые условия окружающей среды для многих экспериментов в науке и исследованиях. Основной задачей вакуумной метрологии, науки об измерении вакуума, является обеспечение прослеживаемости вакуумных измерений к единицам СИ (в соответствии с ГОСТ 8.271–77).

Как показал проведенный анализ утвержденных типов средств измерений Федерального информационного фонда (ФИФ) по обеспечению единства измерений, на сегодняшний день в России при поверке и калибровке вакуумметров, в качестве эталонных вакуумметров используются преимущественно иностранные вакуумметры. В связи с введением западных санкций против России тема импортозамещения стала наиболее актуальна в настоящее время, в том числе особую актуальность стали приобретать работы по развитию отечественного приборостроения, в частности, и в области вакуумной метрологии [1].

На протяжении многих десятилетий вопросу приборостроения в области вакуума уделялось большое внимание сотрудниками института метрологии им. Д. И. Менделеева: В. А. Рыжовым, В. А. Казаковым, Е. К. Израйловым, В. Н. Горобеем [2, 3]. Были

разработаны эталонные вакуумметрические установки, такие как: ГЭТ 49–2016, ГЭТ 101-2011 и другие, включающие эталонные вакуумметры. Большой вклад в развитие эталонной базы РФ на основе жидкостного метода измерений давления газа внесли И. В. Садковская и А. И. Эйхвальд [4]. Сегодня специалисты ВНИИМ проводят целый ряд разработок средств измерений низкого абсолютного давления газа, основанных на деформационных, жидкостных и вязкостных методах измерения давления газа [5–9].

На основе проведенного анализа данных о процедурах поверки, размещенных в ФИФ в период с 2020 по 2021 гг. в России наиболее востребованным диапазоном измерений вакуума является диапазон  $P_{\text{нпн}}$ – $P_{\text{впн}}$  0,1–1000 Па<sup>1</sup>. Обратим внимание, что диапазон измерений вакуума в пределах 0,1–1000 Па совпадает с областью пересечения государственных поверочных схем (ГПС):

- в диапазоне  $1 \cdot 10^{-1} - 1 \cdot 10^7$  Па (Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 06.12.2019 № 2900);

- в диапазоне  $1 \cdot 10^{-8} - 1 \cdot 10^3$  Па (ГОСТ 8.107–81);

- а также государственных первичных эталонов ГЭТ 49–2016 и ГЭТ 101-2011 [10]. Допускаемая относительная погрешность эталонных вакуумметров в диапазоне 0,1–1000 Па, согласно ГПС, составляет более 2%.

На основе проведенного анализа характеристик применяемых в России эталонных вакуумметров, основанных на различных методах измерений давления газа [11], приведенных в табл. 1, можно утверждать, что наиболее точным и распространенным среди эталонных вакуумметров методом является деформационный.

Однако деформационный метод обладает рядом ограничений, связанных с необходимостью введения следующих поправок: поправкой на остаточное давление в сравнительной камере, поправкой на влияние температурных эффектов при термостатировании первичного измерительного преобразователя [12, 13].

Целью данной работы является исследование соответствия метрологических характеристик вакуумметра, основанного на новом деформационно-частотном способе измерения абсолютного давления газа,

<sup>1</sup> где,  $P_{\text{нпн}}$  – нижний предел измерения  $P_{\text{впн}}$  – верхний предел измерения

Таблица 1. Метрологические характеристики вакуумметров по методам измерений  
Table 1. Metrological characteristics of vacuum gauges by measurement methods

Применяемый в эталонных вакуумметрах метод измерений	Давление, Па											
	10 <sup>-8</sup>	10 <sup>-7</sup>	10 <sup>-6</sup>	10 <sup>-5</sup>	10 <sup>-4</sup>	10 <sup>-3</sup>	10 <sup>-2</sup>	10 <sup>-1</sup>	10	10 <sup>1</sup>	10 <sup>2</sup>	10 <sup>3</sup>
Деформационный							< 2 %					
Жидкостный								< 2 %				
Тепловой							>5 %					
Ионизационный	>5 %											
Вязкостный							< 2 %					

требованиям к эталонным вакуумметрам, приведенным в ГПС в области измерений вакуума. В результате исследования автор предполагает проверить и доказать возможность применения деформационно-частотного способа измерения давления газа с исключением поправки на остаточное давление в сравнительной камере, поправки на влияние температурных эффектов при термостатировании первичного измерительного преобразователя в эталонных вакуумметрах.

**Материалы и методы**

Запатентованный ранее способ усовершенствования деформационного метода [14] и устройство для его осуществления позволили исключить поправки, характерные для деформационных мембранно-емкостных вакуумметров. Предложенный деформационно-частотный способ основан на упругих свойствах объема газа и состоит в преобразовании давления газа  $P$  в собственную частоту автоколебаний  $f$  подвижной пластины-осциллятора (ПП), расположенной между двумя неподвижными пластинами (рис. 1).

Устройство содержит первую (1) и вторую (2) неподвижные плоскопараллельные пластины, которые выполнены из диэлектрического материала, причем на поверхности каждой пластины, обращенной внутрь газового зазора между ними, установлены планарные металлические электроды (3, 4). Между пластинами 1, 2 плоскопараллельно им и с заданными зазорами ( $Z$ ) от них на упругом механическом подвесе (5) с коэффициентом упругости  $G_M$  расположена электропроводящая тонкая подвижная пластина-осциллятор (6) толщиной  $h$ .

Физико-математическая модель процесса измерения давления газа деформационно-частотным способом построена на основе закона Бойля-Мариотта для идеального газа (изотермический процесс),

адиабатический процесс рассматривался для двухатомной газовой смеси (воздух).

При осевом смещении ПП на величину  $x$  на нее действует упругая сила, пропорциональная коэффициенту упругости газовых зазоров:

$$G = \frac{(P_1 - P_2) \cdot S}{x} = \frac{P \cdot S}{Z}, \quad (1)$$

где:  $S$  – площадь ПП

$P$  – измеряемое абсолютное давление газа, Па;

$P_1, P_2$  – давление в газовых зазорах 1 и 2.

Так как устройство представляет собой линейный осциллятор [15], то квадрат значения собственной частоты автоколебаний  $f$  будет пропорционален суммарному коэффициенту упругости и обратно

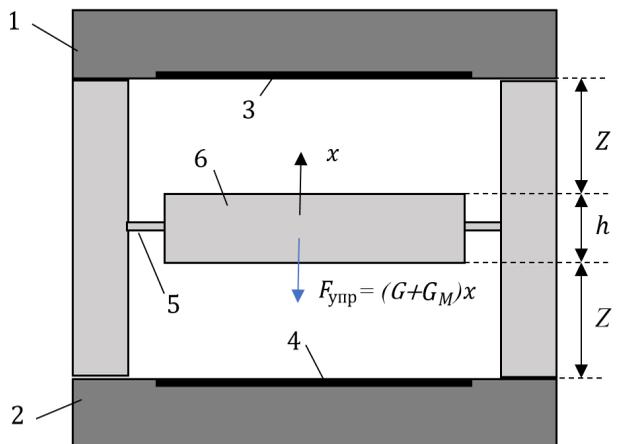


Рис. 1. Эскиз устройства в виде первичного измерительного преобразователя вакуумметра, реализующего деформационно-частотный способ измерения давления газа

Fig. 1. The sketch of the device in the form of the primary measuring transducer of a vacuum gauge that implements the strain-frequency method of measuring gas pressure

пропорционален массе ПП  $m$  и согласно формуле (1) измеряемому давлению газа:

$$f^2 = \frac{G + G_M}{4\pi^2 m} = \frac{P \cdot S}{Z} + G_M, \quad (2)$$

Выразив давление  $P$  из формулы (2), получим уравнение измерений:

$$P = 2\pi^2 \rho h Z (f^2 - f_M^2) = K(f^2 - f_M^2), \quad (3)$$

где:  $\rho$  – плотность материала ПП;

$f_M$  – собственная частота колебаний ПП при «отсутствии» газа;

$K = 2\pi^2 \rho h Z$  коэффициент преобразования.

На основе уравнения измерения (3) автором был разработан алгоритм расчета значений параметров конструкции первичного измерительного преобразователя (рис. 2) в зависимости от целевых метрологических характеристик.

Полученные в результате проведенного расчета параметров конструкции первичного измерительного преобразователя (табл. 2, рис. 3) микрометровые значения определили микросистемную технику в качестве технологии изготовления первичного измерительного преобразователя, обладающую такими преимуществами, как: высокая повторяемость изготовления, групповая технология снижающая себестоимость, миниатюрность и устойчивость изделий к внешним механическим воздействиям [16–18].

Был также разработан вторичный преобразователь в виде измерительного блока и вакуумметр в целом, блок-схема показана на рис. 4.

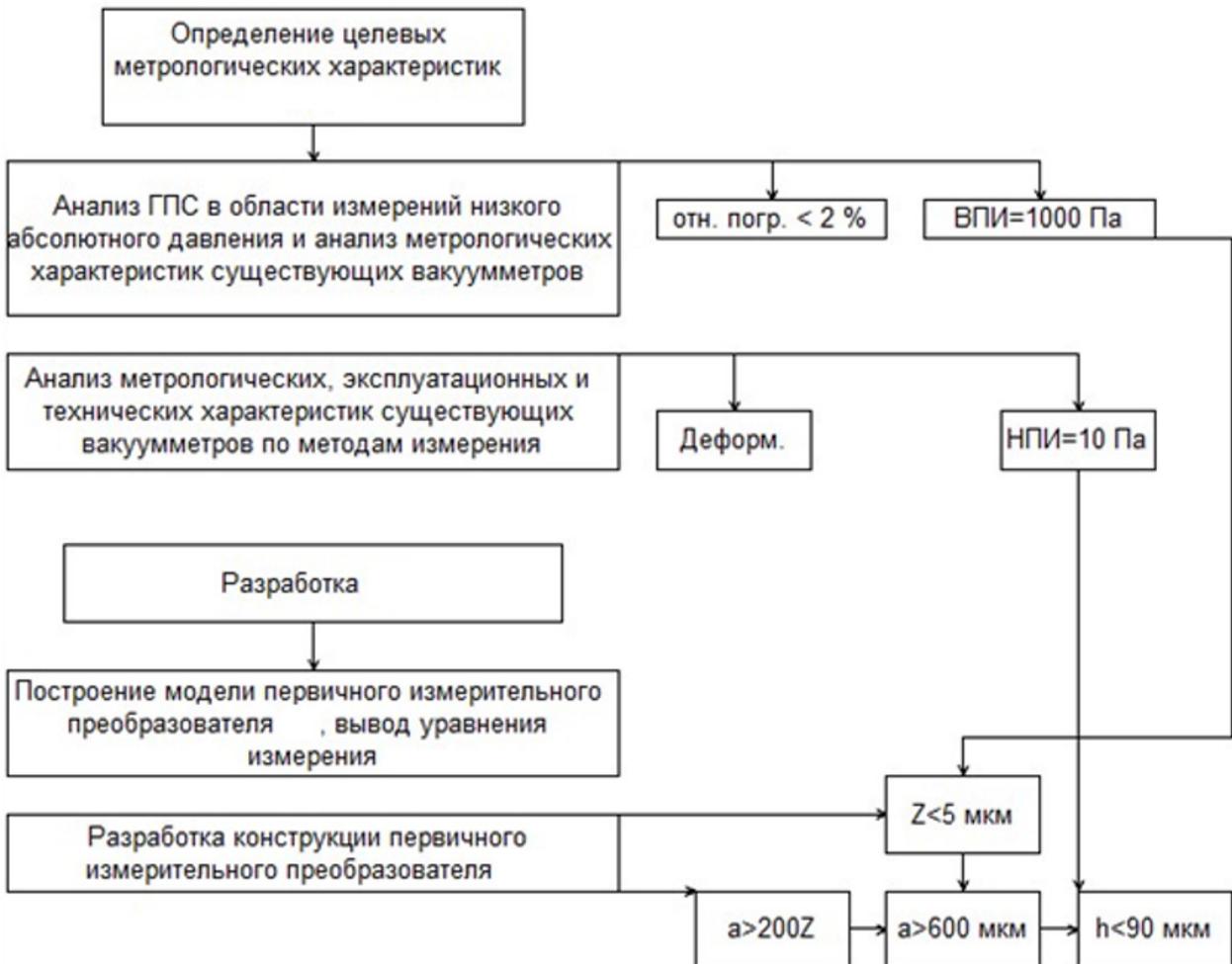


Рис. 2. Алгоритм расчета параметров конструкции первичного измерительного преобразователя деформационно-частотно-го вакуумметра

Fig. 2. The algorithm for calculating the design parameters of the primary measuring transducer of the strain-frequency vacuum gauge

Таблица 2. Параметры конструкции первичного измерительного преобразователя деформационно-частотного вакуумметра

Table 2. The design parameters of the primary measuring transducer of the strain-frequency vacuum gauge

Параметр	Значение, мкм
a, размер ПП	900
Z, толщина газового зазора	3
h, толщина ПП	75

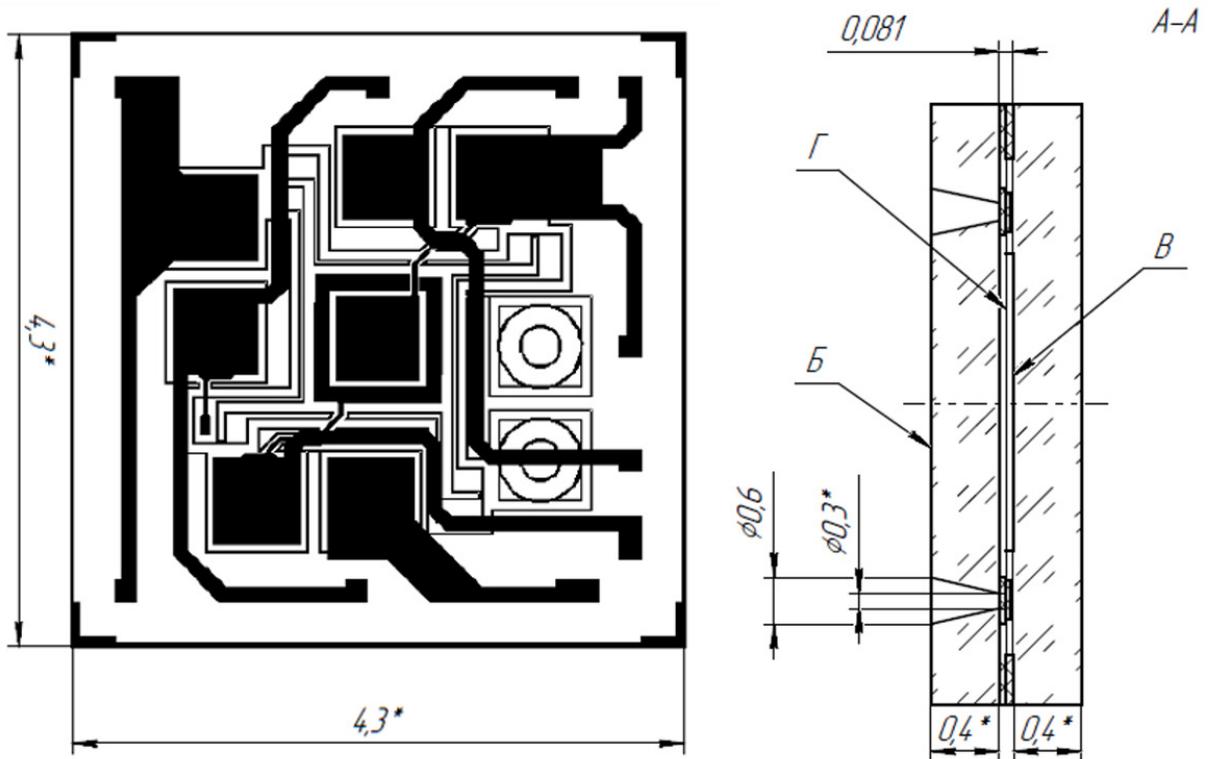


Рис. 3. Эскиз первичного измерительного преобразователя деформационно-частотного вакуумметра

Fig. 3. The sketch of the primary measuring transducer of the strain-frequency vacuum gauge

Измерительный блок содержит: блок измерения положения ПП, блок поддержания автоколебаний, блок автоматического регулирования давления газа в измерительной камере вакуумметрической установки. Внешний вид опытного образца изготовленного вакуумметра приведен на рис. 5 [8].

Оценка показателей точности измерений давления газа изготовленного деформационно-частотного вакуумметра была проведена следующим образом.

В уравнении измерения (3) вакуумметра деформационно-частотного способа измерения давления газа была учтена влияние температуры первичного измерительного преобразователя на результаты измерения и преобразовано к следующему виду [6]:

$$P = \frac{K_{20}}{1 + \alpha \cdot (t - 20)} (f^2 - f_M^2), \quad (4)$$

где  $K_{20}$  – градуировочный коэффициент вакуумметра при температуре 20 °С;

$\alpha$  – температурный коэффициент линейного расширения материала ПП преобразователя;

$t$  – температура преобразователя, °С;

$f$  – частота колебаний ПП, Гц;

$f_M$  – частота колебаний ПП при «отсутствии» газа в газовых зазорах.

Значение градуировочного коэффициента  $K_{20}$  было получено методом взвешенных наименьших квадратов путем непосредственного сличения с эталонными

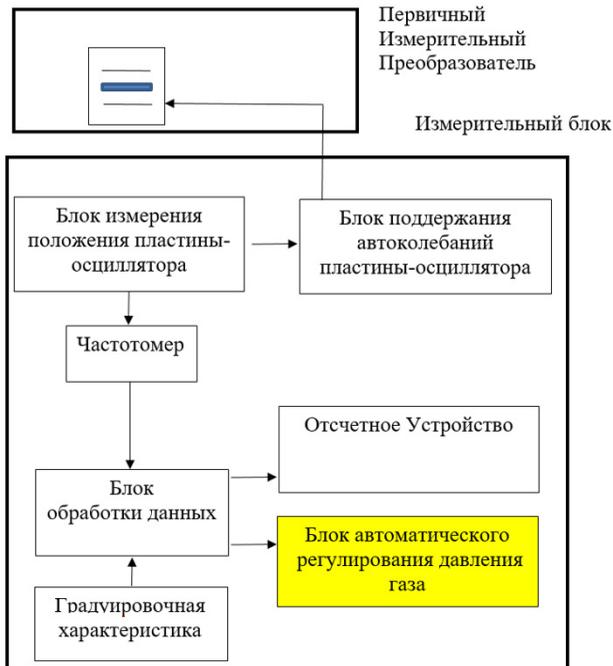


Рис. 4. Блок-схема деформационно-частотного вакуумметра

Fig. 4. The block diagram of the strain-frequency vacuum gauge

вакуумметрами из состава ГЭТ 49–2016 согласно методам построения градуировочных характеристик, изложенных в МИ 2175–91:

$$K_{20} = \frac{\sum_{i=1}^n \frac{(f_i^2 - f_M^2)}{P_{3i}}}{\sum_{i=1}^n \frac{(f_i^2 - f_M^2)^2}{P_{3i}^2}} = 9,77 \cdot 10^{-6} \frac{\text{Па}}{\text{Гц}^2}, \quad (5)$$

где  $P_{3i}$  – действительные значения давления газа в диапазоне измерения деформационно-частотного

вакуумметра ( $P_{3i} = \frac{P_{\text{НПИ}}}{10^3}$ ),  $f_i$  – соответствующие

давлению значения собственной частоты колебаний ПП ( $f_M = f_i$ ),  $i$  – последовательный номер градуировочного значения.

На основе анализа уравнения измерения (5) была проведена оценка неопределенности градуировочного коэффициента  $K_{20}$  в виде стандартной неопределенности:

$$u(K_{20}) = 4,4 \cdot 10^{-8} \frac{\text{Па}}{\text{Гц}^2}$$

На основе уравнения измерения (4) были рассчитаны коэффициенты чувствительности по каждому из источников неопределенности.

Коэффициент чувствительности по градуировочному коэффициенту  $K_{20}$ :

$$C_K = \frac{dP}{dK_{20}} = \frac{(f^2 - f_M^2)}{1 + \alpha \cdot (t - 20)} = \frac{P}{K_{20}}, \quad (6)$$

Зависимость квадрата произведения коэффициента чувствительности на стандартную неопределенность от давления показана на рис. 6.

Коэффициент чувствительности по температурному коэффициенту линейного расширения материала ПП  $\alpha$ :

$$C_\alpha = \frac{dP}{d\alpha} = -\frac{P}{1 + \alpha} \approx -P, \quad (7)$$

Зависимость квадрата произведения коэффициента чувствительности на стандартную неопределенность от давления показана на рис. 7.



Рис. 5. Опытный образец деформационно-частотного вакуумметра [8]

Fig. 5. The prototype model of the strain-frequency vacuum gauge [8]

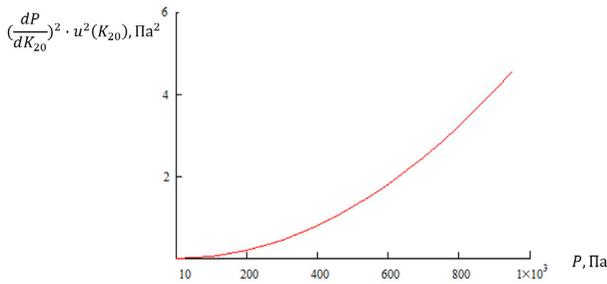


Рис. 6. Зависимость значения  $\left(\frac{dP}{dK_{20}}\right)^2 \cdot u^2(K_{20})$  от давления

Fig. 6. The dependence of the value  $\left(\frac{dP}{dK_{20}}\right)^2 \cdot u^2(K_{20})$  on pressure

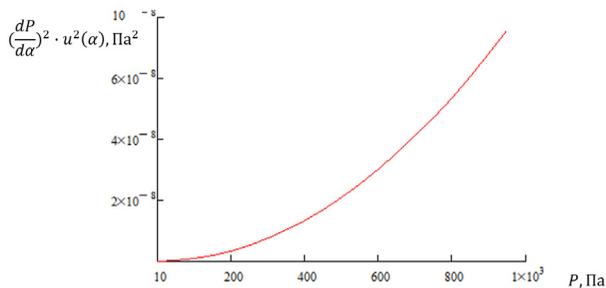


Рис. 7. Зависимость значения  $\left(\frac{dP}{d\alpha}\right)^2 \cdot u^2(\alpha)$  от давления

Fig. 7. The dependence of the value  $\left(\frac{dP}{d\alpha}\right)^2 \cdot u^2(\alpha)$  on pressure

Коэффициент чувствительности по температуре:

$$C_t = \frac{dP}{dt} = -\frac{P \cdot \alpha}{1 + \alpha} \approx -P \cdot \alpha, \quad (8)$$

Зависимость квадрата произведения коэффициента чувствительности на стандартную неопределенность от давления показана на рис. 8.

Коэффициент чувствительности по частоте:

$$C_f = \frac{dP}{df} = \frac{2 \cdot K_{20}}{1 + \alpha} \cdot \sqrt{\frac{P \cdot (1 + \alpha)}{K_{20}}} + f_M^2 \approx 2\sqrt{PK_{20}}, \quad (9)$$

Зависимость квадрата произведения коэффициента чувствительности на стандартную неопределенность от давления показана на рис. 9.

Коэффициент чувствительности по частоте колебания  $f_M$  ПП при условии «отсутствия» газа в газовых зазорах преобразователя:

$$C_{f_M} = \frac{dP}{df_M} = -\frac{2 \cdot K_{20} \cdot f_M}{1 + \alpha \cdot (t - 20)} = -1 \cdot 10^{-2} \frac{\text{Па}}{\text{Гц}}, \quad (10)$$

Составляющие суммарной стандартной неопределенности результата измерения давления деформационно-частотным вакуумметром приведены в табл. 3, составленной в соответствии с Руководством по выражению неопределенности.

Значение – стандартная неопределенность значения единицы, воспроизводимого или хранимого вышестоящим эталоном, использованным при калибровке<sup>2</sup>.

<sup>2</sup> Согласно таблице калибровочных и измерительных возможностей (Calibration and Measurement Capabilities CMC), графа ВНИИМ им. Д. И. Менделеева // KCDB [website]. URL: <https://www.bipm.org/kcdb/cmc/quick-search?keywords=pressure>

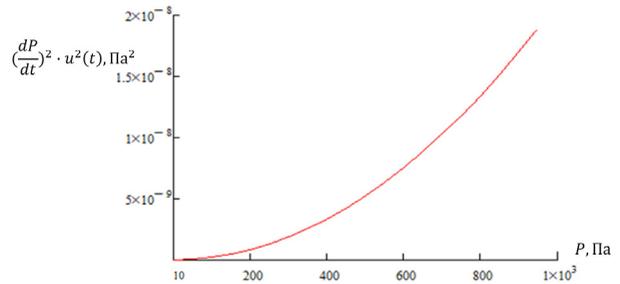


Рис. 8. Зависимость значения  $\left(\frac{dP}{dt}\right)^2 \cdot u^2(t)$  от давления

Fig. 8. The dependence of the value  $\left(\frac{dP}{dt}\right)^2 \cdot u^2(t)$  on pressure

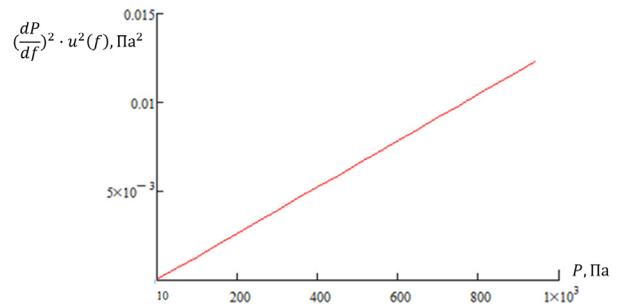


Рис. 9. Зависимость значения  $\left(\frac{dP}{df}\right)^2 \cdot u^2(f)$  от давления

Fig. 9. The dependence of the value  $\left(\frac{dP}{df}\right)^2 \cdot u^2(f)$  on pressure

Таблица 3. Сводная таблица составляющих стандартной неопределенности результата измерения давления деформационно-частотным вакуумметром при  $P=P_{\text{НПИ}}$ Table 3. The summary table of the components of the standard uncertainty of the pressure measurement result by the strain-frequency vacuum gauge at  $P=P_{\text{НПИ}}$ 

Составляющая стандартной неопределенности $u(x_n)$	Источник неопределенности	Значение стандартной неопределенности $u(x_n)$	$C_n = \frac{dP}{dx_n}$	$u_n(P) =  C_n u(x_n)$ , Па
$u(K_{20})$	Градуировочная характеристика	$4,4 \cdot 10^{-8} \frac{\text{Па}}{\text{Гц}^2}$	$1,0 \cdot 10^6 \text{ Гц}^2$	$4,5 \cdot 10^{-2}$
$u(\alpha)$	Коэффициент теплового расширения материала ПП	$3,0 \cdot 10^{-6} \frac{1}{^\circ\text{C}}$	$-10 \text{ Па} \cdot ^\circ\text{C}$	$3,0 \cdot 10^{-5}$
$u(t)$	Температура первичного измерительного преобразователя	$1,5 \cdot 10^{-5} ^\circ\text{C}$	$-5,0 \cdot 10^{-5} \frac{\text{Па}}{^\circ\text{C}}$	$7,5 \cdot 10^{-6}$
$u(f)$	Частота автоколебаний ПП	$5,8 \cdot 10^{-1} \text{ Гц}$	$2,1 \cdot 10^{-2} \frac{\text{Па}}{\text{Гц}}$	$1,2 \cdot 10^{-2}$
$u(f_M)$	Частота автоколебаний ПП при $P < \frac{P_{\text{НПИ}}}{10^3}$	$5,8 \cdot 10^{-1} \text{ Гц}$	$-1 \cdot 10^{-2} \frac{\text{Па}}{\text{Гц}}$	$5,8 \cdot 10^{-3}$
$u_A$	Стандартная неопределенность измерений, оцениваемая по типу А (при N=10)	$2,0 \cdot 10^{-2} \text{ Па}$	1	$2,0 \cdot 10^{-2}$
$u_z$	Стандартная неопределенность значения единицы, воспроизводимого или хранимого вышестоящим эталоном	$3,3 \cdot 10^{-2} \text{ Па}$	1	$3,3 \cdot 10^{-2}$
$u_c(P) = \sqrt{\sum_{n=1}^7 ( c_n  u(x_n))^2} = 5,9 \cdot 10^{-2} \text{ Па}$				

Была рассчитана расширенная неопределенность результата измерения давления при  $k=2$ :

$$U_{0,95} = k \cdot u_c = 2 \cdot 5,9 \cdot 10^{-3} \cdot P \approx 1,2 \cdot 10^{-2} \cdot P \text{ Па},$$

$$U_{0,95 \text{ ОТН}} = \frac{U_{0,95}}{P} \cdot 100 = 1,2 \%, \quad (11)$$

Таким образом, метрологические характеристики вакуумметра, основанного на новом деформационно-частотном способе измерения абсолютного давления газа позволяют использовать данный способ в эталонных вакуумметрах, соответствующих требованиям ГПС в области измерений вакуума.

### Заключение

На основе анализа уравнения измерения, с учетом оценки составляющих источников неопределенностей приведена оценка показателей точности деформационно-частотного способа измерения абсолютного давления газа. Полученные результаты исследования доказали возможность применения деформационно-частотного способа измерения давления с исключением поправки на остаточное давление в сравнительной камере, поправки на влияние температурных эффектов при термостатировании первичного измерительного преобразователя в эталонных вакуумметрах, соответствующих требованиям государственных поверочных схем в области измерений вакуума.

В результате исследования установлено, что расширенная неопределенность результата измерения давления вакуумметром, основанного на новом деформационно-частотном способе, не превышает 2 %, что позволяет использовать данный способ в эталонных вакуумметрах.

Практическая значимость разработанных научно-методических принципов и технологических решений для расчета и изготовления первичного измерительного преобразователя вакуумметра основана

на новом способе измерения низкого абсолютного давления и состоит в возможности изготавливать первичный измерительный преобразователь на российских предприятиях с использованием технологии микросистемной техники.

**Благодарности:** Все исследования проводились в ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

**Acknowledgments:** All studies were carried out at the D. I. Mendeleev Institute for Metrology.

## СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Чернышенко А. А. Трансформация системы метрологического обеспечения в области измерений давлений и вакуума // Вакуумная техника и технологии – 2020 : сб. труд. 27-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием. 27–29 октября 2020 г. / под ред. Д. К. Кострина и С. А. Марцынюкова. СПб.: Изд-во СПб ГЭТУ ЛЭТИ, 2020. С. 8–10.
2. Горобей В. Н., Израйлов Е. К. Эталонный мембранно-емкостный манометр низких абсолютных давлений // Измерительная техника. 2011. № 4. С. 70–73.
3. Чернышенко А. А. Развитие системы метрологического обеспечения в области вакуумных измерений в работах ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» // Эталоны. Стандартные образцы. 2022. Т. 18. № 2. С. 73–88 <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-2-73-88>
4. Садковская И. В., Эйхвальд А. И., Эйхвальд Т. А. Лазерный интерференционный масляный манометр государственного первичного эталона единицы давления ГЭТ 101-2011 // Измерительная техника. 2019. № 3. С. 3–7. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2019-3-3-7>
5. Гаршин А. Я., Горобей В. Н., Кувандыков Р. Э. Резонансный вакуумметрический преобразователь, созданный по технологии МЭМС // Вакуумная техника и технологии – 2017 : сб. труд. 24-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием, Санкт-Петербург, 6–8 июня 2017 г. / под ред. д-ра техн. наук А. А. Лисенкова. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ ЛЭТИ, 2017. С. 51–53.
6. Гаршин А. Я., Горобей В. Н., Кувандыков Р. Э. К расчету уравнения измерений МЭМС вакуумметрического преобразователя // Вакуумная техника и технологии – 2018 : сб. труд. 25-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием, Санкт-Петербург, 5–7 июня 2018 г. / под ред. д-ра техн. наук А. А. Лисенкова. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ ЛЭТИ, 2018. С. 125–127.
7. Технология изготовления микромеханического преобразователя низкого абсолютного давления / В. Н. Горобей [и др.] // Вакуумная техника и технологии – 2018 : сб. труд. 25-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием, Санкт-Петербург, 5–7 июня 2018 г. / под ред. д-ра техн. наук А. А. Лисенкова. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ ЛЭТИ, 2018. С. 128–131.
8. Горобей В. Н., Кувандыков Р. Э., Тетерук Р. А. Резонансный вакуумметр // Законодательная и прикладная метрология. 2019. № 6. С. 24–26.
9. Кувандыков Р. Э., Тетерук Р. А., Чернышенко А. А. Исследование отечественного первичного измерительного преобразователя вязкостного вакуумметра // Вакуумная техника и технологии – 2022: сб. труд. 29-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием, Санкт-Петербург, 21–23 июня 2022 г. / под ред. Д. К. Кострина, С. А. Марцынюкова. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ ЛЭТИ, 2022. С. 41–46.
10. Чернышенко А. А. Современное состояние и перспективы развития эталонной базы в области измерений низких абсолютных давлений и вакуума // Вакуумная техника и технологии – 2019 : сб. труд. 26-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием. СПб.: СПб ГЭТУ ЛЭТИ, 2019. С. 59–63.
11. Розанов Л. Н. Вакуумное технологическое оборудование. СПб: издательство Политехнического Университета, 2012. 26 с.
12. Садковская И. В., Эйхвальд А. И. Особенности применения мембранно-емкостных вакуумметров Баратрон при измерении низкого абсолютного давления // Вакуумная техника и технология. 2013. Т. 23, № 1. С. 45–46.
13. Мембранно-емкостный преобразователь с компенсацией для первичного эталона давления / И. В. Андронов [и др.] // Вакуумная техника и технологии – 2018 : сб. труд. 25-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием, Санкт-Петербург, 5–7 июня 2018 г. / под ред. д-ра техн. наук А. А. Лисенкова. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ ЛЭТИ, 2018. С. 121–125.
14. Способ измерения низкого абсолютного давления газа и устройство для его осуществления: патент RU2749644 С1, заявл. 23.11.2020; опубл. 16.06.2021.
15. Андронов А. А., Витт А. А., Хайкин С. Э. Теория колебаний. Москва: Наука, 1991. 35 с.
16. Калинкина М. Е., Пирожникова О. И. Микроэлектромеханические системы и датчики. СПб.: Университет ИТМО, 2020. 75 с.
17. Blech J. J. On isothermal squeeze film // Lubricant Technology. 1983. P. 615–620.

18. A MEMS friction vacuum gauge suitable for high temperature environment / D. Tenholte // *Sensors and Actuators A: Physical*. 2008. Vol. 142, No 10. P. 168–172. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2007.05.031>

## REFERENCES

- Chernyshenko A. A. Transformation of the metrological support system in the field of pressure and vacuum measurements. In: *Proceedings of the 27th All-Russian Conference with International Participation Vacuum Technique and Technology – 2020*; 27–29 October 2020; St. Petersburg, Russia. St. Petersburg: SPb GETU LETI; 2020. p. 8–10. (In Russ.).
- Gorobei V. N., Izrailov E. K. Standard diaphragm-capacitive manometer of low absolute pressures. *Measurement Techniques*. 2011;(4):70–73. (In Russ.).
- Chernyshenko A. A. Development of the metrological support system in the field of vacuum measurements in the works of D. I. Mendeleyev Institute for Metrology. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2022;18(2):73–88. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-2-73-88> (In Russ.).
- Sadkovskaya I. V., Eikhvald T. A., Eikhvald A. I. Laser interference oil manometer of state primary standard of the unit of pressure GET 101-2011. *Measurement Techniques*. 2019;62 (3) 181-187. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2019-3-3-7>
- Gorobei V. N., Garshin A. Ia., Kuvandykov R. E. Resonance vacuum gauge created using MEMS technology. In: *Proceedings of the 24th All-Russian Conference with International Participation Vacuum Technique and Technology – 2017*; 6–8 June 2017; St. Petersburg, Russia. St. Petersburg: SPb GETU LETI; 2017. p. 51–53. (In Russ.).
- Garshin A. Ia., Gorobei V. N., Kuvandykov R. E. On the calculation of the measurement equation for a MEMS vacuum transducer. In: *Proceedings of the 25th All-Russian Conference with International Participation Vacuum Technique and Technology – 2018*; 5–7 June 2018; St. Petersburg, Russia. St. Petersburg: SPb GETU LETI; 2018. p. 125–127. (In Russ.).
- Gorobei V. N., Konakov S. A., Kuvandykov R. E., Popova I. V. Manufacturing technology of a low absolute pressure micromechanical transducer. In: *Proceedings of the 25th All-Russian Conference with International Participation Vacuum Technique and Technology – 2018*; 5–7 June 2018; St. Petersburg, Russia. St. Petersburg: GETU LETI; 2018. p. 128–131. (In Russ.).
- Gorobei V. N., Kuvandykov R. E., Teteruk R. A. Resonant vacuum gauge. *Zakonodatel'naja i prikladnaja metrologija*. 2019;(6):24–26. (In Russ.).
- Kuvandykov R. E., Teteruk R. A., Chernyshenko A. A. Study of the domestic primary measuring transducer of a viscous vacuum gauge. In: *Proceedings of the 29th All-Russian Conference with International Participation Vacuum Technique and Technology – 2022*; 21–23 June 2022; St. Petersburg, Russia. St. Petersburg: SPb GETU LETI; 2022. p. 41–46. (In Russ.).
- Chernyshenko A. A. Current state and prospects of development of the reference base in the field of measurements of low absolute. In: *Proceedings of the 26th All-Russian Conference with International Participation Vacuum Technique and Technology – 2019*; St. Petersburg: SPb GETU LETI; 2019. p. 59–63. (In Russ.).
- Rožanov L. N. Vacuum technological equipment. St. Petersburg: izdatel'stvo Politehnicheskogo Universiteta; 2012. 26 p. (In Russ.).
- Sadkovskaja I. V., Jekhval'd A. I. Features of the use of Baratron membrane-capacitive vacuum gauges for measuring low absolute pressure. *Vakuumnaja tehnika i tehnologija*. 2013;23(1):45–46. (In Russ.).
- Andronov I. V., Gorobei V. N., Izrailov E. K., Lobashev A. A., Kuvandykov R. E., Chernyshenko A. A. Compensated diaphragm-capacitance transducer for primary pressure standard. In: *Proceedings of the 25th All-Russian Conference with International Participation Vacuum Technique and Technology – 2018*; St. Petersburg: SPb GETU LETI; 2018. p. 121–125. (In Russ.).
- Method for measuring low absolute gas pressure and device for its implementation: patent RU2749644 C1. (In Russ.).
- Andronov A. A., Vitt A. A., Hajkin S. Je. Theory of oscillations. Moscow: Nauka; 1991. 35 p. (In Russ.).
- Kalinkina M. E., Pirozhnikova O. I. Microelectromechanical systems and sensors. St. Petersburg: Universitet ITMO; 2020. 75 p.
- Blech J. J. On isothermal squeeze film. *Lubricant Technology*. 1983;615–620.
- Tenholte D., Kurth S., Geßner T., Dötzel W. A MEMS friction vacuum gauge suitable for high temperature environment. *Sensors and Actuators A: Physical*. 2008;142(10):168–172. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2007.05.031>

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

ГОСТ 5197–85 Вакуумная техника. Термины и определения. Государственный стандарт утвержден и введен постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 ноября 1985 М.: Издательство стандартов, 1985. Текст: непосредственный.

ГОСТ 8.271–77 Государственная система обеспечения единства измерений. Средства измерений давления. Термины и определения. Государственный стандарт утвержден и введен постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 19 декабря 1977 г. N2934 М.: Издательство стандартов, 1977. Текст: непосредственный.

ГЭТ 49–2016 Государственный Первичный Специальный Эталон единицы давления для области абсолютных давлений в диапазоне 1·10–6 – 1·103 Па/ институт хранитель ВНИИМ им. Д. И. Менделеева. Текст электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. 2022. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397929>

ГЭТ 101–2011ГПЭ единицы давления для области абсолютного давления в диапазоне 1·10<sup>-1</sup> – 7·10<sup>5</sup> Па/ институт хранитель ВНИИМ им. Д. И. Менделеева. Текст электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. 2022. URL <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397807>

МИ 2175–91 ГСИ. Градуировочные характеристики средств измерений. Методы построения, оценивания погрешностей. Разработана НПО «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», 1991. Текст: непосредственный.

РМГ 91–2009 ГСИ. Совместное использование понятий «погрешность измерений» и «неопределенность измерения». Общие принципы. Издательство Москва Стандартиформ, 2009. Текст: непосредственный.

Руководство по выражению неопределенности. Санкт-Петербург. Издательство ФГУП ВНИИМ 1999. Текст: непосредственный.

#### **ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ**

**Кувандыков Рустам Эгамбердыевич** – ведущий инженер отдела государственных эталонов в области измерения давления ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Россия, 190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, д. 19  
e-mail: [ruskuw@mail.ru](mailto:ruskuw@mail.ru)  
<https://orcid.org/0000-0002-5847-9056>

#### **INFORMATION ABOUT THE AUTHORS**

**Rustam E. Kuvandykov** – Leading Engineer of the Department of state standards in the field of pressure measurements, D. I. Mendeleev Institute for Metrology.

19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia  
e-mail: [ruskuw@mail.ru](mailto:ruskuw@mail.ru)  
<https://orcid.org/0000-0002-5847-9056>

## СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Научная статья  
УДК 543.272.2:681.2.089:53.089.68  
<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-3-29-40>



# Стандартные образцы для градуировки анализатора водорода при высокой концентрации

А. А. Спиридонова<sup>1, 2</sup>  , В. Н. Кудияров<sup>2</sup> , А. М. Лидер<sup>2</sup> 

<sup>1</sup> Государственный региональный центр стандартизации, метрологии и испытаний в Томской области, г. Томск, Россия  
 [spiridonova@tcsms.tomsk.ru](mailto:spiridonova@tcsms.tomsk.ru)

<sup>2</sup> ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», г. Томск, Россия

**Аннотация:** В данном исследовании рассматриваются вопросы повышения точности при измерении высоких концентраций водорода при разработке материалов-накопителей в водородной энергетике. Цель исследования – разработка стандартных образцов для градуировки анализаторов водорода при высоких концентрациях. Проанализированы основные методы определения содержания водорода в материалах, установлено, что экстракционный метод в среде инертного газа нашел наиболее широкое применение. Отмечена необходимость градуировки анализаторов по стандартным образцам с высокой концентрацией водорода. Разработаны стандартные образцы из титанового сплава ВТ-1-0 с концентрацией водорода до  $(4,0 \pm 0,1)$  масс.%. Подобраны оптимальные параметры проведения анализа. На примере анализатора водорода RHEN602 (LECO, США) проведена градуировка по разработанным стандартным образцам с получением градуировочной зависимости. Оценена надежность полученной градуировочной прямой с использованием стехиометрического гидрида циркония. Доверительный интервал полученной градуировочной прямой составил  $\pm 10\%$ . Установлено, что проведение градуировки по разработанным образцам позволяет проводить анализ материалов с содержанием водорода от 0,5 до 4,0 масс.%. Практическая значимость исследования заключается в разработке стандартных образцов, которые могут быть применены для проведения градуировки анализаторов водорода, работающих по принципу плавления в среде инертного газа, при высокой концентрации водорода.

**Ключевые слова:** анализатор водорода, водород, стандартный образец, титановый сплав, градуировка, экстракционный метод, концентрация, гидрирование

**Ссылка при цитировании:** Спиридонова А. А., Кудияров В. Н., Лидер А. М. Стандартные образцы для градуировки анализатора водорода при высокой концентрации // Эталоны. Стандартные образцы. 2022. Т. 18, № 3. С. 29–40. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-3-29-40>

Статья поступила в редакцию 30.08.2022; одобрена после рецензирования 20.09.2022; принята к публикации 25.09.2022.

## REFERENCE MATERIALS

Research Article

# Development of Reference Materials for Calibration of the Hydrogen Analyzer at High Concentration

Alena A. Spiridonova<sup>1,2</sup>  , Viktor N. Kudiiarov<sup>2</sup> , Andrey M. Lider<sup>2</sup> 

<sup>1</sup>State Regional Center for Standardization, Metrology and Testing in the Tomsk Region, Tomsk, Russia

 spiridonova@tcsms.tomsk.ru

<sup>2</sup>National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russia

**Abstract:** The study discusses the issues of improving the accuracy of measuring high hydrogen concentrations in the development of storage materials in the hydrogen energy industry. The purpose of the study was to develop reference materials for calibration of the hydrogen analyzers at high concentrations. The main methods for determining the hydrogen content in materials were analyzed. It was established that the extraction method in an inert gas medium has found the widest application. The main methods for determining the hydrogen content in materials are analyzed, it is established that the extraction method in an inert gas medium has found the widest application. The need for calibration of analyzers on reference materials with a high hydrogen concentration was noted. Reference materials of titanium alloy VT-1-0 with hydrogen concentration up to  $(4.0 \pm 0.1)$  wt.% have been developed. The optimal parameters for the analysis were selected. On the example of the hydrogen analyzer RHEN602 (LECO, USA), calibration was carried out on the developed reference materials to obtain a calibration dependence. The reliability of the obtained calibration curve with the application of stoichiometric zirconium hydride was estimated. The confidence interval of the resulting calibration curve was  $\pm 10\%$ . It has been established that the calibration on the developed materials makes it possible to analyze materials with a hydrogen content of 0.5 to 4.0 wt.%. The practical significance of the study lies in the development of reference materials that can be applied to calibrate hydrogen analyzers operating on the principle of melting in an inert gas medium at a high hydrogen concentration.

**Keywords:** hydrogen analyzer, hydrogen, reference material, titanium alloy, calibration, extraction method, concentration, hydrogenation

**For citation:** Spiridonova A. A., Kudiiarov V. N., Lider A. M. Development of Reference Materials for Calibration of the Hydrogen Analyzer at High Concentration. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2022;18(3):29–40. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-3-29-40> (In Russ.).

The article was submitted 30.08.2022; approved after reviewing 20.09.2022; accepted for publication 25.09.2022.

### Введение

Разработка перспективных материалов для хранения водорода является одной из важных задач развития водородной энергетики [1–5]. Перспективные материалы-аккумуляторы водорода должны иметь оптимальный элементный и фазовый состав, чтобы обладать высокими скоростями сорбции и десорбции водорода, аккумулировать большое количество водорода и быть циклически стабильными [6–10]. Гидриды

металлов обладают такими свойствами, как высокая объемная плотность атомов водорода в матрице, широкий диапазон рабочих давлений и температур, каталитическая активность и ряд других, являются наиболее используемыми материалами для хранения водорода [11–19]. Интерметаллические соединения на основе гидридообразующих металлов Zr, Ti, Pd, V способны аккумулировать до 4 масс.% водорода [20–29]? в связи с чем широко применяются при хранении водорода.

Измерение концентрации водорода в материалах для хранения водорода является важным этапом разработки и испытаний материалов.

В настоящее время для измерения концентрации водорода в металлах используются следующие методы: эмиссионная спектроскопия, спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой, активационный анализ заряженных частиц, масс-спектральный анализ, высокотемпературный вакуумный отжиг с масс-спектрометрической регистрацией водорода, экстракционный метод в среде инертного газа с определением содержания водорода с помощью термодиметрической ячейки по градуировочной линии. При этом последний нашел наиболее широкое применение как в научных лабораториях, так и в промышленности [30, 31].

Одним из методов измерения концентрации водорода в материале, который нашел широкое применение, является метод экстракции в среде инертного газа. Применение метода экстракции водорода в среде инертного газа позволяет с высокой точностью определять концентрацию водорода (количественный анализ) с помощью градуировочной линии, а также путем анализа формы кривой экстракции (число максимумов на кривой, максимальные ширина и высота). Таким образом, состояние водорода в материале (качественный анализ) можно оценить аналогично методу термостимулированной десорбции [32–36].

Одним из приборов, в котором реализован метод экстракции водорода в среде инертного газа, является анализатор водорода серии RHEN602 фирмы LECO. Однако для проведения испытаний в области водородной энергетики концентрация водорода в образцах может достигать до 4 масс.%. Поэтому при анализе аккумуляющих материалов с высокой концентрацией водорода на анализаторах водорода серии RHEN602 можно столкнуться с двумя трудностями.

Первая трудность заключается в том, что при измерении образцов с содержанием водорода, существенно более высоким, чем у стандартных калибровочных образцов, возникают большие погрешности. Для решения этой проблемы необходимо разработать стандартные образцы с высокими содержаниями водорода и провести градуировку анализатора с использованием разработанных образцов.

Вторая трудность, которая может возникнуть при анализе образцов с высокой концентрацией водорода, – это превышение верхнего порога чувствительности термодиметрической ячейки анализатора. Это происходит, когда образец с высоким содержанием водорода очень быстро плавится и большое количество

водорода попадает в ячейку за короткий промежуток времени. Происходит быстрое плавление анализируемого образца, так как при стандартизованном анализе ток, проходящий через образец, сразу имеет максимальное значение. Решением этой проблемы может стать постепенное, ступенчатое увеличение силы тока от некоторого начального значения до максимального. Это приведет к более градиентному извлечению водорода из образца без превышения верхнего порога чувствительности термодиметрической ячейки и позволит проводить анализ образцов с высоким содержанием водорода, включая анализ формы кривой экстракции.

Таким образом, целью настоящего исследования являлась разработка стандартных образцов с высокими содержаниями водорода и градуировка анализатора водорода по разработанным образцам. Для достижения сформулированной цели решались следующие задачи: подготовка образцов с известными высокими концентрациями водорода; подбор оптимальных параметров анализа образцов с высокой концентрацией водорода, чтобы не превышался верхний порог чувствительности ячейки теплопроводности; градуировка анализатора водорода RHEN602 фирмы LECO по подготовленным образцам и выбранным оптимальным параметрам и проверка эффективности разработанной методики на различных образцах материалов-аккумуляторов водорода.

### **Материалы и методы**

Процедура создания стандартных образцов включает пять основных этапов: подготовка образцов, отжиг, гидрирование и выдержка в атмосфере инертного газа. После проведения серий насыщения исследуемого материала была проведена градуировка анализатора с построением градуировочной зависимости. В данной работе в качестве материала для разработки стандартных образцов выбран технически чистый титановый сплав VT-1-0 [37–45], так как он характеризуется высокими скоростями сорбции при гидрировании, стабильным состоянием, экономичностью, доступностью и безопасностью в обращении.

Образцы изготавливались из проволоки высотой 3 мм и диаметром 2,5 мм. Для изготовления градуировочных образцов с высокой концентрацией (до 4 масс.%) использовался технически чистый порошок титана.

Подготовка образцов заключалась в их обработке на наждачной бумаге для удаления окисной пленки и подготовки поверхности к дальнейшему

эксперименту. После чего образцы подвергались отжигу при температуре 750 °С в течение 60 минут.

Насыщение образцов водородом проводилось на автоматизированном комплексе Gas Reaction Controller при температуре 600 °С и давлении 2 атм. в течение часа. Данная установка позволяет насыщать образцы водородом из газовой среды при максимальной температуре 900 °С и максимальном давлении 50 атм. Различные концентрации водорода были достигнуты путем изменения времени гидрирования.

Концентрация водорода определялась волюметрическим методом и по изменению массы после введения водорода. Волюметрический метод определения концентрации водорода, сорбированного образцом, заключается в определении количества водорода по его давлению и температуре в реакционной камере в процессе наводороживания. Подробное описание волюметрического метода определения концентрации водорода представлено в [46]. В работе использовались только те образцы, для которых разница между значениями концентрации водорода, определенными волюметрическим методом и по изменению массы, не превышала 5% от значения концентрации.

Количество образцов в одной серии составило 18 штук (за исключением серии 6). Концентрации водорода, определенные волюметрическим методом, полученной серии градуировочных образцов представлены в табл. 1.

### Результаты

Выбор геометрического размера образцов основывался на проведенном анализе по определению предельного количества атомов водорода анализатора до превышения порога чувствительности. Для этого были подготовлены образцы титана различной массы и с различным содержанием водорода, в табл. 2 представлены расчеты количества атомов водорода в подготовленных образцах.

По представленным расчетным данным было установлено, что максимальное количество атомов водорода, при котором не происходит превышение порога чувствительности анализатора, составляет  $1,9 \cdot 10^{21}$ , данному количеству атомов водорода соответствует масса водорода равная  $3,14 \cdot 10^{-3}$  г. Затем с учетом этих значений, было рассчитано содержание водорода в образцах различной высоты.

Таблица 1. Серии градуировочных образцов  
Table 1. The series of calibration samples

Серия	Содержание, масс.%	Серия	Содержание, масс.%
1	0,643±0,035	4	1,559±0,084
2	1,068±0,057	5	1,860±0,010
3	1,125±0,060	6	4,000±0,205

Таблица 2. Расчет количества атомов водорода в подготовленных образцах  
Table 2. The calculation of the number of hydrogen atoms in the prepared samples

Номер измерения	Масса образца, г	Содержание водорода, масс.%	Масса водорода · 10 <sup>-3</sup> , г	Кол-во атомов водорода · 10 <sup>21</sup>	Порог чувствительности
1	0,032	1,61	0,53	0,32	
2	0,035	1,73	0,62	0,37	
3	0,069	1,51	1,06	0,63	
<b>4</b>	<b>0,151</b>	<b>2,03</b>	<b>3,14</b>	<b>1,9</b>	
5	0,187	1,74	3,30	2,0	превышен
6	0,245	1,49	3,71	2,2	превышен
7	0,306	1,20	3,72	2,2	превышен

Для начала рассчитывался объем цилиндров по формуле:

$$V = \pi h r^2, \quad (1)$$

где  $h$  – предполагаемая высота цилиндров, которая варьируется в пределах от 0,1 до 10 мм;  $r$  – радиус проволоки, равный 1,23 мм.

Затем рассчитывалась предполагаемая масса образцов по формуле:

$$m = V \cdot \rho, \quad (2)$$

где  $V$  – объем цилиндров, см<sup>3</sup>;  $\rho$  – плотность титана, равная 4,54 г/см<sup>3</sup>.

Далее для каждого значения высоты с шагом 0,1 см рассчитывалась концентрация водорода по формуле:

$$C = \frac{m_H}{m_H + m} \cdot 100\%. \quad (3)$$

Проведенные расчеты представлены в табл. 3.

Из представленных результатов видно, что высота образцов, соответствующая значению 0,3 см, является оптимальной как по изготовлению, так и по насыщению без превышения порога чувствительности.

Для того чтобы иметь возможность измерять высокие концентрации водорода без превышения порога чувствительности, необходимо подобрать оптимальные параметры измерения, при которых скорость экстракции водорода не будет превышать предельную ступень, после которой происходит превышение порога

чувствительности. В качестве исследуемых параметров были рассмотрены сила тока, время нагрева печи, время интегрирования и анализа.

Для проведения анализа образцов с высокой концентрацией водорода, чтобы не превышался верхний порог чувствительности термокондиметрической ячейки, следует использовать ступенчатый нагрев. Для данного метода необходимо установить начальное значение силы тока, с которого будет производиться анализ. Данное начальное значение подбирается по степени плавления плавня. В качестве плавня в этом анализаторе использовалось олово. Плавень используется для равномерного распределения тепла по всему объему твердого образца и для удержания сыпучей пробы, чтобы она не выдулась из тигля во время анализа. Установлено, что плавление плавня начинается при температуре 200 °С, что соответствует силе тока 170 А. Необходимо также отметить, что при проведении анализа сила тока не должна превышать 700 А, так как при данной силе тока происходит процесс дегазации. Поэтому в качестве предельного значения силы тока было выбрано значение 650 А.

Анализ работ [12–16] показал, что первый пик десорбции водорода титановым сплавом наблюдается при температуре 600 °С. Эта температура соответствует фазовой границе между областями существования фаз  $\delta$  и  $\beta + \delta$ . Следовательно, на этой стадии происходит диссоциация гидридов, находящихся в материале. Другой высокотемпературный пик, лежащий в интервале температур от 690 °С до 720 °С, соответствует

Таблица 3. Содержание водорода в зависимости от расчета высоты исследуемых образцов  
Table 3. The hydrogen content depending on the calculation of the height of the studied samples

Высота проволоки $h$ , см	Объем цилиндра $V$ , см <sup>3</sup>	Масса образца, г	Содержание водорода, масс.%
0,1	0,005	0,02	12,7949
0,2	0,010	0,04	6,8347
<b>0,3</b>	<b>0,014</b>	<b>0,06</b>	<b>4,6627</b>
0,4	0,019	0,09	3,5383
0,5	0,024	0,11	2,8508
0,6	0,029	0,13	2,3870
0,7	0,033	0,15	2,0530
0,8	0,038	0,17	1,8010
0,9	0,043	0,19	1,6041
1	0,048	0,21	1,4460

переходу из  $\alpha$ -фазы в  $\beta$ -фазу. Был проведен предварительный этап исследования по определению температурной зависимости для каждого пика водорода при определении содержания водорода методом плавления в среде инертного газа при ступенчатом нагреве печи с шагом 100 °С.

Таким образом, после проведенного эксперимента было установлено, что первый пик соответствует диссоциации гидридов. Однако высокотемпературный пик соответствует температуре 1000 °С. Исходя из этого был сделан вывод, что шаг нагрева 100 °С является оптимальным для проведения анализа.

Далее необходимо подобрать параметры времени. Время анализа складывается из времени нагрева и выдержки при постоянной силе тока. Основным подбором параметров времени является продолжительность анализа, который не должен занимать много времени. Предполагалось, что время нагрева не должно превышать и быть равным времени выдержки. Минимальное время нагрева составило 10 секунд, но данного времени недостаточно для нагрева каждой ступени. Поэтому было выбрано время нагрева 15 секунд, так как при данном времени водород равномерно регистрируется датчиком. Подбор времени выдержки начинался с 15 секунд, но чем выше сила тока, тем сильнее нагревается образец и во время выдержки при заданной силе тока происходит превышение порога чувствительности. Как уже было отмечено, процесс анализа не должен занимать много времени, поэтому оптимальным временем выдержки было выбрано 20 секунд, а нагрева – 15 секунд.

Погрешности определения концентрации водорода в полученных стандартных образцах рассчитывались для прямых многократных измерений с доверительной вероятностью  $P=0,95\%$  в соответствии с ГОСТ Р 8.736-2011. Результаты приведены в табл. 4.

С использованием представленных образцов в табл. 1 была получена градуировочная зависимость, показанная на рис. 1а, типичный вид экстракционной кривой представлен на рис. 1б. В результате анализа строится экстракционная кривая по площади, под которой и определяется содержание водорода в образце по градуировочной кривой.

Данная градуировочная зависимость описывается уравнением:

$$y = 27,47x - 0,13. \quad (4)$$

Погрешность аппроксимирующей линейной зависимости оценивалась по формуле:

$$\sigma = \sum_{i=1}^n (y_i - (ax_i + b))^2 = 0,02. \quad (5)$$

Стоит отметить, что градуировка по разработанным образцам может позволить измерять концентрации от 0,5 до 4,0 масс.% водорода.

В качестве оценки достоверности полученной градуировочной зависимости был проведен анализ водорода до и после калибровки в стехиометрическом гидриде циркония  $ZrH_2$  с известной концентрацией водорода 2 масс.%. Гидрид циркония для верификации калибровки приобретался в компании Sigma-Aldrich (США), указанные стехиометрический состав и концентрация водорода были подтверждены

Таблица 4. Результаты определения погрешности в зависимости от определения концентрации водорода в полученных стандартных образцах

Table 4. The results of determining the error depending on the determination of the hydrogen concentration in the obtained reference materials

Серия	СКО среднего арифметического, масс.%	Доверительные границы случайной погрешности, масс.%	Доверительные границы НСП, масс.%	Суммарное СКО оценки измеряемой величины, масс.%	Доверительные границы погрешности при доверительной вероятности $P=0,95$ , масс.%
1	0,005	0,010	0,032	0,019	0,035
2	0,008	0,016	0,053	0,032	0,057
3	0,008	0,017	0,056	0,033	0,060
4	0,011	0,024	0,078	0,046	0,084
5	0,013	0,028	0,093	0,055	0,100
6	0,012	0,026	0,200	0,116	0,205

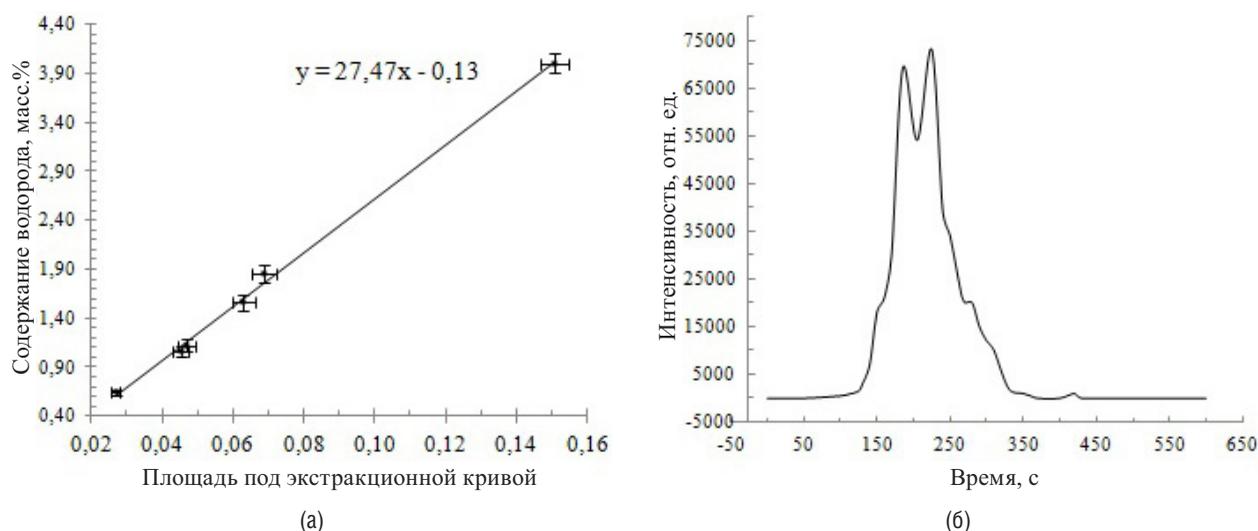


Рис. 1. Градуировочная зависимость разработанных образцов (а) и типичный вид экстракционной кривой (б)  
Fig. 1. The calibration dependence of the developed samples (a) and the typical form of the extraction curve (b)

методами рентгеноструктурного анализа и элементного анализа. Результаты десяти измерений до калибровки содержания водорода в стехиометрическом гидриде циркония лежали в диапазоне от 1,7 до 2,2 масс.% водорода. Такая высокая погрешность измерений связана как раз с отсутствием градуировки для высоких содержаний водорода. На рис. 2 представлена градуировочная зависимость с измеренным гидридом циркония:

Как видно из рис. 2, полученное значение концентрации водорода в циркониевом сплаве попадает в доверительный интервал полученной градуировочной прямой. Полученное значение концентрации водорода

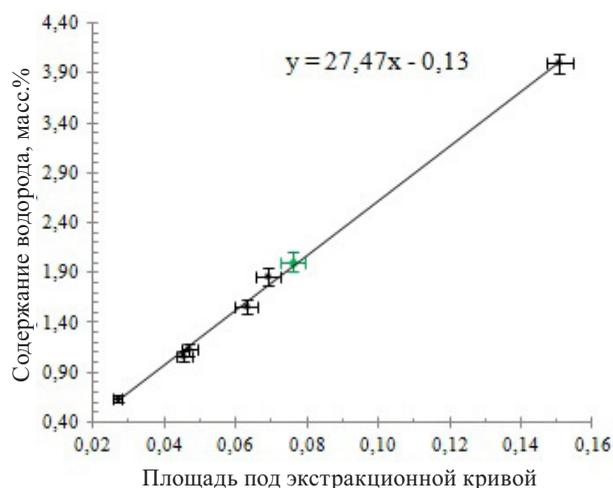


Рис. 2. Оценка достоверности градуировочной зависимости с измеренным гидридом циркония

Fig. 2. The assessment of the reliability of the calibration dependence with the measured zirconium hydride

в циркониевом сплаве попадает в доверительный интервал полученной градуировочной прямой  $\pm 10\%$ . Результаты десяти измерений после калибровки содержания водорода в стехиометрическом гидриде циркония лежали в диапазоне от 1,98 до 2,02 масс.% водорода. Это подтверждает корректность полученной градуировочной прямой.

### Заклучение

В водородной энергетике при разработке материалов-накопителей водорода необходимо определять содержание водорода в материалах с высокой концентрацией. Одним из методов, позволяющих определять содержание водорода, является метод экстракции в среде инертного газа. Установки, реализующие данный метод, подвергаются градуировке по стандартным образцам с построением градуировочной зависимости. В данной работе для увеличения точности определения водорода для высоких концентраций на примере анализатора водорода модели RHEN602 фирмы LECO были разработаны стандартные образцы с высокой концентрацией водорода, а также подобраны оптимальные параметры анализа для исключения превышения порога чувствительности термокудукметрической ячейки анализатора.

В результате были подготовлены серии стандартных образцов из проволоки титанового сплава ВТ1-0 высотой 3 мм и диаметром 2,5 мм с известной концентрацией водорода до  $(1,860 \pm 0,010)$  масс.%. Для изготовления градуировочных образцов с высокой концентрацией до  $(4,0 \pm 0,2)$  масс.% использовался технически чистый порошок титана. Подобраны оптимальные

параметры для измерения высоких концентраций водорода: время нагрева и выдержки составило 15 и 20 секунд соответственно, оптимальный шаг тока нагрева печи 60 А, что соответствует 100 °С.

Затем была проведена градуировка анализатора с построением градуировочной зависимости. Установлено, что градуировка по разработанным образцам может позволить проводить анализ материалов с содержанием водорода от 0,5 до 4,0 масс. %.

Надежность оценивалась с использованием стехиометрического гидрида циркония. При измерении образцов полученные данные помещались в доверительный интервал 10 %.

На основании представленных результатов можно сделать вывод, что разработанные стандартные образцы соответствуют заявленной цели и могут быть применены для проведения градуировки анализаторов водорода, работающих по принципу плавления в среде инертного газа, при высокой концентрации водорода.

**Благодарности:** Работа выполнена при финансовой поддержке Государственного задания «Наука» в рамках научного проекта № FSWW-2020–0017.

**Acknowledgments:** The work was sponsored by the State Assignment «Science», research project No. FSWW-2020–0017.

**Вклад соавторов:** Спиридонова А. А. – измерения образцов на анализаторе водорода, анализ результатов, подготовку статьи; Кудияров В. Н. – подготовка образцов с различным содержанием водорода, участие в обсуждении результатов и подготовка статьи; Лидер А. М. – руководство работой, анализ полученных данных, формулировка результатов, редактирование статьи.

**Authors' contribution:** Spiridonova A. A. – performing measurements of samples on a hydrogen analyzer, analysis of the results, preparation of the article; Kudiarov V. N. – preparation of samples with different hydrogen content, participation in the discussion of the results and preparation of the article; Lider A. M. – work management, analysis of the obtained data, preparation of the results, revision of the article.

**Конфликт интересов:** Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

**Conflict of interest:** The authors declare no conflicts of interests.

#### СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. *Borzenko V., Eronin A.* The use of air as heating agent in hydrogen metal hydride storage coupled with PEM fuel cell // *International Journal of Hydrogen Energy*. 2016. Vol. 41, № 48. P. 23120–23124. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2016.10.067>
2. Optimized operation combining costs, efficiency and lifetime of a hybrid renewable energy system with energy storage by battery and hydrogen in grid-connected applications / P. García-Triviño [et al.] // *International Journal of Hydrogen Energy*. 2016. Vol. 41, № . 48. P. 23132–23144 p. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2016.09.140>
3. Ortiz A. L., Zaragoza M. J. M., Collins-Martínez V. Hydrogen production research in Mexico: A review // *International Journal of Hydrogen Energy*. 2016. Vol. 41, № 48. P. 23363–23379. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2016.07.004>
4. A DFT study of hydrogen storage on surface (110) of Mg 1–x Al x (0 ≤ x ≤ 0.1) / G. Ramírez-Dámaso [et al.] // *International Journal of Hydrogen Energy*. 2016. Vol. 41, № 48. P. 23388–23393. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2016.08.202>
5. *Liu W., Aguey-Zinsou K. F.* Hydrogen storage properties of in-situ stabilised magnesium nanoparticles generated by electroless reduction with alkali metals // *International Journal of Hydrogen Energy*. 2015. Vol. 40, № 47. P. 16948–16960. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2015.07.020>
6. Synthesis and properties of ZnO-HMD@ ZnO-Fe/Cu core-shell as advanced material for hydrogen storage / N. Bouazizi [et al.] // *Journal of Colloid and Interface Science*. 2017. Vol. 491 P. 89–97. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2016.12.024>
7. The new metal complex templated polyoxoborate (s)(POB (s)) structures. Synthesis, structural characterization, and hydrogen storage capacities / D. A. Köse [et al.] // *Journal of Molecular Structure*. 2017. Vol. 1134. P. 806–813. <https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2017.01.010>
8. *Колачев Б. А., Шалин П. Е., Ильин А. А.* Сплавы-накопители водорода : Справочник. М. : Metallurgy, 1995. 384 с.
9. Hydrogenation thermokinetics and activation behavior of non-stoichiometric Zr-based Laves alloys with enhanced hydrogen storage capacity / Y. Zhang [et al.] // *Journal of Alloys and Compounds*. 2017. Vol. 694. P. 300–308. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.10.021>
10. Hydriding and dehydriding in air-exposed Mg Fe powder mixtures / K. Suárez-Alcántara [et al.] // *International Journal of Hydrogen Energy*. 2016. Vol. 41, № 48. P. 23380–23387. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2016.06.242>
11. Hydrogen storage properties of a Mg-La-Fe-H nano-composite prepared through reactive ball milling / X. Chen [et al.] // *Journal of Alloys and Compounds*. 2017. Vol. 701. P. 208–214. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.01.056>
12. Hydrogen storage and hydrogen generation properties of CaMg 2-based alloys / M. Ma [et al.] // *Journal of Alloys and Compounds*. 2017. Vol. 691. P. 929–935. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.08.307>
13. Mg–M–LiH alloys prepared by mechanical milling and their hydrogen storage characteristics / K. Suárez-Alcántara [et al.] // *International Journal of Hydrogen Energy*. 2015. Vol. 40, № 48. P. 17344–17353. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2015.04.083>

14. Metal aluminum amides for hydrogen storage—Crystal structure studies / S. Hino [et al.] // *International Journal of Hydrogen Energy*. 2015. Vol. 40, № 47. P. 16938–16947. <https://doi.org/10.1016/J.IJHYDENE.2015.05.012>
15. *Tarasov B. P., Lototsky M. V., Yartys V. A.* Problem of hydrogen storage and prospective uses of hydrides for hydrogen accumulation // *Russian Chemical Journal*. 2006. Vol. 50, № 6. P. 34–48. <https://doi.org/10.1134/S1070363207040329>
16. *Kulik O. P., Chernyshev L. I.* Hydrogen energy: storage and transportation of hydrogen (review). Preprint of NAS of Ukraine, Institute of Problems of Materials Science. I. N. Frantsevich. P. 67.
17. *Pundt A., Kirchheim R.* Hydrogen in metals: microstructural aspects // *Annual Review of Materials Research*. 2006. Vol. 36, № 1. P. 555–608. <https://doi.org/10.1146/annurev.matsci.36.090804.094451>
18. A critical review of mg-based hydrogen storage materials processed by equal channel angular pressing / L. Wang [et al.] // *Metals*. 2017. Vol. 7, № 9. P. 324. <https://doi.org/10.3390/met7090324>
19. *da Silva Dupim I., Ferreira Santos S., Huot J.* Effect of cold rolling on the hydrogen desorption behavior of binary metal hydride powders under microwave irradiation // *Metals*. 2015. Vol. 5, № 4. P. 2021–2033. <https://doi.org/10.3390/met5042021>
20. Гидриды интерметаллических соединений и сплавов, их свойства и применение в атомной технике / А. Н. Перевезенцев [и др.] // *Физика элементарных частиц и атомного ядра*. 1988. Т. 19, № 6. С. 1386–1439.
21. Материалы для хранения водорода: анализ тенденций развития на основе данных об информационных потоках / В. М. Ажаж [и др.] // *Вопросы атомной науки и техники. Серия: Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники*. 2006. № 1. С. 145–152.
22. Microstructure and hydrogen storage properties of MgH<sub>2</sub>-TiB<sub>2</sub>-SiC composites / I. Milanović [et al.] // *Ceramics International*. 2013. Vol. 39, № 4. P. 4399–4405. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2012.11.029>
23. *Fernandez A., Deprez E., Friedrichs O.* A comparative study of the role of additive in the MgH<sub>2</sub> vs. the LiBH<sub>4</sub>-MgH<sub>2</sub> hydrogen storage system // *International journal of hydrogen energy*. 2011. Vol. 36, № 6. P. 3932–3940. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2010.12.112>
24. Influence of particle size on electrochemical and gas-phase hydrogen storage in nanocrystalline Mg / O. Friedrichs [et al.] // *Journal of Alloys and Compounds*. 2008. Vol. 463, № 1. P. 539–545. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2007.09.085>
25. Realistic simulation in a single stage hydrogen compressor based on AB<sub>2</sub> alloys / F. Leardini [et al.] // *International Journal of Hydrogen Energy*. 2016. Vol. 41, № 23. P. 9780–9788. <https://doi.org/10.1016/J.IJHYDENE.2016.01.125>
26. Development of vanadium based hydrogen storage material: a review / S. Kumar [et al.] // *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 2017. Vol. 72. P. 791–800. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2017.01.063>
27. Nanotechnology in Mg-based materials for hydrogen storage / H. Shao [et al.] // *Nano Energy*. 2012. Vol. 1, № 4. P. 590–601. <https://doi.org/10.1016/J.NANOEN.2012.05.005>
28. Hydrogen absorption behavior of Zr-based getter materials with Pd Ag coating against gaseous impurities / T. Zhang [et al.] // *International Journal of Hydrogen Energy*. 2016. Vol. 41, № 33. P. 14778–14787. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2016.06.073>
29. Tarnawski Z., Kim-Ngan N. T. H. Hydrogen storage characteristics of Ti- and V-based thin films // *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*. 2016. Vol. 1, № 2. P. 141–146. <https://doi.org/10.1016/j.jsamd.2016.05.003>
30. *Проценко О. М., Карачевцев Ф. Н., Механик Е. А.* Опыт разработки методики измерения содержания водорода в титановых сплавах // *Труды ВИАМ*. 2014. № 12. С. 1–5. <https://doi.org/10.18577/2307-6046-2014-0-12-8-8>
31. *Grigorovich K. V.* New possibilities of modern methods for determination of gas-forming impurities in metals // *Inorganic Materials*. 2007. Vol. 73, № 1. P. 23–34. <https://doi.org/10.1134/S0020168508140094>
32. Hydrogen desorption from pure titanium with different concentration levels of hydrogen / Y. Furuya [et al.] // *Journal of Alloys and Compounds*. 2007. Vol. 446. P. 447–450. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2007.04.304>
33. Hydrogen absorption and desorption in a duplex-annealed Ti-6Al-4V alloy during exposure to different hydrogen-containing environments / D. Eliezer [et al.] // *Materials Science and Engineering: A*. 2006. Vol. 433, № 1. P. 298–304. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.06.088>
34. *Tal-Gutelmacher E., Eliezer D., Abramov E.* Thermal desorption spectroscopy (TDS) –Application in quantitative study of hydrogen evolution and trapping in crystalline and non-crystalline materials // *Materials Science and Engineering A-structural Materials Properties Microstructure and Processing*. 2007. Vol. 445. P. 625–631. <http://doi.org/10.1016/j.msea.2006.09.089>
35. *Von Zeppelin F., Haluška M., Hirscher M.* Thermal desorption spectroscopy as a quantitative tool to determine the hydrogen content in solids // *Thermochimica Acta*. 2003. Vol. 404, № 1. P. 251–258. [https://doi.org/10.1016/S0040-6031\(03\)00183-7](https://doi.org/10.1016/S0040-6031(03)00183-7)
36. Hydride dissociation and hydrogen evolution behavior of electrochemically charged pure titanium / A. Takasaki [et al.] // *Journal of Alloys and Compounds*. 1995. Vol. 224, № 2. P. 269–273. [https://doi.org/10.1016/0925-8388\(95\)01565-5](https://doi.org/10.1016/0925-8388(95)01565-5)
37. Titanium defect structure change after gas-phase hydrogenation at different temperatures and cooling rates / A. A. Mikhaylov [et al.] // *AIP Conference Proceedings*. 2016. Vol. 1783. P. 020152. <https://doi.org/10.1063/1.4966445>
38. The role of surface oxides on hydrogen sorption kinetics in titanium thin films / E. Hadjixenophontos [et al.] // *Applied Surface Science*. 2018. Vol. 441. P. 324–330. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.02.044>
39. Hydrogenation-induced microstructure changes in titanium / R. S. Laptev [et al.] // *Journal of Alloys and Compounds*. 2015. Vol. 645. P. 193–195. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.12.257>
40. Effect of hydrogen on the structural and phase state and defect structure of titanium alloy / E. N. Stepanova [et al.] // *AIP Conference Proceedings*. 2016. Vol. 1772. P. 030016. <https://doi.org/10.1063/1.4964554>
41. Sakintuna B., Lamari-Darkrim F., Hirscher M. Metal hydride materials for solid hydrogen storage: a review // *International Journal of Hydrogen Energy*. 2007. Vol. 32. P. 1121–1140. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2006.11.022>

42. Larionov V. V., Lider A. M., Laptsev R. S. Control of changes in the defect structure of titanium saturated with hydrogen // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2016. Vol. 135, № 1. P. 012025. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/135/1/012025>
43. Study of the structural, thermodynamic and cyclic effects of vanadium and titanium substitution in laves-phase AB<sub>2</sub> hydrogen storage alloys / U. Ulmer [et al.] // International Journal of Hydrogen Energy. 2017. Vol. 42, № 31. P. 20103–20110. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2017.06.137>
44. Macin V., Christ H. J. Influence of hydride-induced microstructure modification on mechanical properties of metastable beta titanium alloy Ti 10V-2Fe-3Al // International Journal of Hydrogen Energy. 2015. Vol. 40, № 47. P. 16878–16891. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2006.11.022>
45. Terminal solid solubility determinations in the H–Ti system / P. Vizcaino [et. al.] // International Journal of Hydrogen Energy. 2015. Vol. 40, № 47. P. 16928–16937. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2015.06.167>
46. Кудияров В. Н., Лидер А. М. Изучение процессов сорбции и десорбции водорода при помощи автоматизированного комплекса GAS REACTION CONTROLLER LP // Фундаментальные исследования. 2013. № 10–15. С. 3466–3471.

## REFERENCES

1. Borzenko V., Eronin A. The use of air as heating agent in hydrogen metal hydride storage coupled with PEM fuel cell. *International Journal of Hydrogen Energy*. 2016;41(48):23120–23124. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2016.10.067>
2. García-Triviño P., Fernández-Ramírez L. M., Gil-Mena A. J., Llorens-Iborra F., García-Vázquez C. A., Jurado Fr. Optimized operation combining costs, efficiency and lifetime of a hybrid renewable energy system with energy storage by battery and hydrogen in grid-connected applications. *International Journal of Hydrogen Energy*. 2016;41(48):23132–23144 p. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2016.09.140>
3. Ortiz A. L., Zaragoza M. J. M., Collins-Martínez V. Hydrogen production research in Mexico: A review. *International Journal of Hydrogen Energy*. 2016;41(48):23363–23379. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2016.07.004>
4. Ramírez-Dámaso G., Ramírez-Platón I. E., López-Chávez E., Castillo-Alvarado F. L., Cruz-Torres A., Caballero F. et al. A DFT study of hydrogen storage on surface (110) of Mg 1– x Al x (0 ≤ x ≤ 0.1). *International Journal of Hydrogen Energy*. 2016;41(48):23388–23393. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2016.08.202>
5. Liu W., Aguey-Zinsou K. F. Hydrogen storage properties of in-situ stabilised magnesium nanoparticles generated by electroless reduction with alkali metals. *International Journal of Hydrogen Energy*. 2015;40(47):16948–16960. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2015.07.020>
6. Bouazizi N., Boudharaa T., Bargougui R., Vieillard J., Ammar S., Le Derf F. et al. Synthesis and properties of ZnO-HMD@ ZnO-Fe/Cu core-shell as advanced material for hydrogen storage. *Journal of Colloid and Interface Science*. 2017;491:89–97. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2016.12.024>
7. Köse D. A., Yurdakul Ö., Şahin O., Öztürk Z. The new metal complex templated polyoxoborate (s)(POB (s)) structures. Synthesis, structural characterization, and hydrogen storage capacities. *Journal of Molecular Structure*. 2017;1134:806–813. <https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2017.01.010>
8. Kolachev B. A., Shalin R. E., Ilyin A. A. Hydrogen storage alloys: A Handbook. Moscow: Metallurgy; 1995. 384 p.
9. Zhang Y., Li J., Zhang T., Wu T., Kou H., Xue X. Hydrogenation thermokinetics and activation behavior of non-stoichiometric Zr-based Laves alloys with enhanced hydrogen storage capacity. *Journal of Alloys and Compounds*. 2017;694:300–308. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.10.021>
10. Suárez-Alcántara K., Palacios-Lazcano A. F., Funatsu T., Cabañas-Moreno J. G. Hydriding and dehydriding in air-exposed Mg Fe powder mixtures. *International Journal of Hydrogen Energy*. 2016;41(48):23380–23387. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2016.06.242>
11. Chen X., Zou J., Zenga X., Ding W. Hydrogen storage properties of a Mg-La-Fe-H nano-composite prepared through reactive ball milling. *Journal of Alloys and Compounds*. 2017;701:208–214. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.01.056>
12. Ma M., Duan R., Ouyang L., Zhu X., Chen Zh., Peng Ch. Hydrogen storage and hydrogen generation properties of CaMg 2-based alloys. *Journal of Alloys and Compounds*. 2017;691:929–935. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.08.307>
13. Suárez-Alcántara K., Palacios-Lazcano A. F., Funatsu T., Cabañas-Moreno J. G. Mg–M–LiH alloys prepared by mechanical milling and their hydrogen storage characteristics. *International Journal of Hydrogen Energy*. 2015;40(48):17344–17353. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2015.04.083>
14. Hino S., Grove H., Ichikawa T., Kojima Yo., Sørby M. H., Hauback B. C. Metal aluminum amides for hydrogen storage–Crystal structure studies. *International Journal of Hydrogen Energy*. 2015;40(47):16938–16947. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2015.05.012>
15. Tarasov B. P., Lototsky M. V., Yartys V. A. Problem of hydrogen storage and prospective uses of hydrides for hydrogen accumulation. *Russian Chemical Journal*. 2006;50(6):34–48. <https://doi.org/10.1134/S1070363207040329>
16. Kulik O. P., Chernyshev L. I. Hydrogen energy: storage and transportation of hydrogen (review). Preprint of NAS of Ukraine, Institute of Problems of Materials Science. I. N. Frantsevich. P. 67.
17. Pundt A., Kirchheim R. Hydrogen in metals: microstructural aspects. *Annual Review of Materials Research*. 2006;36(1):555–608. <https://doi.org/10.1146/annurev.matsci.36.090804.094451>
18. A critical review of mg-based hydrogen storage materials processed by equal channel angular pressing. *Metals*. 2017;7(9):324. <https://doi.org/10.3390/met7090324>

19. da Silva Dupim I., Ferreira Santos S., Huot J. Effect of cold rolling on the hydrogen desorption behavior of binary metal hydride powders under microwave irradiation. *Metals*. 2015;5(4):2021–2033. <https://doi.org/10.3390/met5042021>
20. Perevezentsev A. N., Andreev B. M., Kapyshev V. K., Rivkis L. A., Malek M. P., Bystritskii V. M. Hydrides of intermetallic compounds and alloys, their properties and applications in nuclear technology. *Fizika elementarnykh chastits i atomnogo iadra = Physics of elementary particles and the atomic nucleus*. 1988;19(6):1386–1439. (In Russ.).
21. Azhazh V. M. Materials for hydrogen storage: analysis of development trends based on data on information flows. *Voprosy atomnoi nauki i tekhniki. Seriya: Vakuuum, chistye materialy, sverkhprovodniki*. 2006;1:145–152. (in Russ.).
22. Milanović I., Milošević S., Rašković-Lovre Ž., Novaković N., Vujasin R., Matović L. et al. Microstructure and hydrogen storage properties of MgH<sub>2</sub>-TiB<sub>2</sub>-SiC composites. *Ceramics International*. 2013;39(4):4399–4405. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2012.11.029>
23. Fernandez A., Deprez E., Friedrichs O. A comparative study of the role of additive in the MgH<sub>2</sub> vs. the LiBH<sub>4</sub>-MgH<sub>2</sub> hydrogen storage system. *International Journal of Hydrogen Energy*. 2011;36(6):3932–3940. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2010.12.112>
24. Friedrichs O., Kolodziejczyk L., Sánchez-López J. C., Fernández A., Lyubenova L., Zander D. et al. Influence of particle size on electrochemical and gas-phase hydrogen storage in nanocrystalline Mg. *Journal of Alloys and Compounds*. 2008;463(1):539–545. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2007.09.085>
25. Leardini F., Bodega J. L., Ares J. R., Fernández J. F. Realistic simulation in a single stage hydrogen compressor based on AB<sub>2</sub> alloys. *International Journal of Hydrogen Energy*. 2016;41(23):9780–9788. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2016.01.125>
26. Kumar S., Jain A., Ichikawa T., Kojima Y., Dey G. K. Development of vanadium based hydrogen storage material: a review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 2017;72:791–800. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2017.01.063>
27. Shao H., Xin G., Zheng J., Li X., Akiba E. Nanotechnology in Mg-based materials for hydrogen storage. *Nano Energy*. 2012;1(4):590–601. <https://doi.org/10.1016/j.nanoen.2012.05.005>
28. Zhang T., Zhang Y., Zhang Mi., Hu R., Kou H., Li J. et al. Hydrogen absorption behavior of Zr-based getter materials with Pd Ag coating against gaseous impurities. *International Journal of Hydrogen Energy*. 2016;41(33):14778–14787. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2016.06.073>
29. Tarnawski Z., Kim-Ngan N. T. H. Hydrogen storage characteristics of Ti- and V-based thin films. *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*. 2016;1(2):141–146. <https://doi.org/10.1016/j.jsamd.2016.05.003>
30. Protsenko O. M., Karachevtsev F. N., Mekhanik E. A. Experience on development of measurement procedure for determination of hydrogen content in titanium alloys. *Proceedings of VIAM*. 2014;12:1–5. <https://doi.org/10.18577/2307-6046-2014-0-12-8-8>
31. Grigorovich K. V. New possibilities of modern methods for determination of gas-forming impurities in metals. *Inorganic Materials*. 2007;73(1):23–34. <https://doi.org/10.1134/S0020168508140094>
32. Furuya Y., Takasaki A., Mizuno K., Yoshiie T. Hydrogen desorption from pure titanium with different concentration levels of hydrogen. *Journal of Alloys and Compounds*. 2007; 446:447–450. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2007.04.304>
33. Eliezer D., Tal-Gutelmacher E., Cross C. E., Boellinghaus Th. Hydrogen absorption and desorption in a duplex-annealed Ti-6Al-4V alloy during exposure to different hydrogen-containing environments. *Materials Science and Engineering: A*. 2006;433(1):298–304. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.06.088>
34. Tal-Gutelmacher E., Eliezer D., Abramov E. Thermal desorption spectroscopy (TDS)—Application in quantitative study of hydrogen evolution and trapping in crystalline and non-crystalline materials. *Materials Science and Engineering A-structural Materials Properties Microstructure and Processing*. 2007; 445:625–631. <http://doi.org/10.1016/j.msea.2006.09.089>
35. Von Zeppelin F., Haluška M., Hirscher M. Thermal desorption spectroscopy as a quantitative tool to determine the hydrogen content in solids. *Thermochimica Acta*. 2003;404(1):251–258. [https://doi.org/10.1016/S0040-6031\(03\)00183-7](https://doi.org/10.1016/S0040-6031(03)00183-7)
36. Takasaki A., Furuya Y., Ojima K., Taneda Y. Hydride dissociation and hydrogen evolution behavior of electrochemically charged pure titanium. *Journal of Alloys and Compounds*. 1995;224(2):269–273. [https://doi.org/10.1016/0925-8388\(95\)01565-5](https://doi.org/10.1016/0925-8388(95)01565-5)
37. Mikhaylov A. A., Laptev R. S., Kudiiarov V. N., Volokitinad T. L. Titanium defect structure change after gas-phase hydrogenation at different temperatures and cooling rates. *AIP Conference Proceedings*. 2016;1783:020152. <https://doi.org/10.1063/1.4966445>
38. Hadjixenophontos E., Michalek L., Roussel M., Hirscher M., Schmitz G. The role of surface oxides on hydrogen sorption kinetics in titanium thin films. *Applied Surface Science*. 2018; 1(441):324–330. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.02.044>
39. Laptev R., Lider A., Bordulev Yu., Kudiiarov V., Garanin G. Hydrogenation-induced microstructure changes in titanium. *Journal of Alloys and Compounds*. 2015;645:193–195. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.12.257>
40. Stepanova E., Bordulev Y., Kudiiarov V., Laptev R., Lidere A., Xinming J. Effect of hydrogen on the structural and phase state and defect structure of titanium alloy. *AIP Conference Proceedings*. 2016;1772:030016. <https://doi.org/10.1063/1.4964554>
41. Sakintuna B., Lamari-Darkrim F., Hirscher M. Metal hydride materials for solid hydrogen storage: a review. *International Journal of Hydrogen Energy*. 2007;32:1121–1140. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2006.11.022>
42. Larionov V. V., Lider A. M., Laptev R. S. Control of changes in the defect structure of titanium saturated with hydrogen. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2016;135(1):012025. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/135/1/012025>
43. Ulmer U., Dieterich M., Pohl A., Dittmeyer R., Linder M., Fichtner M. Study of the structural, thermodynamic and cyclic effects of vanadium and titanium substitution in laves-phase AB<sub>2</sub> hydrogen storage alloys. *International Journal of Hydrogen Energy*. 2017;42(31):20103–20110. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2017.06.137>

44. Macin V., Christ H. J. Influence of hydride-induced microstructure modification on mechanical properties of metastable beta titanium alloy Ti 10V-2Fe-3Al. *International Journal of Hydrogen Energy*. 2015;40(47):16878–16891. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2006.11.022>
45. Vizcaino P., Lopez Vergara I. A., Banchik A. D., Abriata J. P. Terminal solid solubility determinations in the H–Ti system. *International Journal of Hydrogen Energy*. 2015;40(47):16928–16937. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2015.06.167>
46. Kudiyarov V. N., Lider A. M. Investigation of hydrogen sorption and desorption processes with the help of automated complex GAS REACTION CONTROLLER LP. *Fundamental Research*. 2013;10–15:3466–3471. (In Russ.).

#### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

ГОСТ Р 8.736-2011. ГСИ. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные понятия. = State system for ensuring the uniformity of measurements. Multiple direct measurements. Methods of measurement results processing. Main principles. Национальный стандарт РФ утверждён и введён в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 декабря 2011 г. № 1045-ст. Разработан ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». М.: Стандартинформ, 2013. 22 с. Текст: непосредственный.

#### ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

**Спиридонова Алена Александровна** – аспирант Инженерной школы ядерных технологий ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет»; инженер по метрологии ФБУ «Томский ЦСМ». Россия, 634050, г. Томск, проспект Ленина 30  
e-mail: spiridonova@tcsms.tomsk.ru  
<https://orcid.org/0000-0002-5679-4861>

**Кудияров Виктор Николаевич** – канд. техн. наук, доцент отделения экспериментальной физики ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет». Россия, 634050, г. Томск, проспект Ленина 30  
e-mail: kudiyarov@tpu.ru  
<https://orcid.org/0000-0002-0901-2409>

**Лидер Андрей Маркович** – д. техн. наук, профессор, заведующий кафедрой – руководитель отделения на правах кафедры отделения экспериментальной физики ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет». Россия, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30  
e-mail: lider@tpu.ru  
<https://orcid.org/0000-0002-3868-2647>

#### INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

**Alena A. Spiridonova** – postgraduate student of the School of Nuclear Technology, National Research Tomsk Polytechnic University; Metrology Engineer, FBU «Tomsk CSM». 30 Lenina ave., Tomsk, 634050, Russia  
e-mail: spiridonova@tcsms.tomsk.ru  
<https://orcid.org/0000-0002-5679-4861>

**Viktor N. Kudiyarov** – Cand. Sci. (Eng.), Associate Professor of the Department of Experimental Physics, National Research Tomsk Polytechnic University. 30 Lenina ave., Tomsk, 634050, Russia  
e-mail: kudiyarov@tpu.ru  
<https://orcid.org/0000-0002-0901-2409>

**Andrey M. Lider** – Dr. Sci. (Eng.), Professor, Head of the Department of Experimental Physics, National Research Tomsk Polytechnic University. 30 Lenina ave., Tomsk, 634050, Russia  
e-mail: lider@tpu.ru  
<https://orcid.org/0000-0002-3868-2647>

## СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Научная статья

УДК 547.584:543.544:543.51:621.317.089.68

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-3-41-55>



# Алгоритм определения чистоты чистых органических веществ фталатов косвенным методом массового баланса

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

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия  
[✉ a.mikheva@vniim.ru](mailto:a.mikheva@vniim.ru)

**Аннотация:** Чистые органические вещества являются первым и ключевым звеном в цепочке метрологической прослеживаемости в органическом анализе. Определение чистоты органического вещества – в большинстве случаев нетривиальная задача, решение которой требует предварительных теоретических исследований и понимания возможностей инструментальных методов для разработки пертинентной аналитической процедуры.

В данном исследовании на основе модели массового баланса и общего алгоритма характеристики веществ, пригодных к выделению или очистке методом перегонки, разработан алгоритм определения чистоты отдельной группы органических соединений – эфиров орто-фталевой кислоты (фталатов). Предложена дополнительная классификация вероятных примесных компонентов (пять типов А, В, С, D, E) в зависимости от их качественных и количественных характеристик, а также определены подходящие аналитические методы измерений примесей и подтверждения идентичности основного компонента.

Предложенный алгоритм был реализован на ГПЭ ГЭТ 208 для определения чистоты шести приоритетных фталатов: диметилфталата, диэтилфталата, ди(н-бутил)фталата, бензилбутилфталата, ди(2-этилгексил)фталата и ди(н-октил)фталата. Аттестованные чистые вещества фталаты были использованы при создании сертифицированного стандартного образца состава раствора эфиров ортофталевой кислоты (фталатов) в метаноле (6ФТЛТ-ВНИИМ) ГСО 11366–2019.

Проведенное исследование показало, что адаптированный алгоритм учитывает специфику работы с группой фталатов, особенности разделения вероятных примесей в рамках модели МБ и является универсальным для всех конгенов группы, но не исключает естественные ограничения метода массового баланса.

**Ключевые слова:** модель массового баланса, чистота органического вещества, алгоритм характеристики вещества, классификация примесей, аналитические методы, бюджет неопределенности, фталаты

**Используемые сокращения:** ВПП – вещества, пригодные к выделению или очистке методом перегонки; ВЭЖХ – метод высокоэффективной жидкостной хроматографии; ВЭЖХ-УФДМ – высокоэффективная жидкостная хроматография -ультрафиолетовый детектор на основе диодной матрицы; ГПЭ – государственный первичный эталон; ГХ – метод газовой хроматографии; ГХ–МС – метод газовой хроматографии / масс-спектрометрии; ГХ-ПИД – газовая хроматография – пламенно ионизационный детектор; ДБФ – ди-н-бутилфталата; ИСП-МС/МС – метод масс-спектрометрии с ионизацией в индуктивно связанной плазме; ЛОС – летучие органические соединения; МБ – метод массового баланса; НС – примеси нелетучих соединений; ОК – основной компонент; РС – родственные соединения; РС/ЛОС – примеси родственных соединений/летучих органических соединений; СО – стандартный образец

**Ссылка при цитировании:** Михеева А. Ю., Будко А. Г., Крылов А. И. Алгоритм определения чистоты чистых органических веществ фталатов косвенным методом массового баланса // Эталоны. Стандартные образцы. 2022. Т. 18, № 3. С. 41–55. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-3-41-55>

Статья поступила в редакцию 03.06.2022; одобрена после рецензирования 17.08.2022; принята к публикации 25.09.2022.

## CONTEMPORARY METHODS OF MATTERS AND MATERIALS ANALYSIS

Research Article

# Algorithm for Determining the Purity of Pure Organic Phthalates by the Indirect Mass Balance Method

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

D. I. Mendeleev Institute for Metrology, St. Petersburg, Russia  
 a.mikheva@vniim.ru

**Abstract:** Pure organic substances are the first and key link in the chain of metrological traceability in organic analysis. In most cases, purity determination of the organic substance is a non-trivial task, the solution of which requires preliminary theoretical study and understanding of the capabilities of instrumental methods for developing a pertinent analytical procedure.

Within the study, an algorithm for determining the purity of a separate group of organic compounds – ortho-phthalic acid esters (phthalates) was developed based on the mass balance model and the general algorithm for characterizing substances suitable for isolation or purification by distillation. An additional classification of probable impurities (into five types A – E) depending on their qualitative and quantitative characteristics is proposed, as well as suitable analytical methods for measuring impurities and confirming the identity of the main component are identified.

The proposed algorithm was implemented on the State Primary Standard GET 208 to determine the purity of six priority phthalates: dimethyl phthalate, diethyl phthalate, di-(n-butyl) phthalate, benzyl butyl phthalate, di-(2-ethylhexyl) phthalate, and di-(n-octyl) phthalate. Certified pure phthalates were used to create a certified reference material for the composition of a solution of orthophthalic acid esters (phthalates) in methanol (6FtIt-VNIIM) GSO 11366–2019.

The study revealed that the adapted algorithm considers the specifics of work with the phthalates group and the features of the separation of probable impurities within the MB model, and is universal for all congeners of the group, but does not exclude the natural constraints of the mass balance method.

**Keywords:** mass balance model, organic substance purity, substance characterization algorithm, impurity classification, analytical methods, uncertainty budget, phthalates

**Abbreviations used:** HPLC – high performance liquid chromatography method; HPLC-DAD-UV – high performance liquid chromatography with diode array ultraviolet detection; SPS – state primary standard; GC – gas chromatography method; GC-MS – gas chromatography/mass spectrometry method; GC-FID – gas chromatography-flame ionization detector; DBP – di-n-butyl phthalate; ICP-MS/MS – inductively coupled plasma-tandem mass spectrometry; VOC – volatile organic compounds; MB – mass balance method; MC – main component; RC – related compounds; RC/VOC – related compounds/volatile organic compounds; RM – reference material

**For citation:** Mikheeva A. Y., Budko A. G., Krylov A. I. Algorithm for Determining the Purity of Pure Organic Phthalates by the Indirect Mass Balance Method. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2022;18(3):41–55. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-3-41-55> (In Russ.).

The article was submitted 03.06.2022; approved after reviewing 17.08.2022; accepted for publication 25.09.2022

## Введение

Чистые органические вещества являются первым и ключевым звеном в цепочке метрологической прослеживаемости к основной единице международной системы SI – молю органического компонента [1, 2] в соответствии со стратегией CCQM Strategy Document 2021–2030. Одним из базовых аналитических подходов к определению массовой доли основного компонента в чистых органических веществах (чистоты) является метод массового баланса. Реализация стратегии МБ основана на использовании аналитических методов, способных количественно определить все примеси, потенциально присутствующие в материале. Суммирование массовых долей примесных компонентов дает значение общего содержания примесей в чистом веществе. Принято, что в органических соединениях должны быть измерены четыре группы примесей: 1) родственные соединения (РС); 2) летучие органические соединения (ЛОС) – остаточные органические растворители; 3) примеси нелетучих соединений (НС), в т. ч. неорганические элементы; 4) вода. Когда содержания всей совокупности примесных соединений установлены, массовую долю основного компонента (ОК) принимают равной результату «100% минус сумма примесей» в соответствии с техническим отчетом IUPAC по органической чистоте (CCQM-VIPM/IUPAC).

Реализация метода МБ требует особого внимания к выбору инструментальных методов и процедур измерений, чтобы гарантировать всестороннее исследование материала. С этой точки зрения МБ – это своего рода модель, которая должна наилучшим образом соответствовать специфике конкретного органического соединения. От адекватности модели напрямую зависит надежность результата аттестации вещества.

Достаточно ли полно исследовано вещество? Все ли возможные примеси обнаружены? Какова вероятность присутствия необнаруженных примесей? Таковы традиционные вопросы, на которые аналитик вынужден ответить в процессе исследований. Кроме того, аналитик должен учитывать, что разделение примесей на 4 группы часто условно и не вполне отражает реальную ситуацию – группы могут взаимно перекрываться. Эту возможность необходимо принять во внимание и учесть при разработке процедуры аттестации.

Таким образом, определение чистоты органического вещества в большинстве случаев – нетривиальная задача, решение которой требует предварительных теоретических исследований и понимания возможностей инструментальных методов для разработки на их основе пертинентной аналитической процедуры.

Несмотря на уникальность каждого органического вещества, химические соединения могут быть систематизированы – объединены в классы и/или группы на основе сходства их базовых физико-химических свойств и/или структур, что, в свою очередь, позволяет говорить о похожих технологиях производства и очистки органических соединений, являющихся конгенерами. Авторы полагают, что этот факт дает возможность создать унифицированную процедуру аттестации органических компонентов, которая может успешно применяться для органических соединений внутри одного класса и/или группы.

В работе [3], опубликованной ранее, модель МБ была адаптирована для органических веществ, пригодных для выделения и очистки методом перегонки (ВПП), и разработан оптимизированный алгоритм определения чистоты таких органических компонентов. Алгоритм был успешно реализован на государственном первичном эталоне ГЭТ 208 для воспроизведения единиц массовой доли основного компонента в чистых органических веществах (являющихся ВПП): бензоле, толуоле, н-гептане, изооктане, н-додекане, н-гексадекане, пропанол-1, пропанол-2, н-октанол.

В данной работе авторы предположили возможность адаптации алгоритма определения чистоты ВПП и его последующего применения для отдельной группы органических соединений – сложных эфиров ортофталевой кислоты (фталатов), которые являются жидкостями в условиях окружающей среды.

## Материалы и методы

### Материалы

Для исследований были приобретены чистые вещества фталаты. Выбор между доступными коммерческими продуктами был сделан на основе данных о чистоте вещества, представленные производителем. Описание выбранных материалов приведено в табл. 1.

До начала исследований приобретенные материалы были предварительно проанализированы методом ГХ-ПИД и оценены на предмет пригодности для дальнейшей работы (входной контроль). В качестве критерия пригодности приняли чистоту материала не менее 94%.

### Оборудование

Все исследования были выполнены на комплексе аналитического оборудования, включенного в состав Государственного первичного эталона ГЭТ 208-2019 (табл. 2).

Исследование фталатов проводили на трех колонках разной полярности (HP-5MS и HP-624, фирма Agilent Technologies, США, Rtx-Dioxin2, фирма Restek,

Таблица 1. Описание выбранных материалов коммерческих продуктов фталатов  
Table 1. Description of the selected materials of commercial phthalate products

Наименование компонента	Производитель, каталожный номер	Заявленная чистота, %
Диметилфталат (ДМФ)	Sigma-Aldrich, 525081	99,8
Диэтилфталат (ДЭФ)	Sigma-Aldrich, 524972	99,7
Ди-н-бутилфталат (ДБФ)	Sigma-Aldrich, 524980	99,7
Бензилбутилфталат (ББФ)	Sigma-Aldrich, 308501	98,4
Ди(2-этилгексил)фталат (ДЭГФ)	Sigma-Aldrich, D201154	99,6
Ди-н-октилфталат (ДОФ)	Sigma-Aldrich, 80153	98,6

Таблица 2. Перечень использованного аналитического оборудования включенного в состав Государственного первичного эталона ГЭТ 208-2019

Table 2. The list of used analytical equipment as included in the State Primary Standard GET 208-2019

Установка в составе ГЭТ 208-2019	Описание оборудования
Установка А 1 на основе метода газовой хроматографии / масс-спектрометрии (ГХ–МС) для измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в веществах и материалах	Хроматограф газовый с tandemным масс-спектрометрическим детектором Agilent 7000D GC/MS Triple Quad, фирма Agilent Technologies, США
Установка А 3 на основе метода газовой хроматографии (ГХ) для измерения массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в веществах и материалах	Хроматограф газовый DANI Master GC с пламенно-ионизационным детектором, оснащенный термодесорбером DANI Master TD, фирма DANI Instruments S.p.A., Италия
Установка А 4 на основе метода высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) для измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в веществах и материалах	Хроматограф жидкостной Agilent 1200 с УФ-детектором на основе диодной матрицы и детектором по светорассеянию, фирма Agilent Technologies, США
Установка А 5 на основе метода масс-спектрометрии с ионизацией в индуктивно связанной плазме (ИСП-МС/МС) для измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в веществах и элементоорганических компонентов в материалах	Тандемный масс-спектрометр с ионизацией в индуктивно-связанной плазме Agilent Triple Quad 8800, фирма Agilent Technologies, США
Установка А 6 на основе метода кулонометрического титрования по Карлу Фишеру для измерений массовой доли воды в веществах	Титратор кулонометрический по методу Карла Фишера Mettler Toledo C30, оснащенный печью сушильной D0308, фирма Mettler Toledo, США
Установка А 9 гравиметрическая	Весы электронные специального класса точности XP105 DR, фирма Mettler Toledo, США

США). Проведенный анализ подтвердил равное количество зарегистрированных хроматографических пиков, что позволило говорить о достаточной селективности выбранных колонок для отделения основного компонента от присутствующих примесей. В качестве основной была выбрана колонка с неподвижной фазой

Rtx-Dioxin2. Условия выполнения измерений приведены в табл. 3.

#### *Исследование примесных компонентов*

На первом этапе работы были выполнены теоретические исследования с целью формирования перечня

Таблица 3. Условия выполнения измерений методом ГХ–МС для анализа фталатов  
Table 3. GC/MS measurement conditions for phthalate analysis

<b>Хроматограф</b>	
Колонка	Rtx-Dioxin2, 60 м×0,25 mmID×0,25µm df
Температура инжектора	280 °С
Расход газа-носителя (гелий) в режиме постоянного потока (Constant Flow)	1 см <sup>3</sup> /мин
Режим газа-носителя	Постоянный поток (Constant Flow)
Режим ввода пробы	С делением потока 1/100 (Split 1/100)
Температурная программа термостата колонки	40 °С (5 мин.) – 10 °С/мин. – 280 °С (35 мин.)
Задержка на выход растворителя	без задержки
Объем пробы	1 мм <sup>3</sup>
<b>Масс-спектрометр</b>	
Температура ионного источника	230 °С
Температура квадруполя	150 °С
Энергия ионизирующих электронов	70 Эв
Режим регистрации	TIC m/z 33–550

вероятных примесных компонентов, которые должны быть включены в модель МБ для фталатов. Авторы приняли во внимание, что на химических производствах реализованы три технологические схемы получения дизфирных пластификаторов:

- 1) этерификация с применением кислых катализаторов;
- 2) этерификация с применением амфотерных катализаторов;
- 3) этерификация в отсутствие катализаторов [4–6].

Таким образом, возможными примесными соединениями в чистых веществах фталатах могут быть исходные продукты химического синтеза – фталевый ангидрид, соответствующие спирты, примесные компоненты исходных продуктов (бензойная кислота, фталевая кислота, изомерные спирты, конгенеры целевых спиртов), остаточные количества катализаторов (серная кислота, кобальт, титан и др.) и побочные продукты взаимодействия (нецелевые фталаты, бензоаты), а также вода, кальцинированная сода и гидроокись калия или натрия. На основе теоретических данных были выбраны подходящие инструментальные методы измерений для каждой группы примесей (табл. 4).

Для подтверждения идентичности основного компонента и идентификации примесей РС и ЛОС хорошо

подходит метод ГХ–МС, поскольку все аналиты пригодны к анализу методом ГХ, внесены в базы данных масс-спектров и охарактеризованы хроматографическими индексами удерживания.

С учетом того, что исследуемые вещества являются жидкостями при комнатной температуре и нормальном давлении, определение РС и ЛОС целесообразно выполнить одновременно с использованием одних и тех же аналитических методов – ГХ–МС и ГХ–ПВД. В качестве второго подтверждающего метода для РС использовали ВЭЖХ–УФДМ. В данной ситуации методы ГХ и ВЭЖХ эффективно дополняют друг друга с точки зрения полноты обнаружения примесей и дают возможность независимо проверить и подтвердить результаты измерений. В частности, фталевая кислота (вероятная примесь фталевого ангидрида) в силу своих физико-химических свойств (термолабильность и нелетучесть) не может быть измерена методом ГХ, но хорошо определяется с использованием ВЭЖХ–УФДМ. С другой стороны, целевые алифатические спирты (метанол, этанол, н-бутанол, бензиловый спирт, 2-этилгексанол, н-октанол) и их изомеры и/или конгенеры невозможно определить ВЭЖХ–УФДМ, но они надежно измеряются методами ГХ–МС и/или ГХ–ПВД.

Таблица 4. Модель массового баланса для ВПП, относящихся к группе сложных эфиров ортофталевой кислоты – фталатов

Table 4. The mass balance model for organic substances suitable for isolation and purification by distillation, and belonging to the group of compound esters of ortho-phthalic acid – phthalates

Тип исследований	Пригодные для исследования аналитические методы
Идентификация (подтверждение идентичности) основного компонента	Газовая хроматография – масс-спектрометрический детектор (ГХ–МС)
Массовая доля примесей родственных соединений/летучих органических соединений (РС/ЛОС)	Газовая хроматография – пламенно ионизационный детектор (ГХ–ПИД) Газовая хроматография – масс-спектрометрический детектор (ГХ–МС) Высокоэффективная жидкостная хроматография – ультрафиолетовый детектор на основе диодной матрицы (ВЭЖХ-УФДМ)
Массовая доля примеси воды	Кулонометрическое титрование методом Карла Фишера
Массовая доля примесей нелетучих соединений (НС)	Гравиметрия

Нелетучие органические соединения были отнесены к родственным соединениям и измерены методом ВЭЖХ-УФДМ. Нелетучие неорганические соединения были измерены суммарно гравиметрическим методом по разнице масс до и после упаривания жидкого органического вещества.

### Результаты и обсуждение

Предлагаемая авторами классификация примесей в чистых веществах фталатах представлена на рис. 1.

На рис. 1 показано, что все возможные примеси были разделены на пять типов (А – Е) в зависимости от их качественных и количественных характеристик и измерены с использованием подходящих аналитических методов (см. табл. 4) [4].

Такие примеси, как вода и неорганические соединения (металлы, соли и т. п.), не поддаются анализу с помощью ГХ или ВЭЖХ (блок 1), и в этом исследовании они классифицированы как «тип Е». Для количественного определения примесей титрование по Карлу Фишеру и комбинацию «упаривание под вакуумом/гравиметрия». Органические примеси, определяемые методами ГХ или ВЭЖХ, могут присутствовать на уровнях выше или ниже пределов обнаружения методов (блок 2). Органические вещества, содержание которых ниже предела обнаружения, названы «тип D». Для примесей, превышающих предел обнаружения, способ количественной оценки зависит от успеха идентификации их химической структуры с помощью ГХ–МС (блок 3). Не идентифицированные

примеси были объединены в «тип С». Даже если доступна структурная информация о примеси, не всегда возможно получить аутентичное соединение (соединения) для построения градуировки (блок 4). Когда структурная информация о примеси доступна, а аутентичный калибратор – нет, примесь относили к примесям «типа В». Наконец примеси, идентифицированные и количественно измеренные по аутентичным калибраторам, обозначены как «тип А».

Таким образом, процедура характеристики фталатов состояла в последовательном измерении всех типов примесей (рис. 1) с применением выбранных аналитических методов (табл. 3). Данная процедура была реализована для шести конгенов группы фталатов, отнесенных к приоритетным загрязнителям окружающей среды: диметилфталат, диэтилфталат, ди-н-бутилфталат, бензилбутилфталат, ди(2-этилгексил)фталат и ди-н-октилфталат.

### *Характеризация чистых органических веществ фталатов на примере ди-н-бутилфталата*

Рассмотрим характеристику чистых органических веществ фталатов более подробно на примере ди-н-бутилфталата (ДБФ).

### *Определение примесей «тип А» и «тип В»*

Напомним, что к примесям «тип А» и «тип В» отнесены идентифицированные органические вещества, которые могут быть зарегистрированы с помощью метода ГХ–МС или ВЭЖХ-УФДМ. «Тип А» – компоненты, для

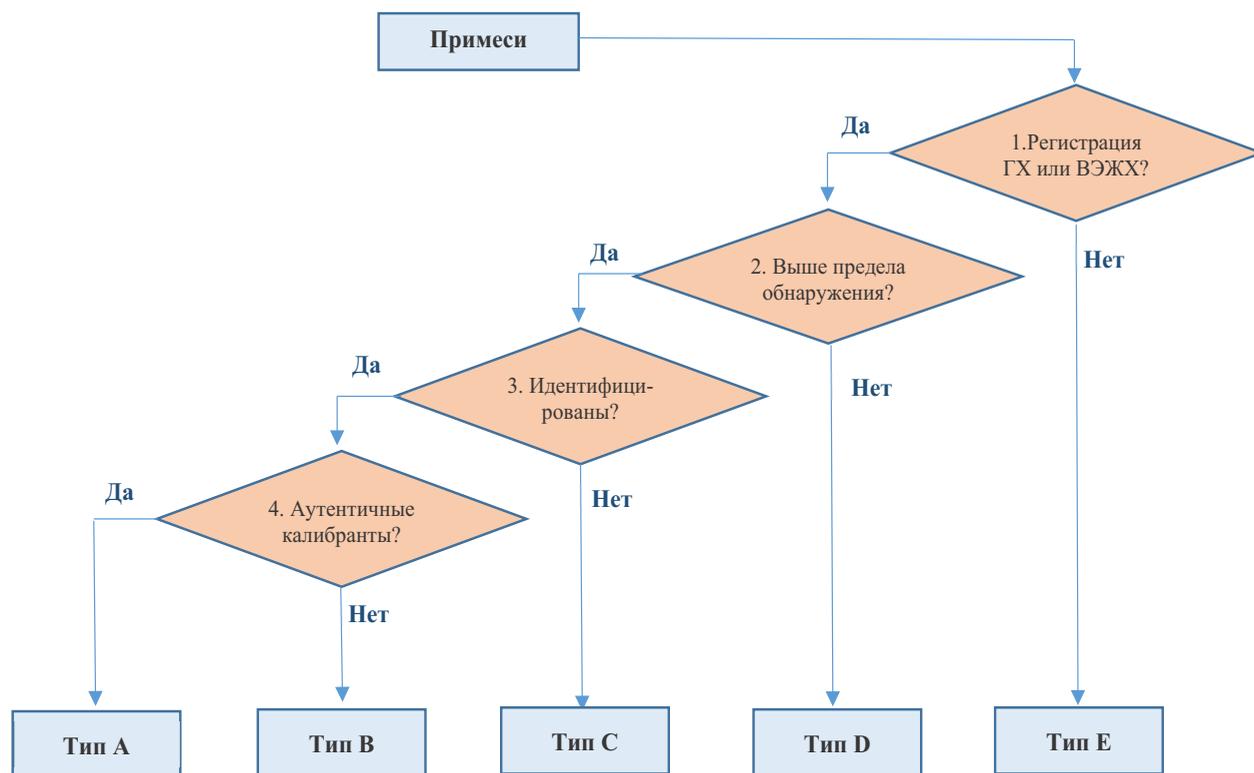


Рис. 1. Алгоритм определения чистоты органических веществ фталатов методом массового баланса

Fig. 1. The algorithm for purity determination of organic phthalates by the mass balance method

которых в лаборатории были в наличии соответствующие калибранты<sup>1</sup> (стандарты).

«Тип В» – компоненты, для которых аутентичные калибранты отсутствовали. Измерения выполняли методом внешнего стандарта по точечным или рамочным градуировочным зависимостям, построенным: для соединений «тип А» – по аутентичным калибрантам (один калибратор – один аналит), для соединений «тип В» – по стандарту характерного представителя группы конгенов (один стандарт – группа аналитов).

Поскольку все аналиты являются жидкостями при комнатной температуре и нормальном давлении, измерение примесей РС и ЛОС выполняли одновременного в рамках одного анализа. Для этого были подобраны хроматографические условия, обеспечивающие полное отделение пика основного компонента от примесей и их детектирование на уровне не более 0,005 %.

В выбранных условиях прямым вводом были проанализированы пять аликвот ДБФ. Зарегистрированные

хроматографические пики были идентифицированы по библиотеке масс-спектров NIST 14 и с помощью базы данных хроматографических индексов удерживания<sup>2</sup>. Надежность идентификации (степень совпадения рабочего масс-спектра с библиотечным) для идентифицированных соединений составила не менее 75 %. Таким образом был идентифицирован пик основного компонента ДБФ и обнаружены 24 примесных соединения, из которых 21 примесь была идентифицирована и 3 примеси идентифицированы не были. На рис. 2 представлен пример масс-хроматограммы ДБФ и отмечены мажорные примесные компоненты, полный перечень примесей, включая минорные, приведен в табл. 4.

Примеси РС и ЛОС измеряли методом внешнего стандарта. Для этого выбрали вещества-калибранты, аутентичные или наиболее близкие по своей природе к обнаруженным РС и ЛОС: бутиловый эфир уксусной кислоты – для примесей алифатических сложных

<sup>1</sup> В данном исследовании к калибрантам (стандартам) отнесены ГСО, СО, СОП, чистые вещества для хроматографии, реактивы с подтвержденной чистотой и т. д. или растворы соответствующих чистых веществ.

<sup>2</sup> Microsoft Windows Version of the NIST Mass Spectral Search Program for the NIST/EPA/NIH Mass Spectral Library // NIST. USA. 2014. URL: <https://chemdata.nist.gov/mass-spc/ms-search/docs/Ver20Man.pdf>

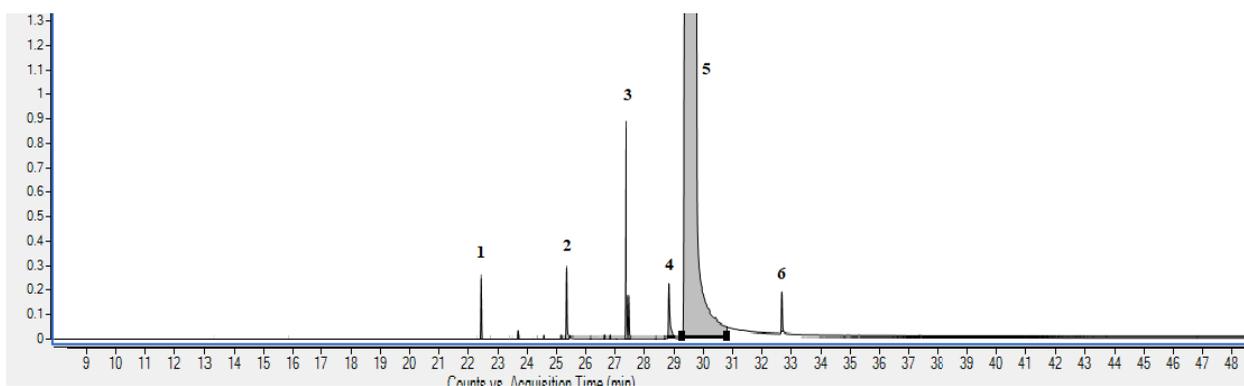


Рис. 2. Масс-хроматограмма ди-*n*-бутилфталата: 1 – бутиловый эфир бензойной кислоты; 2 – диэтилфталат; 3 – бутиловый эфир 4-метилбензосульфоновой кислоты; 4 – (3-метилбутил)-этилфталат; 5 – ди-*n*-бутилфталата; 6 – бутил(1-этилбутил) фталат

Fig. 2. The mass chromatogram of di-*n*-butyl phthalate: 1 – butyl ester of benzoic acid; 2 – diethyl phthalate; 3 – butyl ester of 4-methylbenzenesulfonic acid; 4 – (3-methylbutyl)-ethyl phthalate; 5 – di-*n*-butyl phthalate; 6 – butyl (1-ethylbutyl) phthalate

эфиров, бензойная кислота – для примесей ароматических карбонилсодержащих соединений, шесть фталатов (диметилфталат, диэтилфталат, ди-*n*-бутилфталат, бензилбутилфталат, ди(2-этилгексил) фталат и ди-*n*-октилфталат) – для соответствующих идентифицированных фталатов. В случае фталатов паттерны с различной длиной алифатической цепи имеют типичные масс-спектры с характерным ионом  $m/z$  149 и незначительным вкладом молекулярных и других фрагментных ионов, что затрудняет идентификацию структур боковой цепи фталатов. Поэтому было принято, что соединения, идентифицированные как «фталаты», имеют коэффициент отклика, равный среднему между фталатам с алифатическими цепями, состоящими из 2–8 атомов углерода (усредненный фталат), вне зависимости от времени удерживания пиков на хроматограммах.

Для оптимизации процесса использовали одноточечную или рамочную градуировку и готовили соответствующие растворы калибрантов, близкие по содержанию к измеряемой примеси (-ям).

Расчет массовой доли примесей «тип А» был выполнен по факторам отклика аутентичных калибрантов, примесей «тип В» – в предположении, что фактор отклика примеси и соответствующего выбранного калибранта(-ов) равны. Как следствие, в бюджет неопределенности были включены дополнительные вклады, связанные с данным допущением. Например, для примесей, которые идентифицировали как фталаты (отличные от аналитов), неопределенность из-за усреднения градуировочных коэффициентов была оценена в предположении об однородном распределении факторов отклика в диапазоне от 0,7

до 1,3 по сравнению с используемыми калибрантами. Соответственно, в бюджет каждой такой примеси была добавлена относительная стандартная неопределенность  $30/\sqrt{3}=17\%$ .

#### *Определение примесей «тип С»*

К примесям «тип С» отнесли три зарегистрированных, но не идентифицированных методом ГХ–МС органических соединения. Измерения этих примесей выполнили по среднему фактору отклика всех калибрантов (усредненный калибрант), использованных для измерений примесей «тип А» и «тип В».

Для учета вариабельности факторов отклика калибрантов и их вероятного неравенства с факторами отклика примесей добавили в бюджет неопределенности вклад, который был принят равным СКО факторов отклика всех калибрантов (10%).

Таким образом, примеси «тип А», «тип В» и «тип С» в модели МБ представляют две группы примесных компонентов – РС и ЛОС. Результаты идентификации и классификации примесей в ДБФ, а также использованные для измерений калибранты представлены в табл. 5.

#### *Определение примесей «тип D»*

К примесям «тип D» отнесли органические вещества, которые с некоторой долей вероятности присутствуют в основном компоненте, но не могут быть зарегистрированы методом ГХ–МС и/или ВЭЖХ–УФДМ, поскольку их содержание находится ниже предела детектирования методов. Исходя из эффективности хроматографической колонки и общего вида масс-хроматограммы [7] было принято, что доля таких примесей может составлять не более 5% от массовой доли

Таблица 5. Результаты идентификации, классификации и калибранты для ДБФ  
 Table 5. The results of identification, classification and calibrants for DBP

Наименование примеси*	Группа	Тип	Калибрانت
Бутанол-1	ЛОС	A	Бутанол-1
Дибутиловый эфир	ЛОС	A	Дибутиловый эфир
Бутиловый эфир бутановой кислоты	ЛОС	B	Бутилацетат
Фталевый ангидрид	PC	A	Фталевый ангидрид
Бутиловый эфир бензойной кислоты	PC	B	БутилацетатБензойная кислота
1(3Н)-Изобензофуранон	PC	B	Бензойная кислота
1-метилпропиловый эфир2-метилбензойной кислоты	PC	B	БутилацетатБензойная кислота
Диметилфталат	PC	A	Диметилфталат
Метилловый эфир2,4-диметилбензойной кислоты	PC	B	БутилацетатБензойная кислота
Дибутиловый эфир2-бутендионовой кислоты	PC	B	Бутилацетат
Метилэтилфталат	PC	B	Усредненный фталат
Не идентифицировано	PC	C	Усредненный калибрانت
Диэтилфталат	PC	A	Диэтилфталат
2-Метилпропиловый эфир4-бутилбензойной кислоты	PC	B	БутилацетатБензойная кислота
Этиловый эфир2-метилбензосульфоновой кислоты	PC	B	БутилацетатБензойная кислота
Метилбутилфталат	PC	B	Усредненный фталат
2-Метилпропиловый эфир4-метилбензосульфоновой кислоты	PC	B	БутилацетатБензойная кислота
Бутиловый эфир4-метилбензосульфоновой кислоты	PC	B	БутилацетатБензойная кислота
(3-Метилбутил)этилфталат	PC	B	Усредненный фталат
Не идентифицировано	PC	C	Усредненный калибрانت
Не идентифицировано	PC	C	Усредненный калибрانت
Ди(2-метилпропил)фталат	PC	B	Усредненный фталат
Бутил(1-этилбутил)фталат	PC	B	Усредненный фталат
Ди(2-этилгексил)фталат	PC	A	Ди(2-этилгексил)фталат

\* перечень примесей приведен в порядке хроматографических времен удерживания

определенных (идентифицированных и неидентифицированных) примесей РС и ЛОС<sup>3</sup>, и это значение распределено равномерно в диапазоне от 0 до 5%, следовательно, стандартная неопределенность измерений примесей «тип D» составляет  $5/\sqrt{3}=2,9\%$  от суммы определенных примесей.

#### *Определение примесей «тип E»*

В рамках модели МБ к примесям «тип E» отнесли нелетучие соединения и воду. Для определения остаточного содержания воды в ДБФ использовали титрование методом Карла-Фишера по стандартизованной процедуре в соответствии с методическими рекомендациями МР Хд 1.456.497 МР10–2019 и методикой аттестации Хд 4.092.000–017 МА 3–2019.

Суммарное содержание примесей НС определяли по методике аттестации Хд 4.092.000–017 МА 3–2019 и методическим рекомендациям МР Хд 1.456.497 МР12–2019, гравиметрическим методом по разнице масс до и после упаривания ДБФ в вакууме. Для этого навеску ДБФ помещали в кварцевую емкость и упаривали досуха при нагревании до 90 °С в течение 60 минут под давлением 3,99 кПа (30 мм рт. ст.). Навеску анализа для упаривания (около 200 г) выбирали, исходя из точностных характеристик весов и необходимости измерения массовой доли НС на уровне 0,005%. Содержание примесей НС составило менее предела обнаружения аналитических весов. Неопределенность массовой доли примесей НС оценивали в предположении равномерного распределения между нулем и пределом обнаружения  $0,005/\sqrt{3}=0,0029\%$ .

Важно заметить, что часть примесей НС могла бы быть органическими соединениями, регистрируемыми методом ВЭЖХ, то есть быть в составе примесей

<sup>3</sup> Исходили из следующих суждений:

- продолжительность содержательной части хроматограммы – 30 мин. (1800 секунд);
- ширина хроматографического пика примеси составляет (3–5) секунд;
- вероятное количество незарегистрированных пиков – 450 штук;
- минимальное содержание зарегистрированных примесей составляет 0,0001% (при  $S/N \geq 3$ );
- максимальное содержание незарегистрированной примеси составляет 0,00003% (чуть ниже фона);
- суммарное максимальное содержание незарегистрированных примесей составляет  $450 \times 0,00003 = 0,0135\%$  (при равенстве факторов отклика);
- вероятный разброс факторов отклика – не более 200% (в 2 раза);
- суммарное максимальное содержание незарегистрированных пиков составляет  $0,0135 \times 2 = 0,027\%$  (с учетом разброса факторов отклика), что составляет около 5% от суммы РС/ЛОС.

«тип А», «тип В» или «тип С». Для такого рода соединений приняли допущение, что все хроматографические пики, время удерживания которых больше времени удерживания ДОФ, являются трудно летучими и/или термолабильными веществами и не могут быть количественно определены методом ГХ, при этом содержание данных компонентов целесообразно определять методом ВЭЖХ суммарно по фактору отклика ДОФ. В данном исследовании такие примеси обнаружены не были. Но в общем случае полученный результат содержания нелетучих органических соединений может быть использован для сравнительного анализа и косвенного подтверждения результатов определения суммы примесей НС.

Источники неопределенности измерений массовой доли примесных соединений в ДБФ, которые были приняты в рассмотрение и учтены при формировании бюджета неопределенности, а также способы их оценивания приведены в табл. 5.

Результаты измерений содержания примесей и основного компонента в ДБФ приведены в табл. 6.

Аттестованные характеристики чистых веществ ДМФ, ДЭФ, ДБФ, ББФ, ДЭГФ и ДОФ обобщены в табл. 7.

#### *Стандартный образец состава раствора эфиров ортофталевой кислоты (фталатов) в метаноле*

Описанный выше адаптированный алгоритм был успешно реализован на ГПЭ ГЭТ 208-2019 для воспроизведения единиц массовой доли основного компонента в чистых органических веществах ДМФ, ДЭФ, ДБФ, ББФ, ДЭГФ и ДОФ. Аттестованные на ГЭТ 208-2019 чистые вещества фталаты были использованы при создании стандартного образца (СО) раствора шести приоритетных фталатов в метаноле, что обеспечило метрологическую прослеживаемость СО к ГЭТ 208-2019.

Процедура приготовления и аттестации СО, в том числе оценивание однородности и стабильности, описана в [8]. 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%. Таким образом, по результатам исследований был

Таблица 5. Составляющие бюджета неопределенности измерений массовой доли примесей в чистом веществе ди-н-бутилфталате

Table 5. The uncertainty budget components for measuring the mass fraction of impurities in the di-n-butyl phthalate

Тип, группа примесей	Источник неопределенности		Тип	Способ оценивания
«тип А» РС/ЛОС	Разброс результатов измерений в условиях повторяемости		А	СКО среднего в серии из 5 измерений (max 10%)
	Градуировка	Усреднение факторов отклика (RF)	А	СКО среднего RF в серии из 15 измерений (5 растворов по 3 измерения) в предположении о прямоугольном распределении RF ( $10/\sqrt{3}=5,8\%$ )
		Приготовление град. растворов	В	Последовательные взвешивания, Сертификат калибровки весов (3,9%)
	Взвешивание образца		В	Сертификат калибровки весов (0,004%)
«тип В» РС/ЛОС	Разброс результатов измерений в условиях повторяемости		А	СКО среднего в серии из 5 измерений (max 10%)
	Градуировка	Усреднение факторов отклика (RF)	А	Принято прямоугольное распределение RF в диапазоне от 0,7 до 1,3 ( $30/\sqrt{3}=17\%$ )
		Приготовление град. растворов	В	Последовательные взвешивания, Сертификат калибровки весов (3,9%)
	Взвешивание образца		В	Сертификат калибровки весов (0,004%)
«тип С» РС/ЛОС	Разброс результатов измерений в условиях повторяемости		А	СКО среднего в серии из 5 измерений, max 10%
	Градуировка	Усреднение факторов отклика (RF)	А	СКО единичного для RF (10%)
		Приготовление град. растворов	В	Последовательные взвешивания, Сертификат калибровки весов (3,9%)
	Взвешивание образца		В	Сертификат калибровки весов (0,004%)
«тип D» РС/ЛОС	Вероятное присутствие не зарегистрированных примесей на уровне 5% от зарегистрированных примесей		В	Принято прямоугольное распределение в диапазоне от 0 до 5%, ( $5/\sqrt{3}=2,9\%$ )
«тип Е» вода	Разброс результатов измерений в условиях повторяемости		А	СКО среднего в серии из 5 измерений (max 5,5%)
	Характеристика оборудования		В	Измерение CRM, отклонение от сертифицированного значения (3%)
«тип Е» НС	Разброс результатов измерений в условиях повторяемости		А	СКО среднего в серии из 5 измерений (max 5,0%)
	Взвешивание образца		В	Сертификат калибровки весов (0,004%)
	Взвешивание НС		В	Сертификат калибровки весов (1,3%)

Таблица 6. Результаты измерений массовой доли примесей и основного компонента в чистом веществе ди-н-бутилфталате

Table 6. The measurement results of the mass fraction of impurities and the main component in the di-n-butyl phthalate

Измеряемая величина	Значение измеряемой величины, мг/г	Стандартная неопределенность, мг/г
Массовая доля примесей РС/ЛОС	5,10	0,85
Массовая доля примесей НС	Менее 0,005	0,003
Массовая доля примеси воды	0,32	0,02
Массовая доля основного компонента	994,58	0,85

Таблица 7. Аттестованные характеристики чистых веществ фталатов

Table 7. The certified characteristics of pure phthalates

Наименование компонента	Массовая доля основного компонента, мг/г	Расширенная неопределенность (при $k=2$ ), мг/г	Расширенная неопределенность (при $k=2$ ), %
Диметилфталат (ДМФ)	996,0	0,9	0,09
Диэтилфталат (ДЭФ)	997,9	0,5	0,05
Ди-н-бутилфталат (ДБФ)	994,6	1,7	0,17
Бензилбутилфталат (ББФ)	988,3	1,8	0,18
Ди(2-этилгексил)фталат (ДЭГФ)	997,8	1,2	0,12
Ди-н-октилфталат (ДОФ)	993,5	1,8	0,18

разработан и утвержден сертифицированный стандартный образец (ССО) состава раствора эфиров ортофталево́й кислоты (фталатов) в метаноле (6Фтлт-ВНИИМ) ГСО 11366–2019, обеспеченный метрологической прослеживаемостью к соответствующим единицам SI, воспроизводимым ГЭТ 208–2019. Разработанный ССО может применяться для решения любых измерительных задач и выполнения всех видов метрологических работ.

### Заключение

В результате проведенных исследований и на основе предложенных ранее модели МБ и общего алгоритма характеристики веществ, пригодных к выделению и очистке методом перегонки [3], была разработана процедура определения чистоты отдельной группы органических соединений – сложных эфиров ортофталево́й кислоты (фталатов), являющихся жидкостями в условиях окружающей среды. Разработанная процедура предполагает дополнительную классификацию вероятных примесных компонентов, что позволяет учесть особенности разделения групп примесей в рамках модели МБ, обеспечивает исчерпывающее исследование

чистых органических веществ фталатов и является универсальной для всех конгенов группы.

Предложенный авторами адаптированный алгоритм определения чистоты чистых органических веществ фталатов косвенным методом МБ был реализован для воспроизведения единиц массовой доли основного компонента в чистых органических веществах диметилфталат, диэтилфталат, ди(н-бутил)фталат, бензилбутилфталат, ди(2-этилгексил)фталат, ди(н-октил)фталат. Аттестованные чистые вещества фталаты были использованы при создании сертифицированного стандартного образца состава раствора эфиров ортофталево́й кислоты (фталатов) в метаноле (6Фтлт-ВНИИМ) ГСО 11366–2019 (рис. 3).

В заключение важно заметить, что предложенный в данной работе подход, хотя и учитывает специфику работы с эфирами фталевое́й кислоты, но не исключает естественные ограничения метода МБ. С этой точки зрения лучшей практикой может быть применение второго условно прямого метода определения чистоты – количественного ЯМР, который в настоящее время активно развивается.



Рис. 3. Общий вид сертифицированного стандартного образца состава раствора эфиров ортофталевой кислоты (фталатов) в метаноле (6ФТЛТ-ВНИИМ) GSO 11366–2019.

Fig. 3. General view of a certified reference material certified reference material for the composition of a solution of orthophthalic acid esters (phthalates) in methanol (6Ftlit-VNIIM) GSO 11366–2019

**Благодарности:** Исследование выполнено в рамках опытно-конструкторской работы «Проведение исследований в области измерений физико-химического состава и свойств веществ по разработке государственных эталонов сравнения в виде высокочистых веществ для воспроизведения и передачи единиц величин, характеризующих химический состав твердых и жидких веществ и разработка референтных методик измерений» в области физико-химических измерений состава и свойств органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, шифр «Чистота-2а».

#### СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. An approach to the metrologically sound traceable assessment of the chemical purity of organic reference materials / D. L. Duerwer [et al.] // NIST Special Publication. 2004. Vol. 1012. 55 p.
2. Mass balance method for the SI value assignment of the purity of organic compounds / S. Westwood // Analytical Chemistry. 2013. Vol. 85. P. 3118–3126. <http://dx.doi.org/10.1021/ac303329k>
3. Михеева А. Ю., Крылов А. И., Будко А. Г. Алгоритм определения чистоты органических веществ, пригодных к выделению или очистке методом перегонки // Эталоны. Стандартные образцы. 2022. Т. 18, № 2. С. 5–18. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-2-5-18>
4. Барштейн Р. С., Кирилович В. И., Носовский Ю. Е. Пластификаторы для полимеров. М.: Химия, 1982. 200 с.

Измерения были выполнены на оборудовании ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

**Acknowledgments:** The research was carried out as part of the development work «Research in the field of measuring the physical and chemical composition, and properties of substances to develop state standards for comparison in the form of high-purity substances for reproducing and transmitting measurement units characterizing the chemical composition of solid and liquid substances and developing reference measurement methods» in the field of physico-chemical measurements of the composition and properties of organic components in liquid and solid substances, and materials, code «Purity-2a». The measurements were carried out using the equipment of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology.

**Вклад соавторов:** Михеева А. Ю. – разработка методологии исследования, курирование исследования, валидация результатов исследования, осуществление формального анализа, написание статьи; Будко А. Г. – проведение исследовательских работ, валидация результатов исследования, осуществление формального анализа; Крылов А. И. – руководство научно-исследовательской работой, разработка концепции исследования, проверка и редакция текста статьи.

**Contribution of the authors:** Mikheeva A. Y. – development of research methodology, oversee research, validation of research results, implementation of formal analysis, article writing; Budko A. G. – conducting research work, validation of research results, implementation of formal analysis; Krylov A. I. – management of research work, development of the research concept, revision of the text.

**Конфликт интересов:** Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов. Автор А. И. Крылов является членом редакционного совета журнала «Эталоны. Стандартные образцы».

**Conflict of interest:** The authors declare no conflict of interest. A. I. Krylov is a member of the editorial board of the journal «Measurement Standards. Reference Materials».

5. *Лакеев С. Н., Майданова И. О., Ишалина О. В.* Основы производства пластификаторов: учебное пособие. Уфа: УГНТУ, 2015. 163 с.
6. *Корнеева Г. А.* Пластификаторы ПВХ: технологии и рынок. Текст : электронный // Новые химические технологии : аналитический портал химической технологии: официальный сайт. URL: [https://www.newchemistry.ru/letter.php?n\\_id=1265](https://www.newchemistry.ru/letter.php?n_id=1265) (дата обращения: 01.06.2022).
7. Mass balance method for purity assay of phthalic acid esters: Development of primary reference materials as traceability sources in the Japan Calibration Service System / K. Ishikawa [et al.] // *Accreditation and Quality Assurance*. 2011. Vol. 16. P. 311–322. <https://doi.org/10.1007/s00769-011-0767-0>
8. *Крылов А. И., Михеева А. Ю., Будко А. Г., Ткаченко И. Ю.* Метрологическое обеспечение измерений содержания фталатов: стандартный образец состава раствора шести приоритетных фталатов в метаноле. Эталоны. Стандартные образцы. № 2021. Т. 17, № 3. С. 5–19. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-3-5-19>

## REFERENCES

1. Duewer D. L., Parris R. M., White V. E., May W. E. An approach to the metrologically sound traceable assessment of the chemical purity of organic reference materials. *NIST Special Publication*. 2004;1012:55.
2. Westwood S., Choteau T., Daireaux A., Josephs R. D., Wielgosz R. I. Mass balance method for the SI value assignment of the purity of organic compounds. *Analytical Chemistry*. 2013;85:3118–3126. <http://dx.doi.org/10.1021/ac303329k>
3. Mikheeva A. Y., Krylov A. I., Budko A. G. An algorithm for determining the purity of organic substances suitable for separation or purification by distillation. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2022;18(2):5–18. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-2-5-18> (In Russ.).
4. Barshtein R. S., Kirilovich V. I., Nosovskii Iu. E. Plasticizers for polymers. Moscow: Khimiia Publ.; 1982. 200 p. (In Russ.).
5. Lakeev S. N., Maidanova I. O., Ishalina O. V. Fundamentals of plasticizer production: a tutorial. Ufa: UGNTU; 2015. 163 p.
6. Korneeva G. A. PVC plasticizers: technologies and market. Available at: [https://www.newchemistry.ru/letter.php?n\\_id=1265](https://www.newchemistry.ru/letter.php?n_id=1265) [Accessed 01.06.2022]. (In Russ.).
7. Ishikawa K., Hanari N., Shimizu Y. et al. Mass balance method for purity assay of phthalic acid esters: Development of primary reference materials as traceability sources in the Japan calibration service system. *Accreditation and Quality Assurance*. 2011;16:311–322. <http://dx.doi.org/10.1007/s00769-011-0767-0>
8. Krylov A. I., Mikheeva A. Y., Budko A. G., Tkachenko I. Yu. Metrological support of phthalate content measurements: reference material for the composition of a solution of six priority phthalates in methanol. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2021;17(3):5–19. (In Russ.) <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-3-5-19>

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

CCQM Strategy Document 2021–2030, Version 1.0, 21.06.2021 // International Bureau of Weights and Measures [website] URL: <https://www.bipm.org/documents/20126/41532413/CCQM%20Strategy/31283069-94f4-f2c7-bbfc-7d652c9b3de8>

IUPAC Project 2013–025 IUPAC Methods for the SI Value Assignment of the Purity of Organic Compounds: Organic Purity Technical Report. Combined Draft 6th September 2018

ГЭТ 208-2019 Государственный первичный эталон 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 / институт хранитель ВНИИМ им. Д. И. Менделеева. Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2019. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/1382717> (дата обращения:).

Ди(н-бутилфталат). Методика характеристики чистого органического вещества. Хд 4.092.000–017 МА 3–2019 : разработана ФГУП «ВНИИМ», Санкт-Петербург : 2019, 44 с. Текст: непосредственный.

Методические рекомендации по измерению массовой доли примеси воды в чистых органических веществах Хд 1.456.497 МР10–2019 : разработана ФГУП «ВНИИМ», Санкт-Петербург : 2019, 13 с. Текст: непосредственный.

Методические рекомендации по измерению массовой доли примесей нелетучих соединений в чистых органических веществах, пригодных к очистке методом перегонки (возгонки) при атмосферном или пониженном давлении Хд 1.456.497 МР12–2019 : разработана ФГУП «ВНИИМ», Санкт-Петербург : 2019, 12 с. Текст: непосредственный.

#### ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

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

190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19.

e-mail: may@b10.vniim.ru

<https://orcid.org/0000-0003-1032-5653>

ResearcherID: B-6506–2019

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

190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19.

e-mail: aa@b10.vniim.ru

<https://ORCID.org/0000-0002-4288-2916>

ResearcherID: O-8550–201

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

г. Санкт-Петербург, Московский проспект, д. 19.

e-mail: akrylov@b10.vniim.ru

#### INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

**Alena Y. Mikheeva** – Cand. Sci. (Chem.), Leading Researcher of the scientific and research department of state standards in organic and inorganic analysis sphere, D. I. Mendeleev Institute for Metrology (VNIIM).

19 Moskovskiy ave., St. Petersburg, 190005, Russia.

e-mail: may@b10.vniim.ru

<https://orcid.org/0000-0003-1032-5653>

ResearcherID: B-6506–2019

**Alexandra G. Budko** – Researcher of the scientific and research department of state standards in organic and inorganic analysis sphere, D. I. Mendeleev Institute for Metrology (VNIIM).

19 Moskovskiy ave., St. Petersburg, 190005, Russia.

e-mail: aa@b10.vniim.ru

<https://ORCID.org/0000-0002-4288-2916>

ResearcherID: O-8550–2018

**Anatoliy I. Krylov – Dr. Sci.** (Chem.), Head of the scientific and research department of state standards in organic and inorganic analysis sphere, D. I. Mendeleev Institute for Metrology (VNIIM).

19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia.

e-mail: akrylov@b10.vniim.ru



## В ПОРЯДКЕ ОБСУЖДЕНИЯ

Научная статья  
УДК 006.91:004.77:004.9  
<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-3-57-70>



# Цифровизация обеспечения метрологической прослеживаемости средств измерений и стандартных образцов через облачные технологии: современное состояние и перспективы развития

А. А. Попов ✉

ФБУ «Омский ЦСМ»; ФГАОУ ВО «Омский государственный технический университет», Омск, Россия  
✉ [omskmetr@mail.ru](mailto:omskmetr@mail.ru)

**Аннотация:** Ускоренное внедрение цифровых технологий в экономике и социальной сфере является национальной приоритетной задачей в Российской Федерации. Одним из компонентов данного этапа развития промышленности является создание комплексной облачной платформы для полной автоматизации метрологических центров и реализации стратегии обеспечения единства измерений «Метрология 4.0». При многочисленных плюсах внедрения цифровых систем и сервисов процесс интеграции цифровых систем в жизнь связан с рядом сложностей, таких как отсутствие единого API протоколов при обмене с базами данных, отсутствие единых стандартизованных справочников и т. д.

Целью данного исследования является обобщение информации о существующих иностранных и отечественных облачных решениях в области обеспечения единства измерений, выявление их недостатков и формулировка путей решения возникающих проблем с учетом условий современных технологий.

Основными методами исследования был анализ текущей ситуации в части метрологических цифровых сервисов в РФ, а также Германии, Индии в США и др. стран. Проведено сравнение подходов к построению и перспективам метрологического облака. Описываются проблемы внедрения инновационных технологий.

В ходе исследования на примере ФГИС «АРШИН» показано, что данный цифровой сервис, применяемый в РФ, не обладает исчерпывающим функционалом для организации метрологической деятельности предприятий и имеет ограничения, которые не позволяют перейти на новый этап цифровизации. К основным недостаткам ФГИС «АРШИН» можно отнести недостаточное расширение охвата средств измерений, невозможность автоматической обработки информации о средствах измерений, а также отсутствие инфраструктуры получения непосредственной измерительной информации через облачные технологии.

Для решения поставленной задачи автором предложена схема улучшения ФГИС «АРШИН», которая включает: алгоритм создания единого стандарта для формирования систем обработки, хранения и анализа данных средств измерений и стандартных образцов; создание универсальных цифровых справочников, позволяющих описывать средства измерений, в том числе для формирования области аккредитации в конфигураторе Федеральной службы по аккредитации; создание уникального идентификационного номера для средства измерений и стандартного образца; реализацию защищенного механизма однозначной идентификации, верификации и передачи данных о средстве измерений на основе блокчейн-технологий.

Данная схема может быть интегрирована во ФГИС «АРШИН» и пройти опытную эксплуатацию без дополнительных финансовых затрат со стороны бюджета РФ. Такой подход постепенного наращивания цифровых возможностей

государства, а также обеспечение безопасной работы с большими объемами данных дает возможность дальнейшей цифровой трансформации и перспективой развития системы обеспечения единства измерений в РФ.

**Ключевые слова:** Аршин, идентификатор, метрология 4.0, метрологическое облако, цифровая метрология, цифровизация, УИН СИ, средства измерений, стандартные образцы, облачные технологии

**Используемые сокращения:** СИ – средства измерений; СО – стандартные образцы; УИН СИ – уникальный идентификационный номер средства измерений; УИН СО – уникальный идентификационный номер стандартного образца; ФИФ ОЕИ – Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений; ФГИС «АРШИН» – Федеральная государственная информационная система «АРШИН»; ГНМИ – Государственный научный метрологический институт; ГРЦМ – Государственный региональный центр метрологии.

**Ссылка при цитировании:** Попов А. А. Цифровизация обеспечения метрологической прослеживаемости средств измерений и стандартных образцов через облачные технологии: современное состояние и перспективы развития // Эталоны. Стандартные образцы. 2022. Т. 18, № 3. С. 57–70. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-3-57-70>

Статья поступила в редакцию 16.08.2022; одобрена после рецензирования 20.09.2022; принята к публикации 25.09.2022.

---

## RESEARCH ARTICLE

Research Article

# Digitalization of Ensuring Metrological Traceability of Measuring Instruments and Reference Materials through Cloud-Based Technologies: Current State and Development Prospects

Aleksey A. Popov ✉

Omsk CSM; Omsk State Technical University, Omsk, Russia

✉ [omskmetr@mail.ru](mailto:omskmetr@mail.ru)

**Abstract:** The accelerated implementation of digital technologies in the economy and social sphere is one of the national priorities in the Russian Federation. One of the components of this stage of industrial development is the creation of a comprehensive cloud platform for the complete automation of metrological centers and the implementation of the strategy for ensuring the uniformity of measurements «Metrology 4.0». Considering the numerous advantages of implementing digital systems and services, the integration of digital systems into life is associated with a number of difficulties, such as the lack of a single API protocol in the exchange of databases, the lack of unified standardized directories, etc.

The purpose of this study is compilation of information about existing foreign and national cloud-based solutions in the field of ensuring the uniformity of measurements, identification of their shortcomings and finding solutions to emerging problems, taking into account the conditions of modern technologies.

The main research methods were an analysis of the current situation in terms of metrological digital services in the Russian Federation, as well as in Germany, India in the USA and other countries. A comparison of approaches to the construction and prospects of the metrological cloud is carried out. The problems of introducing innovative technologies are described. The study using the example of FSIS «ARSHIN» showed that this digital service used in the Russian Federation does not have comprehensive functionality for organizing the metrological activities of enterprises and has limitations that do not

allow moving to a new stage of digitalization. The main disadvantages of FSIS «ARSHIN» include the following: insufficient expansion of the coverage of measuring instruments, the impossibility of automatic processing of information about measuring instruments, as well as the lack of infrastructure for obtaining direct measuring information through cloud-based technologies.

As part of solving the problem, the author proposed a scheme for improving the FSIS «ARSHIN» system which includes: an algorithm for creating a uniform standard for the formation of systems for processing, storing and analyzing data of measuring instruments and reference materials; the creation of universal digital directories that allow describing measuring instruments for the formation of the scope of accreditation in the configurator of the Federal Accreditation Service; the creation of a unique identification number for the measuring instrument and reference material; the implementation of a secure mechanism for unique identification, verification and transmission of data on a measuring instrument based on blockchain technologies.

This scheme can be integrated into the FSIS «ARSHIN» and undergo trial operation without additional financial costs from the budget of the Russian Federation. This approach of gradually increasing the digital capabilities of the state, as well as ensuring safe work with large amounts of data, makes it possible for further digitalization and the prospect of developing a system for ensuring the uniformity of measurements in the Russian Federation.

**Keywords:** ARSHIN, identifier, Metrology 4.0, metrological cloud, digital metrology, digitalization, UIN MI, measuring instruments, reference materials, cloud-based technologies

**Abbreviations used in the article:** MI – measuring instrument; RM – reference material; UIN MI – unique identification number of a measuring instrument; UIN RM – unique identification number of a reference material; FIF EUM – Federal Information Fund for Ensuring the Uniformity of Measurements; FSIS «ARSHIN» – Federal State Information System «ARSHIN».

**For citation:** Popov A. A. Digitalization of Ensuring Metrological Traceability of Measuring Instruments and Reference Materials through Cloud-Based Technologies: Current State and Development Prospects. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2022;18(3):57-70. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-3-57-70> (In Russ.).

The article was submitted 16.08.2022; approved after reviewing 20.09.2022; accepted for publication 25.09.2022.

## Введение

В жизнь современного человека все больше входит понятие «цифровая экономика»<sup>1</sup>. Это хозяйственная деятельность, где ключевым фактором производства являются данные в цифровом виде, обработка больших объемов и использование результатов анализа которых по сравнению с традиционными формами хозяйствования позволяют существенно повысить эффективность различных видов производства, технологий, оборудования, хранения, продажи, доставки товаров и услуг. В России обеспечение ускоренного внедрения цифровых технологий в экономике и социальной сфере является одной из национальных целей развития, что отражено в указе Президента Российской Федерации от 7 мая 2018 г. № 204 «О национальных целях и стратегических задачах развития Российской Федерации на период до 2024 года». Для этого определены следующие задачи:

– увеличение внутренних затрат на развитие цифровой экономики за счет всех источников (по доле в валовом внутреннем продукте) не менее чем в 3 раза по сравнению с 2017 г.;

– создание устойчивой и безопасной информационно-телекоммуникационной инфраструктуры высокоскоростной передачи, обработки и хранения больших объемов данных, доступной для всех организаций и домохозяйств;

– использование преимущественно отечественного программного обеспечения государственными местными самоуправлениями.

На сегодняшний день цифровая трансформация и внедрение цифровых технологий в промышленности уже никого не удивляет. Создание систем обработки больших данных в рамках четвертой промышленной революции (Индустрия 4.0) в части перехода на полностью автоматизированное цифровое производство, управляемое интеллектуальными системами в режиме реального времени, – это то, что происходит прямо сейчас. Одним из компонентов этапа развития автоматизированного цифрового производства в промышленности является цифровая трансформация в области

<sup>1</sup> Цифровая экономика (веб-, интернет-экономика, электронная экономика) – экономическая деятельность, основанная на цифровых технологиях, связанная с электронным бизнесом и электронной коммерцией, и производимых и сбываемых ими цифровыми товарами и услугами.

обеспечения единства измерений или внедрение так называемой «Метрология 4.0»<sup>2</sup>.

Метрология сегодня глубоко проникла во все области науки, техники, производства и жизни человека. Она обеспечивает точный контроль, достоверные измерения, лежащие в основе безопасности и качества продукции, услуг, работ и т. д. Появляются «умные» средства измерений, сложные измерительные системы, которые передают огромное количество данных. Требования к точности измерений становятся все жестче. Сейчас труд метролога под влиянием цифровизации и автоматизации из ручного превращается в «труд оператора». Такой труд во многом определяется и знанием о том, как проводятся измерения, и умением программировать. Обработка больших данных – это черта новой метрологии. При этом метрология должна идти на шаг вперед, предвосхищая растущие потребности граждан, общества и государства в получении объективных, достоверных и сопоставимых результатов измерений. При всех очевидных плюсах внедрения цифровых систем и сервисов процесс их интеграции в жизнь связан с рядом сложностей, которые тормозят или блокируют их внедрение. К таким проблемам относятся, в частности, отсутствие единого API протоколов при обмене с базами данных, отсутствие единых стандартизованных справочников и т. д.

Целью данного исследования является обобщение информации о существующих иностранных и отечественных облачных решениях в области обеспечения единства измерений, выявление их недостатков и формулировка путей решения возникающих проблем с учетом условий современных технологий.

### Перспективы облачных решений в метрологии

Использование облачных решений во многих отраслях промышленности уже стало стандартом. Облачные вычисления формируют новую парадигму применения информационно-коммуникационных технологий, способствующую повышению производительности и экономической эффективности предприятий различных отраслей. Такие решения позволяют оцифровывать физические процессы на предприятиях, проводить их анализ и математически прогнозировать развитие того или иного процесса.

В работе производственных предприятий используются промышленные облака (Industrial Cloud), что

<sup>2</sup> Метрология 4.0 – комплексная платформа для полной автоматизации метрологических центров и реализации стратегии обеспечения единства измерений.

позволяет подключать предприятия и промышленные активы к сетям, безопасно обмениваться конфиденциальными данными, объединять пользователей и оборудование всех цепочек поставок, обеспечивать необходимые ресурсы для анализа процессов и продуктов в реальном времени. Большое количество таких решений можно наблюдать в области роботизированных производств.

Деятельность в области метрологии имеет большие перспективы для развития цифровых сервисов, поскольку цель любого измерения – получение результата, который в большинстве случаев выражается в цифровом виде. Соответственно, логичным выглядит создания механизма обработки, накопления и анализа полученных значений.

С другой стороны, все измерения выполняются с применением конкретных СИ и СО. Соответственно, не вызывает сомнений, что обеспечение прослеживаемости измерений в цифровом пространстве без однозначной идентификации каждого экземпляра СИ или СО и создания для них единой цифровой инфраструктуры невозможно.

Анализ публикаций по теме облачных решений в области метрологии показал, что данное направление наиболее глубоко исследовано в Европе на базе Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB, Германия) [1], в Индии [2] и в США [3]. Также в проекте по цифровым метрологическим облакам участвуют специалисты-метрологи из Бразилии, Японии и ряда других стран.

Формирование подходов к цифровой экономике в промышленности было заложено еще при официальном запуске проекта «Plattform Industry 4.0» – стратегического проекта Германии [4]. Данная платформа создана как механизм поддержки предпринимательства, инновационной деятельности, стандартизации и т. д. в рамках четвертой промышленной революции. Ее основная идея – не участвовать в коммерческой деятельности, а осуществлять поддержку в рекомендательной форме [5–9]. Ввиду своего рекомендательного характера данная тематика еще находится на раннем этапе развития и не содержит общих стандартов построения универсального метрологического облака.

В настоящее время Европейский подход к цифровизации в области обеспечения единства измерений выглядит так, как показано на рис. 1.

Основным недостатком применяемого *рекомендательного* характера построения европейского метрологического облака является крайне низкий темп развития проекта и внедрение его в практику европейских метрологических предприятий.

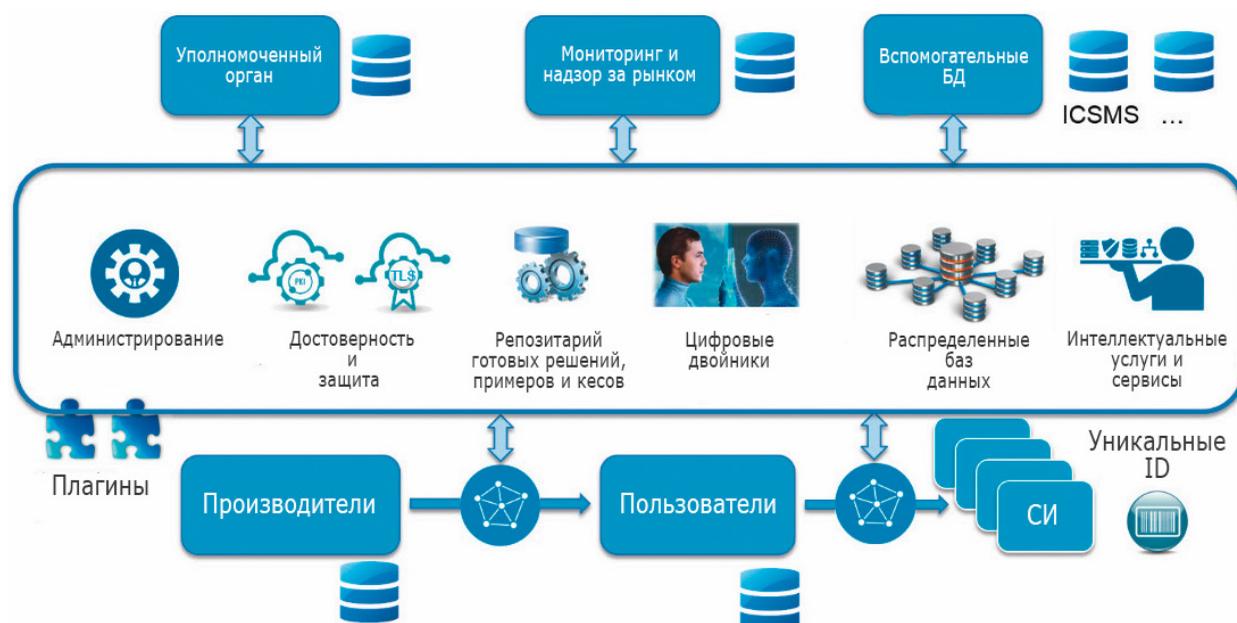


Рис. 1. Европейский подход к цифровизации в области обеспечения единства измерений [1]

Fig. 1. The European approach to digitalization in the sphere of ensuring the uniformity of measurements [1]

По аналогии с Германией в 2014 году в США создан Консорциум промышленного Интернета (Industrial Internet Consortium, IIC). В отличие от немецкой платформы американский консорциум был основан крупнейшими корпорациями США [10, 11, 12, 13] учетом философии построения государства и развитой системы лоббирования. Исходная идея создания Консорциума заключается в объединении предприятий и технологий, необходимых для ускорения роста промышленности, распространения и применения передового опыта. Основными целями Консорциума являются [14].

1. Стимулирование инноваций путем создания новых областей применения в промышленности.
2. Определение и разработка структуры, необходимой для взаимодействия участников сообщества.
3. Воздействие на процесс разработки глобальных стандартов для интернета и промышленных систем.
4. Содействие открытым форумам для обмена идеями, практикой, уроками и пониманием реального мира.
5. Укрепление доверия к новым инновационным подходам в области безопасности.

Несмотря на большое количество разработок в области промышленного интернета и интернет-вещей, метрологические проекты (за исключением Германии и Европейского метрологического облака) находятся в зачаточном состоянии.

На основании проведенного анализа публикаций установлено, что до настоящего момента ни в одной стране мира нет системного решения и общего стандарта для построения метрологического облака.

#### Анализ текущей ситуации в части метрологических цифровых сервисов в Российской Федерации

В соответствии со ст. 20 Федерального закона от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» организован Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (ФГИС «АРШИН»<sup>3</sup>), который содержит в том числе сведения о государственных эталонах единиц величин, сведения об утвержденных типах стандартных образцов или типах средств измерений, сведения о результатах поверки средств измерений.

Несмотря на то что использование ФГИС «АРШИН» регламентировано Федеральным законом, он не обладает исчерпывающим функционалом для организации метрологической деятельности предприятия и имеет ряд ограничений, не позволяющих перейти на новый этап цифровизации. К основным недостаткам ФГИС «АРШИН» можно отнести: недостаточное расширение

<sup>3</sup> ФГИС «Аршин» – это государственный реестр средств измерений, используемый Росстандартом для обеспечения единства измерений в сфере метрологии.

охвата средств измерений, невозможность автоматической обработки информации о средствах измерений, а также отсутствие инфраструктуры получения непосредственной измерительной информации через облачные технологии.

В частности, во ФГИС «АРШИН» содержатся сведения только о СИ и СО, которые прошли испытания в целях утверждения типа. Это исключает возможность ведения реестра СИ и СО неутвержденного типа (даже в добровольном порядке).

Во ФГИС «АРШИН» отсутствуют поля для регистрации УИН СИ и УИН СО. Уникальный идентификатор необходим для однозначной идентификации СИ и СО и дальнейшей обработки информации.

Еще одной глобальной проблемой развития цифровизации является отсутствие однозначного классификатора СИ и СО, группировки их по видам измерений и т. п., в результате чего СИ и СО схожего наименования могут использоваться для получения результатов измерений разных физических величин и прослеживаться к разным эталонам (например, калибраторы электрических сигналов).

В результате отсутствия такого классификатора и параметрического справочника СИ и СО ФГИС «АРШИН» не позволяет выбрать данные по конкретной задаче параметров для СИ. Например, невыполнимой в настоящее время является выборка типов манометров технических, пригодных для работы на кислороде в диапазоне от 0 до 16 Мпа, или выборка СО состава биохимического анализа в крови для молярной концентрации глюкозы от 2,5 до 8,0 ммоль/л.

Таким образом, ФГИС «АРШИН» имеет ряд ограничений: исключены возможности ведения реестра СИ и СО неутвержденного типа; отсутствие поля для регистрации УИН СИ и УИН СО; отсутствие однозначного классификатора СИ и СО, а также группировка их по видам измерений создает проблемы по выстраиванию автоматических цепочек метрологической прослеживаемости от СИ или СО к единице измерения Международной системы единиц. Данный аспект не позволяет осуществить переход на новый этап цифровизации в области обеспечения единства измерений, поскольку метрологические цепи не могут быть построены автоматически.

Стоит отметить, что требование к ФГИС «АРШИН» закреплены законодательно, равно как и требование к передаче информации о ряде СИ. Это обстоятельство создает превосходный фундамент для дальнейшего развития облачного сервиса в области метрологии, тем более что опыт эксплуатации ФГИС «АРШИН» показал

его надежность и функциональность. Очевидно, что при построении глобального метрологического облака целесообразно обеспечить его связь с Федеральным информационным фондом по обеспечению единства измерений (ФГИС «АРШИН»).

### **Проблемы однозначной идентификации объектов в цифровом пространстве**

Ни одна цифровая модель не учитывает многообразия параметров реального мира. Например, для ФГИС «АРШИН» или другой информационной системы два СИ с одним и тем же регистрационным номером – это два объекта, которые отличаются лишь заводскими номерами или номерами партий. В то же время в реальном мире это два совершенно разных объекта, которые отличаются цветом, размером, износом корпуса (царапинами) и т. п.

Кроме того, в различных системах один и тот же объект может иметь различные идентификаторы. Например, один и тот же манометр может иметь заводской номер (по которому он идентифицируется во ФГИС «АРШИН») и инвентарный номер (по которому он идентифицируется в бухгалтерской программе предприятия-владельца).

Таким образом, нужна многофакторная модель, которая позволит в цифровом пространстве однозначно идентифицировать различные физические объекты [15–17]. Кроме этого, необходимо предусмотреть возможность передачи данных из одной базы данных в другую с сохранением возможности однозначной идентификации объекта.

В соответствии с международными рекомендациями сектора стандартизации электросвязи ITU-T Rec.X.1255 общепринятая структура данных состоит из одного или нескольких элементов, благодаря которым обеспечивается функциональная совместимость (интероперабельность) информационных систем в интернете. Для управления цифровыми объектами используются три архитектурных компонента. Каждый из компонентов может использоваться самостоятельно, но в комбинации они обеспечивают распределенную и масштабируемую систему управления информацией в интернете. Эти компоненты таковы:

- а) масштабируемая и распределенная система идентификаторов и резолюции цифровых объектов;
- б) репозитории доступа и управления цифровыми объектами;
- в) реестры для поиска и обнаружения объектов.

Ввиду отсутствия единого реестра СИ и СО (вне зависимости от применения их в сфере государственно-регулирующего) развитие цифровизации затруднено.

Еще одной проблемой является разрозненность справочников и баз данных. Так, в соответствии с приказом Минэкономразвития России от 24.10.2020 № 704 «Об утверждении Положения о составе сведений о результатах деятельности аккредитованных лиц, об изменениях состава их работников и о компетентности этих работников, об изменениях технической оснащенности, представляемых аккредитованными лицами в Федеральную службу по аккредитации, порядке и сроках представления аккредитованными лицами таких сведений в Федеральную службу по аккредитации: приказ Министерства экономического развития Российской Федерации» лица, аккредитованные на право проведения аттестации методик измерений, метрологической экспертизы, испытаний и калибровки средств измерений, должны передавать во ФГИС Росаккредитации все результаты работы в сканированном виде, не подлежащем автоматической машинной обработке. При этом в соответствии с требованиями Федерального закона 26.06. 2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» данные сведения (за исключением результатов калибровки) должны передаваться в ФГИС «АРШИН» в установленные сроки. Объем данных и сроки передачи установлены Приказом Минпромторга от 28.08.2020 № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений: приказ Министерства промышленности и торговли Российской Федерации».

Соответственно, одним из ключевых факторов развития цифровизации метрологической деятельности станет создание единого стандарта для формирования систем обработки, хранения и анализа данных СИ и СО, создание центрального справочника на базе ФГИС «АРШИН» и его дополнением различными цифровыми сервисами, в том числе однозначным справочником видов измерений и групп СИ для формирования области аккредитации в конфигураторе Федеральной службы по аккредитации.

### **Проект Metrology Cloud и формирование подходов к построению универсального идентификатора**

В настоящее время в инициативном порядке группой компаний Metrology.Net (Россия) создан проект Metrology Cloud. Проект объединяет компании, занимающиеся созданием, обслуживанием, поддержкой IT-проектов по метрологии, оказывающие услуги

IT-консалтинга, и строится на партнерстве между государством (отвечающим за обеспечение единства измерений в стране) и коммерческими структурами (которые являются фактическими владельцами СИ).

Данный эксперимент по созданию и развитию кросс-отраслевого цифрового взаимодействия, информационных систем и их компонентов посредством единой цифровой метрологической платформы Metrology-Cloud.RU<sup>4</sup> позволит продемонстрировать возможности универсального облачного сервиса на малом объеме данных, протестировать возможность его масштабирования и получить рабочее решение.

Платформа Metrology-Cloud.RU позволила реализовать прототип облачного сервиса импортозамещения СИ на основе интеллектуального инновационного поиска и подбора СИ отечественного производства аналогичным импортным по характеристикам.

Схема работы Metrology-Cloud.RU представлена на рис. 2.

Подобная схема объединяет всех участников метрологического обеспечения – от производителей и владельцев средств измерений до государственных органов и структур.

Очевидные экономические выгоды для участников, усиленные присутствием государственных интересов, дают основание полагать, что представленная схема будет гораздо более устойчива и получит скорейшее развитие.

### **Технологии подходов к формированию уникального идентификатора средств измерений и стандартных образцов**

Одним из важнейших направлений стандартизации является разработка стандартов в области представления и обмена информацией в сети интернет. Однако без обеспечения информационной совместимости практически невозможно информационное взаимодействие между многочисленными участниками процесса сбора, обработки и представления пользователям данных о различных объектах. Требования по обеспечению информационной совместимости, обязательные для соблюдения государственными органами управления и субъектами хозяйственной деятельности, уста-

<sup>4</sup> Metrology Cloud – система облачных сервисов в области обеспечения единства измерений (ОЕИ), предназначена для поиска, тестирования, разработки и интеграция лучших межотраслевых цифровых решений в сфере (ОЕИ), с целью создания инфраструктуры по объединению и автоматизации бизнес-процессов, сбора, визуализации и обмена данными о производителях, пользователей и метрологическом обеспечении средств измерений.

## Схема Metrology Cloud

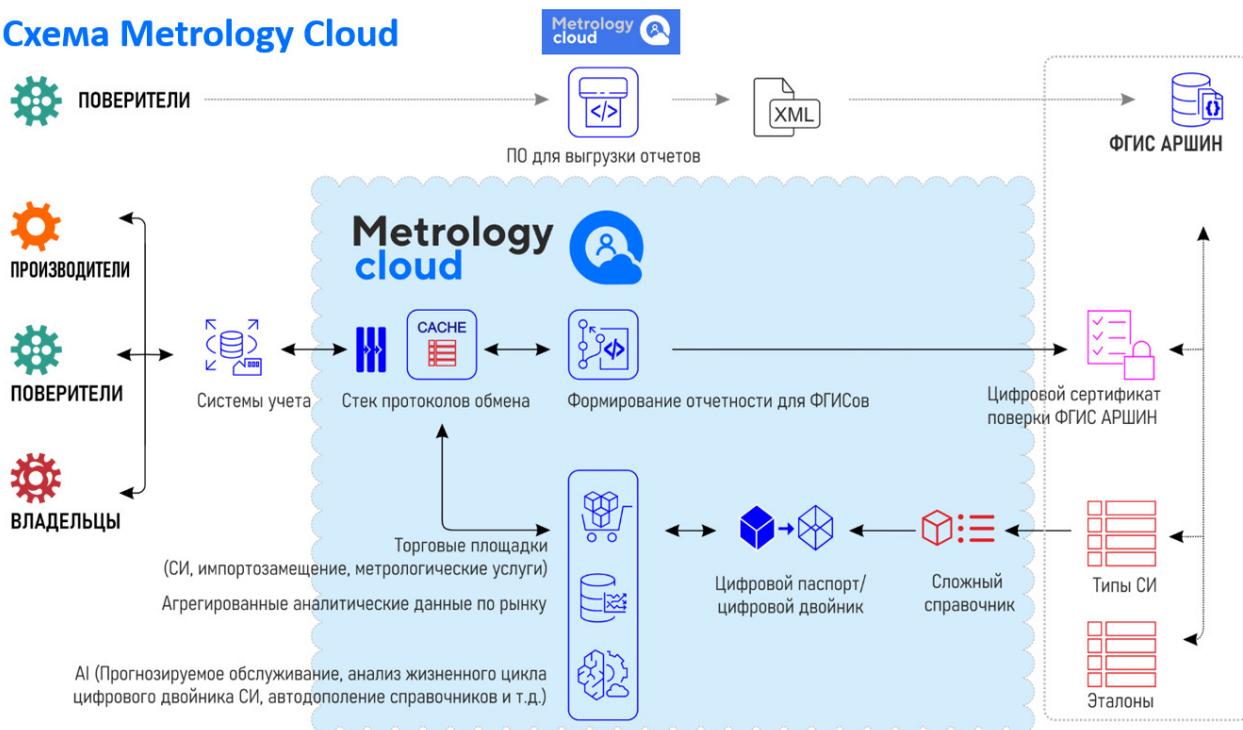


Рис. 2. Принцип работы платформы Metrology-Cloud.RU

Fig. 2. The operating principle of the Platform

навливают государственные стандарты. Обеспечение информационной совместимости требует разработки единых методов идентификации объектов [18].

По итогам анализа пользовательских и бизнес-практик в рамках проекта Metrology Cloud были сформированы основные требования к технологиям идентификации СИ и СО для обеспечения их прослеживаемости к государственным первичным эталонам в условиях развития цифровизации.

Каждая сущность СИ и СО, которую необходимо распознавать в цифровых сетях, должна иметь хотя бы один публичный или совместно используемый идентификатор. Публичный идентификатор необязательно должен быть человекочитаемым, он должен быть доступен через сеть; соответственно, этот идентификатор должен быть цифровым. Идентификаторы должны обнаруживаться (быть разрешимыми). Разрешимый идентификатор в цифровой сети позволяет системе найти идентифицируемый объект или информацию о нем (т. е. метаданные). При этом необходимо обеспечить поддержку сети Интернет (либо другой глобальной сети) и совместимость с URI как основным форматом взаимодействия.

Синтаксис URI позволяет включать существующие стандарты идентификаторов, сохраняя уникальность

и разрешимость. Идентификаторы должны отвечать на множественные запросы.

Подобные качества, в частности, позволяют обеспечить совместимость открытых систем и устаревших систем идентификации. Однако необходимо учитывать, что для эффективной работы в таких системах с разнородными объектами необходимо формировать стандартизированные словари для описания метаданных этих объектов.

Следующий момент, который должен учитываться при разработке УИН СИ и УИН СО, – это возможность обеспечения различных уровней доступа, поскольку область использования тех или иных средств измерений может являться закрытой информацией и не подлежать разглашению или распространению. Соответственно, регистрация идентификаторов должна проходить под контролем доверенных центров с обозначенными политиками безопасности, использования и доступа. Эти центры должны быть устойчивыми к киберугрозам и хакерским атакам.

В системе идентификации должна существовать достаточная поддержка описательных данных и данных о владении объектом в метаданных. Иными словами, система данных должна обладать достаточной информационной емкостью для предотвращения конфликтов

владения объектами, и она должна обеспечивать возможность разрешения споров с помощью арбитра. При этом существование распределенных механизмов доверия критически важно для функционирования системы и предотвращения дублирования или конфликтов идентификаторов (например, однородные СИ (с одинаковыми заводскими номерами), которые выпущены разными производителями). Этот критерий необходимо учитывать при дальнейшей работе по созданию иерархических облачных реестров и стандартизованных справочников.

В целях обеспечения безопасности, владение метаданными должно быть отделено от объекта. Система должна предоставлять гибкие возможности по администрированию сведений об объектах.

Одним из ключевых условий стандартизации идентификатора является отсутствие в нем динамических элементов или метаданных.

Опираясь на предварительные решения Physikalisch-Technische Bundesanstalt (Германия), мы считаем, что уникальный идентификатор СИ (IDs) должен строиться на иерархическом справочнике. Рекомендуемая форма идентификатора РТВ может представляться в виде: `manufacturer_id-device_type_id-device_serial`,

где `manufacturer_id` – идентификатор производителя;  
`device_type_id` – идентификатор типа СИ;  
`device_serial` – серийный (заводской) номер СИ.

До настоящего времени окончательное решение по стандартизации УИН СИ и СО в рамках всего Европейского метрологического облака не принято.

### **Уникальный идентификационный номер средств измерений и стандартных образцов**

Создание уникального идентификационного номера СИ и СО является одной из приоритетных задач цифровой трансформации в области обеспечения единства измерений, поскольку это служит фундаментом построения всей остальной архитектуры системы.

В опоре на требования нормативных документов в части цифровой аутентификации и идентификации объектов можно сформулировать задачи, необходимые для успешной реализации проекта. К таким задачам относятся:

- системы идентификации должны отвечать на множественные запросы;
- для работы с идентификаторами необходимо реализовать различные уровни доступа;
- база, содержащая данные, должна быть отделена от самого объекта идентификации;

– идентификаторы не должны содержать динамические элементы или метаданные.

Рассмотрим данные критерии более широко.

С учетом опыта разработки таких идентификаторов в других странах, а также особенностей работы российских специалистов в области обеспечения единства измерений целесообразно делать идентификатор в виде последовательности чисел, разделенных спецсимволом (например, точкой или знаком нижнего подчеркивания) на группы. Российские метрологи достаточно легко идентифицируют физический объект по его цифровому обозначению. Реализация такого подхода позволит в автоматическом режиме производить обработку, хранение и анализ больших массивов данных. Кроме того, такой идентификатор естественным образом будет восприниматься человеком и идентифицировать объект с той или иной группой. Например, из кода по МИ 2314–2006 «ГСИ. Кодификатор групп средств измерений» специалист-метролог легко может идентифицировать средство измерений из группы 30M0520 как манометр технический.

Таким образом, исходный вариант УИН должен включать в себя следующие компоненты:

- 1) вид оборудования (средство измерений или стандартный образец);
- 2) ИНН производителя или организации, которая провела испытания в целях утверждения типа СИ;
- 3) вид измерений;
- 4) подгруппа измерений;
- 5) регистрационный номер государственного первичного эталона, к которому прослеживается СИ или СО. В случае если СИ или СО прослеживаются к первичной референтной методике измерений, то в данном поле указывается значение «0»;

порядковый номер, присваиваемый ГНМИ или ГРЦМ (выдается на основании запроса в ФГИС «АРШИН»).

### **Порядковый номер средств измерений и стандартных образцов**

Отдельного внимания заслуживает раздел с порядковым номером СИ и СО. Поскольку в настоящий момент в РФ отсутствует единая система маркировки и идентификации средств измерений и стандартных образцов, каждый производитель самостоятельно устанавливает заводской или серийный номер. При наличии централизованной системы идентификации через ФГИС «АРШИН» посредством ГНМИ или ГРЦМ реализуется возможность создать механизм «цифровой реписи» СИ и СО.

Рабочая версия таких УИН СИ может быть представлена в виде последовательности информационных блоков, которые представлены в следующих примерах.

### Порядковый номер уникального идентификационного номера средств измерений

В качестве примера создания порядкового номера УИН СИ предлагается рассмотреть идентификацию манометра показывающего МПА-Кс (номер в госреестре 50119–12). В соответствии с предлагаемым алгоритмом построения УИН СИ будет представлен в следующем виде (см. табл. 1).

Итоговый УИН СИ манометра показывающего МПА-Кс будет выглядеть следующим образом:

**1.7021000501.30.0520.43–2002.0000000001**

### Порядковый номер уникального идентификационного номера стандартного образца

Присвоение УИН СО может быть выполнено аналогичным присвоению УИН СИ образом.

В качестве примера предлагается рассмотреть идентификацию стандартного образца утвержденного типа ГСО 11750–2021 Стандартный образец состава искусственной газовой смеси в азоте (N<sub>2</sub>-H-0).

В соответствии с предлагаемым алгоритмом построения УИН СО будет представлен в следующем виде (см. табл. 2).

Итоговый порядковый номер УИН ГСО 11750–2021 будет выглядеть следующим образом:

**0.6609009040.31.3160.154–2019.0000000001**

Такая идентификация не подменяет наименование, тип и модификацию оборудования, а лишь дополняет данные параметры, создавая возможность однозначной идентификации оборудования в цифровой среде.

### Обсуждение

Создание цифрового метрологического облака подразумевает работу по следующим этапам.

1. Создание стандарта на цифровое описание типа СИ и СО.

Таблица 1. Порядковый номер уникального идентификационного номера средств измерений, на примере манометра показывающего МПА-Кс (номер в госреестре 50119–12)

Table 1. The serial number of the unique identification number of measuring instruments on the example of a pressure gauge MPA-Ks (№ 50119–12 in the State Register)

Вид оборудования	ИНН производителя	Вид измерений	Группа измерений	ГЭТ	Порядковая часть номера, который присваивается ФГИС «АРШИН»
СИ	ОАО «Манотомь»	Давление	Манометры	ГПЭ единицы избыточного давления в диапазоне статического давления	Порядковый номер, присваиваемый ГНМИ или ГРЦМ
1	7021000501	30	0520	43	0000000001

Таблица 2. Порядковый номер уникального идентификационного номера стандартного образца, на примере ГСО 11750–2021 Стандартный образец состава искусственной газовой смеси в азоте (N<sub>2</sub>-H-0)

Table 2. The serial number of the unique identification number of the reference material on the example of GSO 11750–2021 Reference material for the composition of the artificial gas mixture in nitrogen (N<sub>2</sub>-H-0)

Вид оборудования	ИНН производителя	Вид измерений	Группа измерений	ГЭТ	Порядковая часть номера, который присваивается ФГИС «АРШИН»
СО	ООО «ПГС-сервис»	Физико-химические измерения	Измерения содержания компонентов в газовых средах	ГЭТ молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах	Порядковый номер, присваиваемый ГНМИ или ГРЦМ
0	6609009040	31	3160	154	0000000001

2. Создание универсальных цифровых справочников, позволяющих описывать средства измерений в метрологическом облаке.

3. Разработка УИН СИ и УИН СО и стандартов их синтаксиса и применения.

4. Разработка защищенного механизма однозначной идентификации, верификации и передачи данных о СИ и СО на основе блокчейн-технологий.

Итоговое Метрологическое облако должно представлять собой целостную систему, которая включает:

- общий реестр СИ и СО;
- сведения о СИ и СО (описания типа);
- справочники характеристик, позволяющих однозначно описать СИ;
- калибровочные характеристики;
- алгоритмы обработки измерительной информации;
- информацию о «цифровых двойниках» СИ;
- «умные сервисы», позволяющие находить новые сферы применения измерительной информации;
- сведения о производителях и владельцах СИ и СО.

Необходимо также учитывать проблему внедрения метрологического облака для ускорения цифровой трансформации в области обеспечения единства измерений. Если исходить из теории перспектив, разработанной Daniel Kahneman и Amos Tversky's [19, 20], субъективизм людей будет тормозить внедрение цифровых сервисов, поскольку люди склонны переоценивать низкие вероятности возникновения альтернатив (существование с имеющейся моделью метрологического обеспечения) и недооценивать высокие вероятности (реальная потребность предприятий в цифровизации метрологических и технических процессов). Отталкиваясь от эмпирических наблюдений и свидетельств (чувственное познание), данная теория описывает, как индивид оценивает потери и выигрыши.

Таким образом, к появлению и внедрению метрологического облака должны предшествовать соответствующие мотивационные действия, включающие предварительные расчеты выгоды и потерь для бизнес-сообществ. Привлечение владельцев и пользователей СИ и СО к использованию облачных технологий должно обеспечить преодоление инертности сознания использования бумажных журналов, а также базовых офисных программ учета используемого метрологического оборудования. Облачные сервисы должны обеспечить упрощенный ввод при высоком уровне надежности хранения и обработки данных как о СИ и СО, так и измерительной информации. Без

создания таких очевидных выгод владельцы и пользователи СИ и СО предпочтут использование традиционных инструментов.

### Выводы

Представленное исследование показывает, что российское метрологическое облако, по сравнению с европейским, обладает одним важным преимуществом. На сегодняшний день в РФ функционирует портал Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (ФГИС «АРШИН»). ФИФ ОЕИ образуют: 1) нормативные правовые акты РФ, нормативные документы, информационные базы данных, международные документы, международные договоры РФ в области обеспечения единства измерений; 2) сведения об аттестованных методиках (методах) измерений; 3) единый перечень измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений; 4) сведения о государственных эталонах единиц величин; 5) сведения об утвержденных типах стандартных образцов или типах средств измерений; 6) сведения о результатах поверки средств измерений. Данная цифровая метрологическая система уже существует, опробована в работе, является глобальной. Самое важное ее преимущество по отношению к европейским метрологическим системам в том, что работа российской метрологической системы регламентирована Федеральным законом № 102-ФЗ, а не носит рекомендательный характер. Но тем не менее ФГИС «АРШИН» имеет ряд ограничений: исключены возможности ведения реестра СИ и СО неутвержденного типа; отсутствие поля для регистрации УИН СИ и УИН СО; отсутствие однозначного классификатора СИ и СО, а также группировка их по видам измерений создает проблемы по выстраиванию автоматических цепочек метрологической прослеживаемости от СИ или СО к единице измерения Международной системы единиц. Данный аспект не позволяет осуществить переход на новый этап цифровизации в области обеспечения единства измерений, поскольку метрологические цепи не могут быть построены автоматически. Обработка больших данных – это черта новой метрологии. При этом метрология должна идти на шаг вперед, предвосхищая растущие потребности граждан, общества и государства в получении объективных, достоверных и сопоставимых результатов измерений. Поэтому современные системы цифровой экономики требуют от метрологии дальнейшего развития.

Уже сегодня невозможно отрицать факт нарастающего количества СИ, подключаемых к глобальной сети

интернет и создающих уже так называемый интернет вещей (Internet of Things). Отказ от развития цифровых метрологических систем приведет к отставанию российской метрологии от европейской, что в конечном итоге создаст непреодолимый барьер в развитии отечественной измерительной техники.

Для решения поставленной задачи автором предложена схема улучшения ФГИС «АРШИН», которая включает: алгоритм создания единого стандарта для формирования систем обработки, хранения и анализа данных средств измерений и стандартных образцов; создание универсальных цифровых справочников, позволяющих описывать средства измерений, в том числе для формирования области аккредитации в конфигураторе Федеральной службы по аккредитации; разработку уникального идентификационного номера для средства измерений и стандартного образца; разработку защищенного механизма однозначной идентификации, верификации и передачи данных о средстве измерений на основе блокчейн-технологий. Использование уникального идентификатора, содержащего информацию о физическом объекте СИ или СО с привязкой к справочникам по видам измерений и производителям позволяет заложить фундамент дальнейшей цифровизации, вовлекая в нее даже измерения вне сферы государственного регулирования.

Интегрированная схема во ФГИС «АРШИН» может пройти опытную эксплуатацию без дополнительных

финансовых затрат со стороны бюджета РФ. Такой подход постепенного наращивания цифровых возможностей государства, а также обеспечение безопасной работы с большими объемами данных дает возможность дальнейшей цифровой трансформации и перспективной развития системы обеспечения единства измерений в РФ.

**Благодарности:** Автор выражает благодарность генеральному директору ООО «МетролоджиНет» Ирине Сергеевне Родионовой за советы и ценные рекомендации. Также автор глубоко признателен руководителю испытательной лаборатории программного обеспечения ФГБУ «ВНИИМС» к. техн. наук Панькову Андрею Николаевичу за идеи, вдохновение и предоставленные материалы.

**Acknowledgments:** The author expresses his gratitude to Irina Sergeevna Rodionova, General Director of MetrologyNet LLC, for advice and valuable recommendations. The author also expresses his deep appreciation to Pankov Andrey Nikolaevich, Cand. Sci. (Eng.), Head of the software testing laboratory, Federal State Budgetary Institution «VNIIMS», for ideas, inspiration and provided materials.

**Конфликт интересов:** Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

**Conflict of interest:** The authors declare no conflicts of interests.

## СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. The European Metrology cloud / F. Thiel [et al.] // 18th International Congress of Metrology. 2017. P. 09001. <https://doi.org/10.1051/metrology/201709001>
2. Significance and implications of digital transformation in metrology in India / N. Garg [et al.] // Measurement: Sensors. 2021. Vol. 18. P. 100248. <https://doi.org/10.1016/j.measen.2021.100248>
3. Digital twins and cyber–physical systems toward smart manufacturing and Industry 4.0: Correlation and Comparison / F. Tao [et al.] // Engineering. 2019. Vol. 5, № 4. P. 653–661. <https://doi.org/10.1016/j.eng.2019.01.014>
4. *de Groot P. J., Schmidt M.* Metrology & Industry 4.0. PhotonicsViews. 2021. Vol. 18. P. 73–75. <https://doi.org/10.1002/phvs.202100053>
5. *Thiel F.* Digital transformation of legal metrology – The European Metrology Cloud // OIML Bulletin. 2018. Vol. LIX. no. 1. P. 10–21.
6. Всемирный обзор реализации концепции Индустрия 4.0 за 2016 год. М.: PwC, 2016. С. 12. URL: [https://решение-верное.рф/sites/default/files/global\\_industry-2016\\_rus.pdf](https://решение-верное.рф/sites/default/files/global_industry-2016_rus.pdf)
7. *Jay Lee, Hung-An, Kao ShanhuYang.* Service innovation and smart analytics for Industry 4.0 and big data environment // Procedia CIRP. 2014. Vol. 16. P. 3–8. <https://doi.org/10.1016/j.procir.2014.02.001>
8. *Sinitsyn A. A.* Features of the information-analytical system application for estimation the support areas for creation of the results of the intellectual activity of the research and educational institutions // Biotechnology Research Asia. 2014. Vol. 11 № 3. P. 1807–1813.
9. A digital quality infrastructure for Europe: The European metrology cloud / F. Thiel [et al.] // Fachorgan für Wirtschaft und Wissenschaft, Amts- und Mitteilungsblatt der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt Braunschweig und Berlin. 2017. Vol. 127, no. 4. P. 83–97.
10. Stéphane Itasse. USA: Industry 4.0 the American Way <https://www.process-worldwide.com/usa-industry-40-the-american-way-a-536602/>
11. *Hermann M., Pentek T., Otto B.* Design principles for Industrie 4.0 scenarios: A literature review. Dortmund, Germany: Technische Universität Dortmund, 2015. 16 p. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.29269.22248>

12. Grieves M., Vickers J. Digital Twin: Mitigating Unpredictable, Undesirable Emergent Behavior in Complex Systems (Excerpt). 2016. 7 p. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.26367.61609>
13. Grieves M. Digital Twin: Manufacturing excellence through virtual factory replication. 2015. URL: [https://www.researchgate.net/publication/275211047\\_Digital\\_Twin\\_Manufacturing\\_Excellence\\_through\\_Virtual\\_Factory\\_Replication](https://www.researchgate.net/publication/275211047_Digital_Twin_Manufacturing_Excellence_through_Virtual_Factory_Replication)
14. Brettel M., Friederichsen N., Keller M., Rosenberg M. How virtualization, decentralization and network building change the manufacturing landscape: An Industry 4.0 Perspective // *International Journal of Information and Communication Engineering*. 2014. Vol. 8, № 1. P. 37–44. <https://doi.org/10.5281/zenodo.1336426>
15. Юдина М. А. Индустрия 4.0: Перспективы и вызовы для общества // Государственное управление. Электронный вестник. 2017. № 60. С. 197–215.
16. Подвойский Г. Л. Роль новых технологий в экономике XXI века // Мир новой экономики. 2016. № 4. С. 6–15.
17. Ястреб Н. А. Индустрия 4.0: Киберфизические системы и интернет вещей // Человек в технической среде: сборник научных статей. Вологда: Вологодский государственный университет, 2015. С. 136–141.
18. Берновский Ю. Н. Основные методы идентификации объектов // Стандарты и качество. 2000. [сайт]. URL: <https://ria-stk.ru/stq/adetail.php?ID=5817>
19. Иванов Р. Н., Попов А. А. Постановка задачи путей интеграции современных облачных сервисов с концепцией цифровизации и Индустрии 4.0 // Мир измерений. 2020. № 3. С. 36–41.
20. Kahneman D., Tversky A. Prospect theory: An analysis of decision under risk // *Econometrica*. 1979. Vol 47. № 2. P. 263–291. <https://doi.org/10.1017/CBO9780511803475.003>

## REFERENCE

1. Esche M., Toro F. G., Oppermann A., Wetzlich J., Peters D. The European metrology cloud. In: *18th International Congress of Metrology*. 2017;:09001. <https://doi.org/10.1051/metrology/201709001>
2. Garg N., Rab S., Varshney A., Jaiswal S. K., Yadav S. Significance and implications of digital transformation in metrology in India. *Measurement: Sensors*. 2021;18:100248. <https://doi.org/10.1016/j.measen.2021.100248>
3. Tao F., Qi Q., Wang L., Nee A. Y.C. Digital twins and cyber-physical systems toward smart manufacturing and Industry 4.0: Correlation and Comparison. *Engineering*. 2019;5(4): 653–661. <https://doi.org/10.1016/j.eng.2019.01.014>
4. de Groot P. J., Schmidt M. Metrology & Industry 4.0. *PhotonicsViews*. 2021;18:73–75. <https://doi.org/10.1002/phvs.202100053>
5. Thiel F. Digital transformation of legal metrology – The European Metrology Cloud. *OIML Bulletin*. 2018; LIX(1):10–21.
6. Industry 4.0: Building the digital enterprise: 2016 Global Industry 4.0 Survey. Moscow: PwC; 2016. 12 p. Available from: [https://pe-шение-верное.pdf/sites/default/files/global\\_industry-2016\\_rus.pdf](https://pe-шение-верное.pdf/sites/default/files/global_industry-2016_rus.pdf). (In Russ.).
7. Jay Lee, Hung-An, Kao ShanhuYang. Service innovation and smart analytics for Industry 4.0 and big data environment. *Procedia CIRP*. 2014;16:3–8. <https://doi.org/10.1016/j.procir.2014.02.001>
8. Sinityn A. A. Features of the information-analytical system application for estimation the support areas for creation of the results of the intellectual activity of the research and educational institutions. *Biotechnology Research Asia*. 2014;11(3):1807–1813.
9. Thiel F., Esche M., Grasso Toro F., Peters D., Oppermann A., Wetzlich J. [et al.]. A digital quality infrastructure for Europe: The European metrology cloud. *Fachorgan für Wirtschaft und Wissenschaft, Amts- und Mitteilungsblatt der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt Braunschweig und Berlin*. 2017;127(4):83–97.
10. Stéphane Itasse. USA: Industry 4.0 the American way <https://www.process-worldwide.com/usa-industry-40-the-american-way-a-536602/>
11. Hermann M., Pentek T., Otto B. Design principles for Industrie 4.0 scenarios: A literature review. Dortmund, Germany: Technische Universität Dortmund, 2015. 16 p. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.29269.22248>
12. Grieves M., Vickers J. Digital Twin: Mitigating unpredictable, undesirable emergent behavior in complex systems (excerpt). 2016. 7 p. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.26367.61609>
13. Grieves M. Digital Twin: Manufacturing excellence through virtual factory replication. 2015. URL: [https://www.researchgate.net/publication/275211047\\_Digital\\_Twin\\_Manufacturing\\_Excellence\\_through\\_Virtual\\_Factory\\_Replication](https://www.researchgate.net/publication/275211047_Digital_Twin_Manufacturing_Excellence_through_Virtual_Factory_Replication)
14. Brettel M., Friederichsen N., Keller M., Rosenberg M. How virtualization, decentralization and network building change the manufacturing landscape: An Industry 4.0 Perspective. *International Journal of Information and Communication Engineering*. 2014;8(1):37–44. <https://doi.org/10.5281/zenodo.1336426>
15. Yudina M. A. Industry 4.0: Opportunities and Challenges. *E-journal public administration*. 2017;60:197–215. (In Russ.).
16. Podvoisky G. L. Role of new technologies in economy of the 21st century. The world of new economy. 2016;(4):6–15. (In Russ.).
17. Jastreb N. A. Industry 4.0: Cyber-physical systems and the internet of things. In: *Man in the technical environment: a collection of scientific articles*. Vologda: Vologda State University; 2015. p. 136–141.
18. Bernovskij Ju. N. Basic methods of object identification. *Standards and Quality*. Available from: <https://ria-stk.ru/stq/adetail.php?ID=5817>
19. Ivanov R. N., Popov A. A. Setting tasks for the integration of modern cloud services with the digitization concept and industry 4.0. *Mir izmerenij*. 2020;3:36–41. (In Russ.).
20. Kahneman D., Tversky A. Prospect theory: An analysis of decision under risk // *Econometrica*. 1979. Vol 47. № 2. P. 263–291. <https://doi.org/10.1017/CBO9780511803475.003>

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

Создание действующих прототипов изделий высокой сложности – ключевая задача новой экономики. Интервью с Владимиром Пирожковым, президентом Центра промышленного дизайна и инноваций «АстраРосса Дизайн» // WebEconomy.ru [сайт]. URL: <https://webecconomy.ru/index.php?page=cat&cat=mc&mc=208&type=news&p=1&newsid=2685> (дата обращения: 09.09.2022).

The industrial internet Consortium is a global not-for-profit partnership of industry, government and academia // Industrial internet consortium [website]. URL: <http://www.iiconsortium.org/about-us.htm> (дата обращения: 09.09.2022).

МИ 2314–2006 Рекомендация. Государственная система обеспечения единства измерений. Кодификатор групп средств измерений / разработано ФГУП «ВНИИМС». Москва: ВНИИМС, 2006. 190 с. Текст : непосредственный

О национальных целях и стратегических задачах развития Российской Федерации на период до 2024 года: указ Президента Российской Федерации от 7 мая 2018 г. № 204 // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. URL: Дата опубликования: 07.05.2018. Номер опубликования: 0001201805070038.

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. № 170-ФЗ) // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. URL: <http://pravo.gov.ru/proxy/ips/?docbody=&firstDoc=1&lastDoc=1&nd=102122832> (дата обращения: 09.09.2022).

Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений: приказ Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 28.08.2020 № 2906 (в редакции от 13 января 2022 года) // Официальный интернет-портал правовой информации. Дата опубликования: 22.10.2020. Номер опубликования: 0001202010220032.

ITU-T Rec.X.1255 (09/2013) Структура обнаружения информации по управлению определением идентичности // Серия X: Сети передачи данных, взаимосвязь открытых систем и безопасность. Безопасность киберпространства – Управление определением идентичности. [сайт]. Geneva, Switzerland, International Telecommunication Union. 1988. URL: <https://www.itu.int/rec/T-REC-X.1255-201309-I> (дата обращения: 09.09.2022).

Об утверждении Положения о составе сведений о результатах деятельности аккредитованных лиц, об изменениях состава их работников и о компетентности этих работников, об изменениях технической оснащенности, представляемых аккредитованными лицами в Федеральную службу по аккредитации, порядке и сроках представления аккредитованными лицами таких сведений в Федеральную службу по аккредитации: приказ Министерства экономического развития Российской Федерации от 24.10.2020 № 704 // Официальный интернет-портал правовой информации. Дата опубликования: 16.11.2020. Номер опубликования: 0001202011160040.

## ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

**Попов Алексей Анатольевич** – канд. техн. наук, начальник отдела метрологического обеспечения и стандартизации ФБУ «Омский ЦСМ»; доцент кафедры Нефтегазовое дело, стандартизация и метрология ФГАОУ ВО «Омский государственный технический университет». Россия, 644116, г. Омск, ул. 24-я Северная, д. 117-А e-mail: omskmetr@mail.ru

## INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

**Aleksey A. Popov** – Cand. Sci. (Eng.), Head of the Department of metrological support and standardization, FBU «Omsk CSM»; Associate Professor at the Department of Oil and Gas Business, Standardization and Metrology, Omsk State Technical University. 117-A 24th Severnaya St., Omsk, 644116, Russia e-mail: omskmetr@mail.ru

## ■ РЕЕСТР УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ПРЕДСТАВЛЕННЫЙ В РАЗДЕЛЕ ФИФ

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. Сулова

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 на конец 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 11870–2022

##### СО МАССОВОЙ ДОЛИ КИСЛОРОДА И СЕРЫ В МЕДИ (ИСО 8)

**СО предназначен** для аттестации, валидации и верификации методик измерений, контроля точности результатов измерений, установления и контроля стабильности градуировочных характеристик при определении химического состава меди физико-химическими методами.

СО может применяться: для поверки средств измерений при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений; для калибровки средств измерений при условии соответствия его метрологических и технических характеристик требованиям методик калибровки; для испытаний средств измерений и стандартных образцов в целях утверждения типа при условии соответствия его метрологических характеристик требованиям программ испытаний.

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

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля элементов, %  
Материал СО приготовлен из меди, марка которой регламентирована ГОСТ 859-2014, ГОСТ Р 53803–2010, в виде прутков или цилиндров диаметром не более 10 мм, длиной (высотой) не более 100 мм. Материал расфасован в банки с крышками вместимостью не более 100 см<sup>3</sup> по (10–200) г, на которые наклеены этикетки. Банки упакованы в коробки с этикетками.

#### ГСО 11871–2022

##### СО КОНЦЕНТРАТА ЖЕЛЕЗОРУДНОГО ОЛЕНЕГОРСКОГО ГОК (ИСО Р41)

**СО предназначен** для аттестации, валидации и верификации методик измерений, контроля точности результатов измерений, установления и контроля стабильности градуировочных характеристик при определении химического состава концентрата железорудного химическими и физико-химическими методами.

СО может применяться: для поверки средств измерений при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений; для калибровки средств измерений при условии соответствия его метрологических и технических характеристик требованиям методик калибровки; для испытаний средств измерений и стандартных образцов в целях утверждения типа при условии соответствия его метрологических характеристик требованиям программ испытаний.

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

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент

**Аттестованная характеристика СО:** массовой доли компонентов, %  
Материал СО приготовлен из концентрата железорудного Оленегорского ГОК (ТУ 07.10.10.132-001-00186743-2017 «Концентрат железорудный АО «Олкон») в виде порошка крупностью не более 0,1 мм (ГОСТ 15054–80). Материал расфасован по (100–200) г в банки, на которые наклеены этикетки. Банки упакованы в коробки с этикетками.

#### ГСО 11872–2022

##### СО СОСТАВА КОФЕИНА (Кфн СО УНИИМ)

**СО предназначен** для 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 при условии соответствия требованиям методики измерений; аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений массовой доли кофеина в жидких и твердых веществах и материалах.

**Область применения:** охрана окружающей среды, фармацевтическая промышленность, пищевая промышленность, научные исследования, испытания и контроль качества продукции.

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

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля кофеина, %  
Материал СО представляет собой белый кристаллический порошок кофеина. СО поставляются в пластиковых флаконах вместимостью 2 см<sup>3</sup> с защелкивающейся крышкой, содержащих 1 г материала СО. Каждый флакон промаркирован и помещен в полиэтиленовый пакет с ZIP-Lock замком с этикеткой.

#### ГСО 11873–2022

##### СО МАССОВОЙ ДОЛИ ХЛОРА И СЕРЫ В МИНЕРАЛЬНОМ МАСЛЕ (комплект CISM08)

**СО предназначены** для установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик рентгенофлуоресцентных спектрометров (анализаторов); валидации и аттестации методик (методов) измерений массовой доли серы и хлора в минеральном масле; контроля точности результатов измерений при условии соответствия метрологических и технических характеристик стандартных образцов (СО) критериям, установленным в методиках измерений массовой доли серы по ASTM D4294–16e1, ГОСТ Р 51947–2002, ГОСТ 32139–2019 и др., а также в методиках измерений массовой доли хлора по ASTM D4929–19a, ГОСТ Р 52247–2004, ГОСТ Р 52247–2021, ГОСТ 33342–2015 и др. методом рентгенофлуоресцентной спектрометрии.

СО могут применяться: для поверки, калибровки, испытаний рентгенофлуоресцентных спектрометров (анализаторов) при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО обязательным требованиям, установленным в методиках поверки, калибровки и программах испытаний в целях утверждения типа рентгенофлуоресцентных спектрометров (анализаторов); для испытаний СО в целях утверждения типа при условии соответствия метрологических и технических характеристик данных СО критериям, установленным в программах испытаний СО в целях утверждения типа; для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

**Область применения:** нефтехимическая промышленность, научные исследования.

**Способ аттестации** – расчетно-экспериментальный

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля хлора, мг/кг (ppm, млн<sup>-1</sup>); массовая доля серы, мг/кг (ppm, млн<sup>-1</sup>)  
Материалы СО представляют собой калибровочные стандартные образцы (CISM08) ASI Standards в виде смесей ди-н-бутилсульфида (CAS544–40–1) и хлорбензола (CAS108–90–7) в минеральном масле (CAS8042–47–5), расфасованных в запаянные стеклянные ампулы из прозрачного стекла по 5 см<sup>3</sup> или стеклянные флаконы с завинчивающейся крышкой из темного стекла по 7 см<sup>3</sup>, 25 см<sup>3</sup> и 100 см<sup>3</sup>, снабженные этикеткой. Флаконы или ампулы упакованы в картонную коробку или воздушно-пузырчатую пленку. Количество СО в комплекте – 8.

#### ГСО 11874–2022

##### СО МАССОВОЙ ДОЛИ ХЛОРА И СЕРЫ В МИНЕРАЛЬНОМ МАСЛЕ (CISM08–8)

**СО предназначен** для установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик рентгенофлуоресцентных спектрометров (анализаторов); валидации и аттестации методик (методов) измерений массовой доли серы и хлора в минеральном масле; контроля точности результатов измерений при условии соответствия метрологических и технических характеристик стандартного образца (СО) критериям, установленным в методиках измерений массовой доли серы по ASTM D4294–16e1, ГОСТ Р 51947–2002, ГОСТ 32139–2019 и др., а также в методиках измерений массовой доли хлора по ASTM D4929–19a, ГОСТ Р 52247–2004, ГОСТ Р 52247–2021, ГОСТ 33342–2015 и др. методом рентгенофлуоресцентной спектрометрии.

СО может применяться: для поверки, калибровки, испытаний рентгенофлуоресцентных спектрометров (анализаторов) при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО обязательным требованиям, установленным в методиках поверки, калибровки и программах испытаний в целях утверждения типа рентгенофлуоресцентных спектрометров (анализаторов); для испытаний СО в целях утверждения типа при условии соответствия метрологических и технических характеристик данных СО критериям, установленным в программах испытаний СО в целях утверждения типа; для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

**Область применения:** нефтехимическая промышленность, научные исследования.

**Способ аттестации** – расчетно-экспериментальный

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля хлора, мг/кг (ppm, млн<sup>-1</sup>); массовая доля серы, мг/кг (ppm, млн<sup>-1</sup>)

Материал СО представляет собой калибровочный стандартный образец (CISM08) ASI Standards в виде смеси ди-н-бутилсульфида (CAS544–40–1) и хлорбензола (CAS108–90–7) в минеральном масле (CAS8042–47–5), расфасованной в запаянные стеклянные ампулы из прозрачного стекла по 5 см<sup>3</sup> или стеклянные флаконы с завинчивающейся крышкой из темного стекла по 7 см<sup>3</sup>, 25 см<sup>3</sup> и 100 см<sup>3</sup>, снабженные этикеткой. Флаконы или ампулы упакованы в картонную коробку или воздушно-пузырчатую пленку.

#### ГСО 11875–2022/ ГСО 11880–2022

##### СО ЧУГУНОВ ЛЕГИРОВАННЫХ ТИПОВ ЧН2Х, ЧНХМДШ, ЧНХМД, ЧХ2, ЧХ1, ЧНХТ (набор ИСО ЧГ35/1 – ИСО ЧГ40/1)

**СО предназначены** для аттестации, валидации и верификации методик измерений, контроля точности результатов измерений, установления и контроля стабильности градуировочных характеристик при определении состава чугунов спектральными методами.

СО могут применяться: для поверки средств измерений при условии их соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений; для калибровки средств измерений при условии соответствия их метрологических и технических характеристик требованиям методик калибровки; для испытаний средств измерений и стандартных образцов в целях утверждения типа при условии соответствия их метрологических характеристик требованиям программ испытаний.

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

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

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля элементов, %

Материал СО приготовлен из чугунов легированных типов ЧН2Х, ЧНХМДШ, ЧНХМД, ЧХ2, ЧХ1, ЧНХТ (ГОСТ 7769–82) в виде дисков с двумя рабочими поверхностями диаметром (36–40) мм, высотой (16–20) мм (ГОСТ 7565–81, ГОСТ Р ИСО 14284–2009). Набор ИСО ЧГ35/1 – ИСО ЧГ40/1 состоит из шести типов стандартных образцов.

#### ГСО 11881–2022

##### СО СОСТАВА ОТРАБОТАННОГО АВТОМОБИЛЬНОГО НЕЙТРАЛИЗАТОРА (СО АН-3)

**СО предназначен** для аттестации методик измерений, применяемых при определении массовой доли платины, палладия и родия в отработанных автомобильных нейтрализаторах; контроля точности результатов измерений, выполненных по методикам измерений при определении массовой доли платины, палладия и родия в отработанных автомобильных нейтрализаторах.

СО может быть использован: для поверки СИ, при условии их соответствия обязательным требованиям, установленным в методиках поверки СИ; для испытаний СИ и СО в целях утверждения типа, при

условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в программах испытаний СИ и СО в целях утверждения типа; 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 платины, палладия, родия, %

Материал СО изготовлен на ОАО «Красцветмет» из отработанного автомобильного нейтрализатора (партия 21Л06441, А070216–01). СО представляет собой порошок, крупностью не более 0,1 мм, расфасованный массой не менее 50,0 г. в полиэтиленовые банки с завинчивающимися крышками, на которые наклеены этикетки.

#### ГСО 11882–2022

##### СО СОСТАВА ГЛИКЛАЗИДА (НЦСО-Гликлазид)

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

СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений 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 гликлазида, %  
СО представляет собой субстанцию гликлазида (1-[Гексагидроциклопента[с]пиррол-1(2Н)-ил]-3-[(4-метилфенил)сульфонил] мочевины, C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S), белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 200 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

#### ГСО 11883–2022

##### СО СОСТАВА ПИРИДОКСИНА ГИДРОХЛОРИДА (НЦСО-Пиридоксин)

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

СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений 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 пиридоксина гидрохлорида, %  
СО представляет собой субстанцию пиридоксина гидрохлорида (4,5-Бис(гидроксиметил)-2-метилпиридин-3-ола гидрохлорид, C<sub>8</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>3</sub>·HCl), белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 200 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

#### ГСО 11884–2022

##### СО СОСТАВА АРАБИНОЗЫ (Арабиноза СО УНИИМ)

**СО предназначен** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли D(–)-арабинозы как основного компонента в сырье, так и в составе пищевых продуктов, продовольственного сырья и фармацевтических препаратов. СО может использоваться для: поверки средств измерений при условии их соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик калибровки; установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик измерений; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа; других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям процедур метрологического контроля; идентификации D(–)-арабинозы в веществах и материалах.

**Область применения:** химическая, фармацевтическая, пищевая промышленность, научные исследования.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений  
**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля D(–)-арабинозы, % СО представляет собой белый кристаллический порошок D(–)-арабинозы, расфасованный по (2–10) г по требованию заказчиков в стеклянные флаконы с герметичными крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой помещается в картонную коробку или запаивается во влагонепроницаемый пакет из полиэтилена.

#### ГСО 11885–2022

##### СО СОСТАВА МАННОЗЫ (Манноза СО УНИИМ)

**СО предназначен** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли D(+)-маннозы как основного компонента в сырье, так и в составе пищевых продуктов, продовольственного сырья и фармацевтических препаратов. СО может использоваться для: поверки средств измерений при условии их соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик калибровки; установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик измерений; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа; других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям процедур метрологического контроля; идентификации D(+)-маннозы в веществах и материалах.

**Область применения:** химическая, фармацевтическая, пищевая промышленность, научные исследования.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений  
**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля D(+)-маннозы, % СО представляет собой белый кристаллический порошок D(+)-маннозы, расфасованный по (2–10) г по требованию заказчиков в стеклянные флаконы с герметичными крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой, помещается в картонную коробку или запаивается во влагонепроницаемый пакет из полиэтилена.

#### ГСО 11886–2022

##### СО СОСТАВА САХАРОЗЫ (Сахароза СО УНИИМ)

**СО предназначен** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли сахарозы как

основного компонента в сырье, так и в составе пищевых продуктов, продовольственного сырья и фармацевтических препаратов. СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики калибровки; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа; других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; идентификации сахарозы в веществах и материалах.

**Область применения:** химическая, фармацевтическая, пищевая промышленность, научные исследования.

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

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля сахарозы, % СО представляет собой белый кристаллический порошок сахарозы, расфасованный по (2–10) г по требованию заказчиков в стеклянные флаконы с герметичными крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой, помещается в картонную коробку или запаивается во влагонепроницаемый пакет из полиэтилена.

#### ГСО 11887–2022

##### СО МАКСИМАЛЬНОЙ ВЫСОТЫ НЕКОПЯЩЕГО ПЛАМЕНИ НЕФТЕПРОДУКТОВ (МВНП-СХ)

**СО предназначен** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений максимальной высоты некоптящего пламени нефтепродуктов по ГОСТ 4338–91, ГОСТ Р 53718–2009, ISO 3014:1993 и ASTM D1322–19.

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

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент

**Аттестованная характеристика СО:** максимальная высота некоптящего пламени, мм

СО представляет собой смесь толуола (ч. д. а. по ГОСТ 5789–78) и изооктана (эталонный по ГОСТ 12433–83), разлитую в стеклянные флаконы с этикеткой, объем материала во флаконе не менее 50 см<sup>3</sup>.

#### ГСО 11888–2022

##### СО МАССОВОЙ ДОЛИ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ В ДИЗЕЛЬНОМ ТОПЛИВЕ (АУДТ-СХ)

**СО предназначен** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли ароматических углеводородов в дизельном топливе и в средних дистиллятах, выкипаемых по ГОСТ Р ЕН 12916–2008 и ГОСТ ЕН12916–2012.

**Область применения:** нефтяная, нефтеперерабатывающая, нефтехимическая, газовая отрасли промышленности.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля моноароматических углеводородов (МАУ), диароматических углеводородов (ДАУ), три+ароматических углеводородов (Т+АУ), полициклических ароматических углеводородов (ПОЛИ-АУ) и суммарная массовая доля ароматических углеводородов (МАУ, ДАУ, Т+АУ), %

СО представляет собой смесь орто-ксилола, нафталина, фенантрена и пирена с дизельным топливом по ГОСТ 32511–2013, расфасованную в стеклянные или полимерные флаконы с уплотнительной пробкой и завинчивающейся крышкой или в стеклянные вials или запаиваемые в стеклянные ампулы. Объем материала не менее 2 см<sup>3</sup>.

#### ГСО 11889–2022

##### СО ТЕМПЕРАТУРЫ ПОМУТНЕНИЯ НЕФТЕПРОДУКТОВ (ТПМТ-СХ)

**СО предназначен** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений температуры помутнения

нефтепродуктов по ГОСТ 5066–2018, ISO 3013:1997, ASTM D2500–17а.  
**Область применения:** нефтедобывающая и нефтеперерабатывающая, химическая промышленности.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент

**Аттестованная характеристика СО:** температура помутнения, °С  
СО представляет собой дизельное топливо по ГОСТ Р 52368–2005, расфасованное в стеклянные или полимерные флаконы, снабженные полиэтиленовыми пробками, закручивающимися крышками и этикетками. Объем материала СО во флаконе составляет не менее 30 см<sup>3</sup>.

#### ГСО 11890–2022/ ГСО 11896–2022

##### СО ТЕМПЕРАТУРЫ И УДЕЛЬНОЙ ЭНТАЛЬПИИ ФАЗОВЫХ ПЕРЕХОДОВ МЕТАЛЛОВ И СОЛЕЙ МЕТАЛЛОВ (набор СО СОТСФ-2)

**СО предназначены** для аттестации методик (методов) измерений и контроля точности результатов измерений температуры и энтальпии фазовых переходов в металлах, солях металлов, оксидов металлов, полимерных материалов, органических и неорганических веществ.

СО могут применяться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики установок и средств измерений (СИ) термического анализа при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик измерений; поверки и калибровки установок и СИ термического анализа при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в методиках поверки и калибровки средств измерений; контроля метрологических характеристик установок и приборов термического анализа при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

**Область применения:** метрологический надзор, химическая промышленность, научные исследования.

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

**Аттестованная характеристика СО:** температура фазового перехода, К (°С); удельная энтальпия фазового перехода, кДж/кг

СО представляют собой высокочистые вещества (сульфат серебра, хлорид цезия, карбонат бария, висмут, алюминий, серебро или золото) с массовой долей основного вещества от 99,9 % до 99,999 % в виде: порошка (СО с индексами СО СОТСФ-2 – Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, СО СОТСФ-2 – CsCl и СО СОТСФ-2 – BaCO<sub>3</sub>); кусочков произвольной формы, фольги с габаритными размерами (длина/ширина/высота) от 1 до 20 мм или проволоки диаметром 0,5 или 1,0 мм (СО с индексами СО СОТСФ-2 – Bi, СО СОТСФ-2 – Al, СО СОТСФ-2 – Ag и СО СОТСФ-2 – Au). Каждый экземпляр СО расфасован по 0,4 г, 0,5 г, 1,0 г либо 2,0 г в стеклянные виалы с закручивающимися крышками. Количество типов СО в наборе – 7.

#### ГСО 11897–2022

##### СО СОСТАВА АМЛОДИПИНА БЕЗИЛАТА (НЦСО-Амлодипин)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли основного вещества в субстанции амлодипина безилата, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит амлодипина безилат. СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений 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 амлодипина безилата, %

СО представляет собой субстанцию амлодипина безилата (5-Метил-3-этил(4RS)-2-[(2-аминоэтокси)метил]-6-метил-4-(2-хлорфенил)-1,4-дигидропиридин-3,5-дикарбоксилата) бензолсульфонат C<sub>20</sub>H<sub>25</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>5</sub>·C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub>S), белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 350 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

#### ГСО 11898–2022

##### СО СОСТАВА АТОРВАСТАТИНА КАЛЬЦИЯ ТРИГИДРАТА (НЦСО-Аторвастатин)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли аторвастатина кальция в субстанциях, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит аторвастатин кальция.

СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений 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 аторвастатина кальция, %

СО представляет собой субстанцию аторвастатина кальция тригидрата (БИС[(3R,5R)-3,5-дигидрокси-7-[5-(пропан-2-ил)-3-фенил-4-(фенилкарбамоил)-2-(4-фторфенил)-1Н-пиррол-1-ил]гептаноат] кальция, тригидрат, C<sub>66</sub>H<sub>68</sub>CaF<sub>2</sub>N<sub>4</sub>O<sub>10</sub>·3H<sub>2</sub>O) белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 150 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

#### ГСО 11899–2022

##### СО СОСТАВА ЛАМИВУДИНА (НЦСО-Ламивудин)

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

СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений 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 ламивудина, %  
СО представляет собой субстанцию ламивудина (4-Амино-1-[(2R,5S)-2-(гидроксиметил)-1,3-оксатиолан-5-ил]пиримидин-2(1H)-он C<sub>8</sub>H<sub>11</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S), белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 200 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

#### ГСО 11900–2022

##### СО СОСТАВА ПРОКАИНА ГИДРОХЛОРИДА (НЦСО-Прокаин)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли основного

вещества в субстанции прокаина гидрохлорида, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит прокаина гидрохлорид.

СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений 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 прокаина гидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию прокаина гидрохлорида ([2-(Диэтиламино)этил]-4-аминобензоата гидрохлорид,  $C_{13}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$ ), белый или почти белый кристаллический порошок или бесцветные кристаллы, расфасованные по 200 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

#### ГСО 11901-2022

##### СО СОСТАВА ТРИМЕТАЗИДИНА ДИГИДРОХЛОРИДА (НЦСО-Триметазидин)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли триметазида дигидрохлорида в субстанциях, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит триметазида дигидрохлорид. СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений 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 триметазида дигидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию триметазида дигидрохлорида (1-[(2,3,4-триметоксифенил) метил] пиперазин в виде дигидрохлорида,  $C_{14}H_{24}Cl_2N_2O_5$ ) белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 200 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

#### ГСО 11902-2022

##### СО СОСТАВА УМИФЕНОВИРА ГИДРОХЛОРИДА МОНОГИДРАТА (НЦСО-Умифеновир)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли умифеновира гидрохлорида в субстанции, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит умифеновира гидрохлорид моногидрат. СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений 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 умифеновира гидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию умифеновира гидрохлорида моногидрата (Этил[6-бром-5-гидрокси-4-[(диметиламино)метил]-1-метил-2-[(фенилсульфанил)метил]индол-3-карбоксилата] гидрохлорид моногидрат,  $C_{22}H_{25}BrN_2O_3S \cdot HCl \cdot H_2O$ ), белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 200 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

#### ГСО 11903-2022

##### СО СОСТАВА ФАВИПИРАВИРА (НЦСО-Фавипиравир)

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

СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений 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 фавипиравира, %  
СО представляет собой субстанцию фавипиравира (6-фторо-3-гидрокси-4-пиридин-2-карбоксамид,  $C_8H_7FN_3O_2$ ), кристаллический порошок от белого до светло-желтого цвета, расфасованный по 200 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

#### ГСО 11904-2022/ГСО 11907-2022

##### СО НИЗШЕЙ ОБЪЕМНОЙ ЭНЕРГИИ СГОРАНИЯ ГАЗОВ (набор НОЭС-ГС-ВНИИМ)

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

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

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

**Аттестованная характеристика СО:** низшая объемная энергия сгорания, МДж/м<sup>3</sup>

СО представляет собой газовую смесь в баллоне с вентилями вместимостью (4–40) дм<sup>3</sup> под давлением (0,5–15) МПа. СО изготовлен на основе государственного стандартного образца состава газовой смеси в баллоне под давлением, соответствующего требованиям ГОСТ Р 8.976-2019. СО содержит один или более компонентов в любых сочетаниях (метан (CH<sub>4</sub>), этан (C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>), этилен (C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>), пропан (C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>), оксид углерода (CO), водород (H<sub>2</sub>), n-бутан (n-C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>), изобутан (i-C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>),

аргон (Ar), диоксид углерода (CO<sub>2</sub>), гелий (He), азот (N<sub>2</sub>). Количество типов СО в наборе – 4 шт.

#### ГСО 11908-2022

##### СО СОСТАВА И СВОЙСТВ УГЛЯ КАМЕННОГО МАРКИ Г (СО-50)

**СО предназначен** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений состава и свойств угля каменного марки Г (ГОСТ 25543–2013) и других близких по составу объектов (лигнитов, бурых и каменных углей, антрацитов, горючих сланцев, продуктов обогащения и переработки угля, брикетов, кокса, полукокса, термоантрацитов, торфа, породных прослоек, сопровождающих пласты угля).

СО может применяться для: проверки средств измерений, при условии соответствия стандартного образца обязательным требованиям, установленным в методиках проверки средств измерений; установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений.

**Область применения:** геология, угольная промышленность, охрана окружающей среды.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент

**Аттестованная характеристика СО:** зольность, %; массовая доля серы общей, %; выход летучих веществ, %; массовая доля фосфора, %; высшая теплота сгорания, МДж/кг, ккал/кг

Материал СО изготовлен из угля каменного марки Г (ГОСТ 25543–2013), отобранного на Ерунаковском месторождении Кузбасса. СО представляет собой порошок с крупностью частиц не более 0,2 мм, расфасованный по 80 г в герметично закрывающиеся полиэтиленовые флаконы, на которые наклеены этикетки.

#### ГСО 11909-2022

##### СО СОСТАВА И СВОЙСТВ УГЛЯ КАМЕННОГО МАРКИ Д (СО-51)

**СО предназначен** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений состава и свойств угля каменного марки Д (ГОСТ 25543–2013) и других близких по составу объектов (лигнитов, бурых и каменных углей, антрацитов, горючих сланцев, продуктов обогащения и переработки угля, брикетов, кокса, полукокса, термоантрацитов, торфа, породных прослоек, сопровождающих пласты угля).

СО может применяться для: проверки средств измерений, при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в методиках проверки средств измерений; установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений.

**Область применения:** геология, угольная промышленность, охрана окружающей среды.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент

**Аттестованная характеристика СО:** зольность, %; массовая доля серы общей, %; массовая доля фосфора, %

Материал СО изготовлен из угля каменного марки Д (ГОСТ 25543–2013). СО представляет собой порошок с крупностью частиц не более 0,2 мм, расфасованный по 80 г в герметично закрывающиеся полиэтиленовые флаконы, на которые наклеены этикетки.

#### ГСО 11910-2022

##### СО СОСТАВА И СВОЙСТВ УГЛЯ КАМЕННОГО МАРКИ А (СО-52)

**СО предназначен** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений состава и свойств угля каменного марки А (ГОСТ 25543–2013) и других близких по составу объектов (лигнитов, бурых и каменных углей, антрацитов, горючих сланцев, продуктов обогащения и переработки угля, брикетов, кокса, полукокса, термоантрацитов, торфа, породных прослоек, сопровождающих пласты угля).

СО может применяться для: проверки средств измерений, при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в методиках проверки средств измерений; установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений.

**Область применения:** геология, угольная промышленность, охрана окружающей среды.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент

**Аттестованная характеристика СО:** зольность, %; массовая доля серы общей, %; массовая доля фосфора, %; высшая теплота сгорания, МДж/кг, ккал/кг

Материал СО изготовлен из угля каменного марки А (ГОСТ 25543–2013), отобранного на Горловском месторождении Новосибирской области. СО представляет собой порошок с крупностью частиц не более 0,2 мм, расфасованный по 80 г в герметично закрывающиеся полиэтиленовые флаконы, на которые наклеены этикетки.

#### ГСО 11911-2022

##### СО СОСТАВА И СВОЙСТВ УГЛЯ КАМЕННОГО МАРКИ ОС (СО-53)

**СО предназначен** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений состава и свойств угля каменного марки ОС (ГОСТ 25543–2013) и других близких по составу объектов (лигнитов, бурых и каменных углей, антрацитов, горючих сланцев, продуктов обогащения и переработки угля, брикетов, кокса, полукокса, термоантрацитов, торфа, породных прослоек, сопровождающих пласты угля).

СО может применяться для: проверки средств измерений, при условии соответствия стандартного образца обязательным требованиям, установленным в методиках проверки средств измерений; установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений.

**Область применения:** геология, угольная промышленность, охрана окружающей среды.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент

**Аттестованная характеристика СО:** зольность, %; массовая доля серы общей, %; выход летучих веществ, %; массовая доля водорода общего, %; высшая теплота сгорания, МДж/кг, ккал/кг

Материал СО изготовлен из угля каменного марки ОС (ГОСТ 25543–2013), отобранного на Томусинском разрезе г. Междуреченска. СО представляет собой порошок с крупностью частиц не более 0,2 мм, расфасованный по 80 г в герметично закрывающиеся полиэтиленовые флаконы, на которые наклеены этикетки.

#### ГСО 11912-2022

##### СО СОСТАВА МОНОКАЛЬЦИЙФОСФАТА (СО-БФ АП-МКФ)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений массовой доли компонента в фосфатах обесфторенных кормовых (монокальцийфосфате).

**Область применения:** сельское хозяйство, химическая промышленность.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля компонентов, % СО представляет собой порошок монокальцийфосфата с размерами частиц не более 0,25 мм. Материал СО расфасован по 50 г, 100 г, 200 г в герметично запаиваемые полиэтиленовые пакеты и (или) в стеклянные (пластмассовые) банки с завинчивающимися крышками.

#### ГСО 11913-2022

##### СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ СВИНЦА В БЕНЗИНАХ (КСБ-2)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений массовой концентрации свинца в автомобильных и авиационных бензинах методом атомно-абсорбционной спектрометрии.

**Область применения:** нефтеперерабатывающая и другие отрасли промышленности, связанные с контролем качества бензинов.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент

**Аттестованная характеристика СО:** массовая концентрация свинца, мг/дм<sup>3</sup>

СО представляет собой смесь изооктана эталонного и раствора свинца в органическом растворителе (CONOSTAN®), расфасованную в виалу. Объем экземпляра СО в виале – 11 см<sup>3</sup>. СО является аналогом ГСО 9312–2009.

#### ГСО 11914–2022

##### СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ СВИНЦА В БЕНЗИНАХ (КСБ-3)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений массовой концентрации свинца в автомобильных и авиационных бензинах методом атомно-абсорбционной спектрометрии.

**Область применения:** нефтеперерабатывающая и другие отрасли промышленности, связанные с контролем качества бензинов.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент

**Аттестованная характеристика СО:** массовая концентрация свинца, мг/дм<sup>3</sup>

СО представляет собой смесь изооктана эталонного и раствора свинца в органическом растворителе (CONOSTAN®), расфасованную в виалу. Объем экземпляра СО в виале – 11 см<sup>3</sup>. СО является аналогом ГСО 9313–2009.

#### ГСО 11915–2022

##### СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ СВИНЦА В БЕНЗИНАХ (КСБ-4)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений массовой концентрации свинца в автомобильных и авиационных бензинах методом атомно-абсорбционной спектрометрии.

**Область применения:** нефтеперерабатывающая и другие отрасли промышленности, связанные с контролем качества бензинов.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент

**Аттестованная характеристика СО:** массовая концентрация свинца, мг/дм<sup>3</sup>

СО представляет собой смесь изооктана эталонного и раствора свинца в органическом растворителе (CONOSTAN®), расфасованную в виалу. Объем экземпляра СО в виале – 11 см<sup>3</sup>. СО является аналогом ГСО 9314–2009.

#### ГСО 11916–2022

##### СО ЛЕГИРОВАННОЙ ТИПА 110Г13Л (ИСО ЛГ53/2)

**СО предназначен** для аттестации, валидации и верификации методик измерений, контроля точности результатов измерений, установления и контроля стабильности градуировочных характеристик при определении состава сталей легированных спектральными методами.

СО может применяться: для поверки средств измерений при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений; для калибровки средств измерений при условии соответствия его метрологических и технических характеристик требованиям методик калибровки; для испытаний средств измерений и стандартных образцов в целях утверждения типа при условии соответствия его метрологических характеристик требованиям программ испытаний.

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

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

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля элементов, %  
Материал СО приготовлен из стали легированной типа 110Г13Л (ГОСТ 977–88, ГОСТ 21357–87) в виде дисков диаметром (38–40) мм, высотой (16–20) мм (ГОСТ 7565–81, ГОСТ Р ИСО 14284–2009).

#### ГСО 11917–2022

##### СО СОСТАВА МОЧЕВОЙ КИСЛОТЫ (МК-ВНИИМ)

**СО предназначен** для воспроизведения, хранения и передачи единицы массовой доли мочевой кислоты от ГЭТ 208 вторичным и рабочим эталонам; контроля метрологических характеристик при проведении испытаний, калибровки СИ, в том числе для утверждения типа; испытаний стандартных образцов, в том числе в целях утверждения типа и другие виды метрологических работ.

**Область применения:** химическая и фармацевтическая промышленность, научные исследования.

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

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля мочевой кислоты, %

Стандартный образец (далее – СО) представляет собой чистое органическое вещество – мочевая кислота, расфасованное по (2,0±0,2) г во флаконы из темного прозрачного стекла номинальным объемом 4 см<sup>3</sup>, снабженные этикеткой.

#### ГСО 11918–2022

##### СО СОСТАВА МОЧЕВИНЫ (МЧ-ВНИИМ)

**СО предназначен** для воспроизведения, хранения и передачи единицы массовой доли мочевины от ГЭТ 208 вторичным и рабочим эталонам; контроля метрологических характеристик при проведении испытаний, калибровки СИ, в том числе для утверждения типа; испытаний стандартных образцов, в том числе в целях утверждения типа и другие виды метрологических работ.

**Область применения:** химическая и фармацевтическая продукция, научные исследования.

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

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля мочевины, %

Стандартный образец (далее – СО) представляет собой чистое органическое вещество – мочевина, расфасованное по (2,0±0,2) г во флаконы из темного прозрачного стекла номинальным объемом 4 см<sup>3</sup>, снабженные этикетками.

#### ГСО 11919–2022

##### СО СОСТАВА ЛИДОКАИНА ГИДРОХЛОРИДА МОНОГИДРАТА (МЗ3-038)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли лидокаина гидрохлорида в материалах и лекарственных средствах.

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

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

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений  
**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля лидокаина гидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию лидокаина гидрохлорида моногидрата, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 250 мг до 500 мг, по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см<sup>3</sup> с обжимными колпачками. Каждый флакон снабжается этикеткой с указанием идентификационного номера экземпляра, помещается в zip-пакет, снабженный этикеткой, оформленной согласно требованиям ГОСТ Р 8.691–2010.

#### ГСО 11920–2022

##### СО СОСТАВА ПРЕГАБАЛИНА (МЗ3-032)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли прегабалина в материалах и лекарственных средствах.

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

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

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений  
**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля прегабалина, % СО представляет собой субстанцию прегабалина, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 250 мг до 500 мг, по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см<sup>3</sup> с обжимными колпачками. Каждый флакон снабжается этикеткой с указанием идентификационного номера экземпляра, помещается в zip-пакет, снабженный этикеткой, оформленной согласно требованиям ГОСТ Р 8.691-2010.

#### ГСО 11921-2022

##### СО СОСТАВА КАТОДНОГО ОСАДКА (СО КО-2022)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений массовой доли золота, серебра, железа, меди и никеля в катодном осадке; аттестации методик измерений, применяемых при определении массовой доли золота, серебра, железа, меди и никеля в катодном осадке.

СО может быть использован: для установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений (СИ), применяемых при определении массовой доли золота, серебра, железа, меди и никеля в катодном осадке, при условии соответствия требованиям методик измерений; 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 золота, серебра, железа, меди и никеля, % (в пересчете на высушенный материал СО при температуре (105±5) °С в течение 1 часа)

Материал СО изготовлен ОАО «Красцветмет» из катодного осадка партии А076989–02 проба 21ГО8727 (ООО «Ресурсы Албазино»). СО представляет собой порошок размером частиц не более 0,063 мм, расфасованный массой от 30 г до 100 г в полиэтиленовые банки с завинчивающимися крышками, на которые наклеены этикетки.

#### ГСО 11922-2022

##### СО СОСТАВА НАСЫЩЕННОГО АКТИВИРОВАННОГО УГЛЯ (СО НАУ/1-2022)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений массовой доли золота, серебра в насыщенном активированном угле; аттестации методик измерений, применяемых при определении массовой доли золота, серебра в насыщенном активированном угле. СО может быть использован: для установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений (СИ), применяемых при определении массовой доли золота, серебра в насыщенном активированном угле, при условии соответствия требованиям методик измерений; 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 золота, серебра, % (мг/г) в пересчете на высушенный материал СО при температуре (105±5) °С в течение 1 часа

Материал СО изготовлен ОАО «Красцветмет» из активированного угля, насыщенного благородными металлами (партия А076989–01 проба 21ГО8763 (ООО «Ресурсы Албазино»). СО представляет собой порошок размером частиц не более 0,063 мм, расфасованный

массой от 30 до 500 г в полиэтиленовые банки с завинчивающимися крышками, на которые наклеены этикетки.

#### ГСО 11923-2022

##### СО СОСТАВА МЕЛЬДОНИЯ ДИГИДРАТА (МЗЗ-035)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли мельдония в материалах и лекарственных средствах.

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

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

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля мельдония, % СО представляет собой субстанцию мельдония дигидрата, белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 100 мг до 250 мг, по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см<sup>3</sup> с обжимными колпачками. Каждый флакон снабжается этикеткой с указанием идентификационного номера экземпляра, помещается в zip-пакет, снабженный этикеткой, оформленной согласно требованиям ГОСТ Р 8.691-2010.

#### ГСО 11924-2022

##### СО СОСТАВА МЕТОКЛОПРАМИДА ГИДРОХЛОРИДА МОНОГИДРАТА (МЗЗ-039)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли метоклопрамида гидрохлорида в материалах и лекарственных средствах.

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

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

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля метоклопрамида гидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию метоклопрамида гидрохлорида, белый или почти белый кристаллический порошок или кристаллы, расфасованные массой от 250 мг до 500 мг, по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см<sup>3</sup> с обжимными колпачками. Каждый флакон снабжается этикеткой с указанием идентификационного номера экземпляра, помещается в zip-пакет, снабженный этикеткой, оформленной согласно требованиям ГОСТ Р 8.691-2010.

#### ГСО 11925-2022

##### СО СОСТАВА МЕЛОКСИКАМА (МЗЗ-040)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли мелоксикама в материалах и лекарственных средствах.

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

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

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля мелоксикама, % СО представляет собой субстанцию мелоксикама, светло-желтый кристаллический порошок, расфасованный массой от 250 мг

до 500 мг, по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см<sup>3</sup> с обжимными колпачками. Каждый флакон снабжается этикеткой с указанием идентификационного номера экземпляра, помещается в zip-пакет, снабженный этикеткой, оформленной согласно требованиям ГОСТ Р 8.691-2010.

#### ГСО 11926-2022

##### СО СОСТАВА МЕТОПРОЛОЛА ТАРТРАТА (МЗЗ-042)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли метопролола тартрата в материалах и лекарственных средствах.

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

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

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений  
**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля метопролола тартрата, %

СО представляет собой субстанцию метопролола тартрата, кристаллический порошок белого цвета или бесцветные кристаллы, расфасованные массой от 250 мг до 500 мг, по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см<sup>3</sup> с обжимными колпачками. Каждый флакон снабжается этикеткой с указанием идентификационного номера экземпляра, помещается в zip-пакет, снабженный этикеткой, оформленной согласно требованиям ГОСТ Р 8.691-2010.

#### ГСО 11927-2022

##### СО СОСТАВА МЕТФОРМИНА ГИДРОХЛОРИДА (МЗЗ-043)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли метформина гидрохлорида в материалах и лекарственных средствах.

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

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

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений  
**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля метформина гидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию метформина гидрохлорида, белый или почти белый кристаллический порошок или кристаллы, расфасованные массой от 250 мг до 500 мг, по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см<sup>3</sup> с обжимными колпачками. Каждый флакон снабжается этикеткой с указанием идентификационного номера экземпляра, помещается в zip-пакет, снабженный этикеткой, оформленной согласно требованиям ГОСТ Р 8.691-2010.

#### ГСО 11928-2022/ ГСО 11929-2022

##### СО ТЕМПЕРАТУРЫ ФАЗОВЫХ ПЕРЕХОДОВ (набор СО ТПКР)

**СО предназначены** для аттестации методик (методов) измерений и контроля точности результатов измерений температуры фазовых переходов в металлах, солях металлов, оксидах металлов, полимерных материалах, органических и неорганических веществах. СО могут применяться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики установок и средств измерений (СИ) термического анализа при соответствии метрологических характеристик стандартных образцов требованиям методик измерений; проверки и калибровки установок и СИ термического анализа при условии их соответствия обязательным требованиям, установленным в методиках проверки и калибровки СИ; контроля

метрологических характеристик установок и СИ термического анализа при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

**Область применения:** метрологический надзор, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений

**Аттестованная характеристика СО:** температура плавления, К (°С)

СО представляют собой порошок вещества с массовой долей основного компонента (98,0–98,5) %, расфасованный по 5,0 г в стеклянные вials с завинчивающимися крышками и этикетками. Набор состоит из двух типов СО. Материал СО: ГСО 11928-2022 – ацетат натрия безводный (C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>O<sub>2</sub>Na); ГСО 11929-2022 – метансульфонат натрия (CH<sub>3</sub>NaO<sub>3</sub>S).

#### ГСО 11930-2022

##### СО ИЗОТОПНОГО СОСТАВА РАСТВОРА МЕДИ (Cu<sup>65</sup>)

**СО предназначен** для хранения и передачи единиц массовой доли Cu и атомной доли его изотопов в целях выполнения калибровки, проверки, испытаний СО и СИ в целях утверждения типа.

**Область применения:** экология, медицина, геохимия, пищевая промышленность.

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

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля меди, %; атомная доля изотопов меди, %

СО представляет собой раствор высокочистой меди, обогащенного изотопом Cu<sup>65</sup> в 2 % азотной кислоте, расфасованный во флаконы HDPE номинальной вместимостью 30 см<sup>3</sup> с завинчивающимися крышками. Объем СО во флаконе – не менее 25 см<sup>3</sup>. На каждый экземпляр СО наклеивается этикетка.

#### ГСО 11931-2022

##### СО ИЗОТОПНОГО СОСТАВА РАСТВОРА МЕДИ (Cu<sup>65</sup>-10)

**СО предназначен** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли меди и атомной доли изотопов меди в растворах, содержащих медь; проверки, калибровки средств измерений, а также контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа.

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

**Область применения:** экология, медицина, геохимия, пищевая промышленность.

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

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля меди, %; атомная доля изотопов меди Cu<sup>63</sup> и Cu<sup>65</sup>, %

СО представляет собой раствор высокочистой меди, обогащенной изотопом Cu<sup>65</sup>, в 2 % азотной кислоте. Раствор расфасован в полиэтиленовые флаконы с завинчивающимися крышками. Объем СО во флаконе – не менее 25 см<sup>3</sup>. На каждый экземпляр СО наклеивается этикетка.

#### ГСО 11932-2022

##### СО ИЗОТОПНОГО СОСТАВА РАСТВОРА ЦИНКА (Zn<sup>68</sup>)

**СО предназначен** для хранения и передачи единиц массовой доли Zn и атомной доли его изотопов в целях выполнения калибровки, проверки, испытаний СО и СИ в целях утверждения типа.

**Область применения:** экология, медицина, геохимия, пищевая промышленность.

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

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля цинка, %, атомная доля изотопов цинка, %

СО представляет собой раствор высокочистого цинка, обогащенного изотопом  $Zn^{68}$ , в 2 % азотной кислоте, расфасованный во флаконы HDPE номинальной вместимостью 30 см<sup>3</sup> с завинчивающимися крышками. Объем СО во флаконе – не менее 25 см<sup>3</sup>. На каждый экземпляр СО наклеивается этикетка.

#### ГСО 11933-2022

##### СО ИЗОТОПНОГО СОСТАВА РАСТВОРА ЦИНКА ( $Zn^{68}$ -10)

**СО предназначен** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли цинка и атомной доли изотопов цинка в растворах, содержащих цинк; поверки, калибровки средств измерений, а также контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа.

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

**Область применения:** экология, медицина, геохимия, пищевая промышленность.

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

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля цинка, %; атомная доля изотопов цинка  $Zn^{64}$ ,  $Zn^{66}$ ,  $Zn^{67}$ ,  $Zn^{68}$ ,  $Zn^{70}$ , %

СО представляет собой раствор высокочистого цинка, обогащенного изотопом  $Zn^{68}$ , в 2 % азотной кислоте. Раствор расфасован в полиэтиленовые флаконы с завинчивающимися крышками. Объем СО во флаконе – не менее 25 см<sup>3</sup>. На каждый экземпляр СО наклеивается этикетка.

#### ГСО 11934-2022

##### СО РАБОТЫ УДАРА (ПОГЛОЩЕННОЙ ЭНЕРГИИ) СТАЛИ МАРКИ 45

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений работы удара (поглощенной энергии) стали; аттестации и валидации методик измерений работы удара (поглощенной энергии) стали; калибровки копров маятниковых; других видов метрологического контроля.

**Область применения:** металлургия, машиностроение, обязательная сертификация продукции, государственный метрологический надзор.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент

**Аттестованная характеристика СО:** ударопрочность по Шарпи (работа удара, поглощенная энергия), Дж

Экземпляр СО, предназначенный для контроля точности результатов измерений работы удара (поглощенной энергии) стали, аттестации и валидации методик измерений работы удара (поглощенной энергии) стали представляет собой пять заготовок длиной 55 мм, сечением в форме квадрата со стороной 10 мм, без надреза (для изготовления образцов типа 11 по ГОСТ 9454–78 или образцов с V-образным надрезом по ГОСТ Р ИСО 148–1–2013). Экземпляр СО, предназначенный для калибровки копров маятниковых, представляет собой пять образцов длиной 55 мм и сечением в форме квадрата со стороной 10 мм, с V-образным надрезом по ГОСТ Р ИСО 148–1–2013. Экземпляры СО изготовлены из стали марки 45 по ГОСТ 1050–2013, торец окрашен несмываемой краской с целью идентификации каждой партии СО. Цвет краски – в соответствии с указанным в паспорте на конкретную партию СО. Экземпляр СО помещен в полиэтиленовый пакет с этикеткой.

#### ГСО 11935-2022

##### СО СОСТАВА (RS)-3-(НАФТАЛИН-1-ИЛОКСИ)ПРОПАН-1,2-ДИОЛА (ПРИМЕСЬ А ПРОПРАНОЛОЛА) (НЦСО – Примесь А пропранолола)

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

доли (RS)-3-(нафталин-1-илокси)пропан-1,2-диола в субстанции пропранолола, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит пропранолол.

СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений 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 (RS)-3-(нафталин-1-илокси)пропан-1,2-диола, %

СО представляет собой субстанцию (RS)-3-(нафталин-1-илокси)пропан-1,2-диола (примесь А пропранолола), белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 25 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 11936-2022

##### СО СОСТАВА ТРИФЕНИЛМЕТАНОЛА (ПРИМЕСЬ G ЛОЗАРТАНА КАЛИЯ) (НЦСО-Трифенилметанол)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли трифенилметанола в субстанции лозартана калия, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит лозартан калия.

СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений 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 трифенилметанола, %

СО представляет собой субстанцию трифенилметанола (примесь G лозартана калия) от белого до светло-желтого или светло-коричневого цвета кристаллический порошок, расфасованный по 50 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 11937-2022

##### СО СОСТАВА КАЛИЯ ХЛОРИСТОГО ФЛОТАЦИОННОГО

**СО предназначен** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений при определении состава калия хлористого флотационного по ГОСТ 20851.3–93 и аттестованным методикам измерений; оценки пригодности методик (методов) измерений; характеристики стандартных образцов, материалов; другие виды метрологического контроля, при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям процедур метрологического контроля.

**Область применения:** производство минеральных удобрений, геология, сельское хозяйство, химическая промышленность.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля: хлорида калия (KCl), %; хлорида натрия (NaCl), %; нерастворимого в воде остатка (н. о.), %; иона магния в пересчете на магниевый хлористый

шестиводный ( $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ ), %; иона кальция в пересчете на сернокислый кальций ( $CaSO_4$ ), %; сульфат-иона ( $SO_4^{2-}$ ), %; бромид-иона ( $Br^-$ ), % (в пересчете на материал, высушенный до постоянной массы при температуре от 100 °С до 105 °С)

СО представляет собой порошок калия хлористого флотационного крупностью не более 0,2 мм, изготовленный из сильвинитовой руды Верхнекамского месторождения и расфасованный массой не менее 200 г в полиэтиленовую банку с этикеткой и завинчивающейся крышкой, снабженной внутренней прокладкой, обеспечивающей герметичность.

#### ГСО 11938–2022

##### СО СОСТАВА БИОЛОГИЧЕСКОЙ МАТРИЦЫ (Сыворотка крови СО УНИИМ)

СО предназначен для хранения и передачи единицы массовой доли меди и цинка в биологической матрице (сыворотке крови) в целях выполнения калибровки, поверки средств измерений, испытаний стандартных образцов и средств измерений в целях утверждения типа; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли меди и цинка в биологической матрице (сыворотке крови); другие виды метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

**Область применения:** здравоохранение.

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

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля меди, %; массовая доля цинка, %

СО представляет собой лиофилизированную сыворотку крови человека, гомогенизированную и расфасованную в стеклянные флаконы из темного стекла с завинчивающейся крышкой объемом 10 см<sup>3</sup>, с этикеткой. Масса СО во флаконе – не менее 0,6 г.

#### ГСО 11939–2022

##### СО СОСТАВА ФЛОТОКОНЦЕНТРАТА (СО ФК РА 2022)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовых долей элементов во флотоконцентрате руд золотосодержащих.

СО может быть использован: для установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений (СИ), применяемых при определении массовых долей элементов во флотоконцентрате руд золотосодержащих, при условии соответствия требованиям методик измерений; 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 элемента, %, млн<sup>-1</sup> (г/т) в пересчете на высушенный материал при температуре (105±5) °С в течение 1 часа

Материал СО изготовлен на ОАО «Красцветмет» из флотоконцентрата руды золотосодержащей, полученного от ОАО «Ресурсы Албазино» (партия А076989). СО представляет собой порошок с размером частиц не более 0,1 мм, расфасованный массой по 1000 г в полиэтиленовые банки с завинчивающимися крышками, на которые наклеены этикетки.

#### ГСО 11940–2022

##### СО СОСТАВА (АГРОХИМИЧЕСКИХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ) ПОЧВЫ ДЕРНОВО-ПОДЗОЛИСТОЙ СУПЕСЧАНОЙ (САДП-08/2022)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений агрохимических показателей при определении состава почвы дерново-подзолистой супесчаной по ГОСТ Р 54650–2011, ГОСТ 26483–85, ГОСТ 26213–91, ГОСТ 26213–2021, ГОСТ 26490–85, ГОСТ 26951–86, ГОСТ 26489–85, ГОСТ Р 50688–94, ГОСТ Р 50686–94, ГОСТ Р 50682–94, ГОСТ Р 50687–94, ГОСТ Р 50684–94.

Стандартный образец (СО) может быть использован при установлении и контроле стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, испытаниях стандартных образцов в целях утверждения типа при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик измерений, программ испытаний в целях утверждения типа.

**Область применения:** сельское хозяйство, охрана окружающей среды.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля компонентов (агрохимический показатель почвы), млн<sup>-1</sup>, %, ед. рН  
Материал СО изготовлен из почвы дерново-подзолистой супесчаной, высушенной до воздушно-сухого состояния. СО расфасован по 300 г в двойные полиэтиленовые пакеты, снабженные этикетками.

#### ГСО 11941–2022

##### СО СОСТАВА (АГРОХИМИЧЕСКИХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ) ПОЧВЫ «ЧЕРНОЗЕМ ТИПИЧНЫЙ КАРБОНАТНЫЙ ЛЕГКОСУГЛИНИСТЫЙ» (САЧП-05/2022)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений агрохимических показателей при определении состава почвы «чернозем типичный карбонатный легкосуглинистый» по ГОСТ 26205–91, ГОСТ 26213–91, ГОСТ 26213–2021, ГОСТ 26951–86, ГОСТ 26489–85, ГОСТ Р 50688–94, ГОСТ Р 50686–94, ГОСТ Р 50685–94, ГОСТ Р 50683–94.

Стандартный образец (СО) может быть использован при установлении и контроле стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, испытаниях стандартных образцов в целях утверждения типа при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик измерений, программ испытаний в целях утверждения типа.

**Область применения:** сельское хозяйство, охрана окружающей среды.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля компонентов (агрохимический показатель почвы), млн<sup>-1</sup>, %

Материал СО изготовлен из почвы «чернозем типичный карбонатный легкосуглинистый», высушенной до воздушно-сухого состояния. СО расфасован по 300 г в двойные полиэтиленовые пакеты, снабженные этикетками.

#### ГСО 11942–2022/ГСО 11952–2022

##### СО СОСТАВА ОЛОВА (набор VSO2)

СО предназначены для установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений и аттестации методик измерений, применяемых при определении состава олова марок О1 пч, О1, О2 (ГОСТ 860–75) спектральными и химическими методами анализа.

Стандартные образцы (СО) могут применяться: для поверки средств измерений при условии соответствия СО обязательным требованиям, установленным в методиках поверки средств измерений; для контроля точности результатов измерений при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в методиках измерений; для испытаний СИ и СО в целях утверждения типа, при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в программах испытаний СИ и СО в целях утверждения типа; для других видов метрологического контроля, при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

**Область применения:** цветная металлургия.

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

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля элементов, %  
Материал СО изготовлен методом плавления из олова марки О1 пч (ГОСТ 860–75) с введением примесей в виде двойных лигатур

на основе олова или чистых металлов. СО представляют собой диски диаметром (45±5) мм и высотой (10–50) мм или стружку толщиной (0,1–0,5) мм. СО в виде дисков упакованы в полиэтиленовые пакеты или коробки, снабженные этикеткой и обеспечивающие сохранность при транспортировке. На нерабочей поверхности каждого диска выбит индекс экземпляра СО. Стружка массой не менее 50 г расфасована в полиэтиленовые пакеты или коробки, на которые наклеены этикетки. Количество типов СО в наборе – 11.

#### ГСО 11953–2022

##### СО СОСТАВА ПАЛЛАДИЯ АФФИНИРОВАННОГО (комплект СО ДГ)

СО предназначены для установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений (СИ), применяемых при определении массовой доли элементов в палладии аффинированном; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли элементов в палладии аффинированном.

СО может быть использован 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, %  
Материалы СО представляют собой сплавы палладия аффинированного (ГОСТ 31291–2018) и 33 элементов. Экземпляры СО представляют собой диски высотой от 2 мм до 25 мм, диаметром (30±3) мм, помещённые в полиэтиленовый пакет с этикеткой или стружку с размером частиц не более 1 мм, расфасованную массой 20 г в полиэтиленовые банки с завинчивающимися крышками, на которые наклеены этикетки. Количество экземпляров СО в комплекте – 4.

#### ГСО 11954–2022

##### СО МАССОВОЙ ДОЛИ БОРА В СТАЛИ (СО ЧМЗ ЧС-82)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли бора в сталях титриметрическим и масс-спектрометрическим методами; проверки средств измерений, применяемых при определении массовой доли бора в сталях.

**Область применения:** чёрная металлургия, машиностроение.

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

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля бора, %  
СО представляет собой стружку из стали марки ЧС-82 (ГОСТ 5632–2014), толщиной не более 0,3 мм, расфасованную по 200 г в банки из темного стекла с завинчивающимися крышками и этикетками.

#### ГСО 11955–2022

##### СО РУДЫ ЖЕЛЕЗНОЙ СИДЕРИТОВОЙ (ИСО Р9/1)

СО предназначен для аттестации, валидации и верификации методик измерений, контроля точности результатов измерений, установления и контроля стабильности градуировочных характеристик при определении химического состава руды железной сидеритовой химическими и физико-химическими методами.

СО может применяться: для проверки средств измерений при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках проверки средств измерений; для калибровки средств измерений при условии соответствия его метрологических и технических характеристик требованиям методик калибровки; для испытаний средств измерений и стандартных образцов в целях утверждения типа при условии соответствия его метрологических характеристик требованиям программ испытаний.

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

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля компонентов, %  
Материал СО приготовлен из руды железной сидеритовой (ТУ 0711-184-56408013-2010 «Руда железная сидеритовая ООО «Бакальское рудоуправление») в виде порошка крупностью не более 0,14 мм (ГОСТ 15054–80). Материал расфасован по 100 г в банки, на которые наклеены этикетки. Банки упакованы в коробки с этикетками.

#### ГСО 11956–2022

##### СО ОКИСЛИТЕЛЬНОЙ СТАБИЛЬНОСТИ (ИНДУКЦИОННОГО ПЕРИОДА) БЕНЗИНОВ (СО ОСБ-ПА)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений окислительной стабильности (индукционного периода) бензинов по ГОСТ 4039–88, ГОСТ Р 52068–2003, ГОСТ Р ЕН ИСО 7536–2007, ГОСТ 33903–2016, ГОСТ ISO 7536–2015, ISO 7536:1994, ASTM D525–12a(2019).

СО может применяться для аттестации испытательного оборудования, применяемого при определении окислительной стабильности (индукционного периода) бензинов, при условии соответствия его метрологических характеристик требованиям методик аттестации.

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

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент

**Аттестованная характеристика СО:** индукционный период, мин  
СО представляет собой стабилизированный бензин, расфасованный в стеклянный или полимерный флакон с этикеткой, объем материала во флаконе не менее 105 см<sup>3</sup>.

#### ГСО 11957–2022

##### СО ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА ОСТАТОЧНОГО ТОПЛИВА (МАЗУТА) (СО ФС-М-ПА)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений фракционного состава остаточного топлива (мазута) по ГОСТ Р 50837.1–95, ГОСТ 33359–2015, ASTM D5236–18a, ASTM D1160–18.

СО может применяться для аттестации испытательного оборудования, применяемого для определения фракционного состава остаточного топлива (мазута), при условии соответствия его метрологических и технических характеристик требованиям, установленным в методиках аттестации испытательного оборудования.

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

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент

**Аттестованная характеристика СО:** температура начала кипения, °С; температура отгона, °С; объемная доля отгона, %  
СО представляет собой стабилизированное остаточное топливо (мазут), расфасованное в стеклянный флакон с этикеткой, объем материала во флаконе не менее 300 см<sup>3</sup> или не менее 1000 см<sup>3</sup>.

#### ГСО 11958–2022

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ ИНЕРТНЫХ И ПОСТОЯННЫХ ГАЗОВ (ИП-ГЗ-1)

СО предназначен для проверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений и контроля точности результатов измерений содержания компонентов в газовых смесях, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** нефтегазоперерабатывающая, химическая промышленность, контроль технологических процессов и промышленных выбросов.

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

**Аттестованная характеристика СО:** объемная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь в газе-разбавителе аргоне (Ar) или воздухе. Определяемые компоненты – гелий (He), метан (CH<sub>4</sub>). Смесь находится под давлением (7–10) МПа в баллоне из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949–73, или в баллоне из алюминиевого сплава по ГОСТ 4784–2019, или в баллоне из нержавеющей стали по ГОСТ 5632–2014, или в композиционном баллоне с лейнером из нержавеющей стали, вместимостью (1–40) дм<sup>3</sup>. Баллон оборудован мембранным вентилем типа KB-1M, KB-1П, ВЛ-16, ВБМ-1, W19.2 Sp21.8, VGN или аналогичным вентилем для негорючих смесей, или мембранным вентилем типа ВВ-55, ВВ-88, ВВ-400 или аналогичным вентилем для горючих смесей. Исходные вещества, применяемые для приготовления СО, приведены в таблице 1 Описания типа СО.

#### ГСО 11959–2022

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ ИНЕРТНЫХ И ПОСТОЯННЫХ ГАЗОВ (ИП-ГЗ-2)

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений и контроля точности результатов измерений содержания компонентов в газовых смесях, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** нефтегазоперерабатывающая, химическая промышленность, контроль технологических процессов и промышленных выбросов.

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

**Аттестованная характеристика СО:** объемная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь в газе-разбавителе гелии (He) или воздухе. Определяемые компоненты – пропан (C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>), метан (CH<sub>4</sub>). Смесь находится под давлением (7–10) МПа в баллоне из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949–73, или в баллоне из алюминиевого сплава по ГОСТ 4784–2019, или в баллоне из нержавеющей стали по ГОСТ 5632–2014, или в композиционном баллоне с лейнером из нержавеющей стали, вместимостью (1–40) дм<sup>3</sup>. Баллон оборудован мембранным вентилем типа KB-1M, KB-1П, ВЛ-16, ВБМ-1, W19.2 Sp21.8, VGN или аналогичным вентилем для негорючих смесей, или мембранным вентилем типа ВВ-55, ВВ-88, ВВ-400 или аналогичным вентилем для горючих смесей. Исходные вещества, применяемые для приготовления СО, приведены в таблице 1 Описания типа СО.

#### ГСО 11960–2022

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ В ГЕЛИИ (He-ГЗ-1)

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений и контроля точности результатов измерений содержания компонентов в газовых смесях, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** нефтегазоперерабатывающая, химическая промышленность, контроль технологических процессов и промышленных выбросов.

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

**Аттестованная характеристика СО:** объемная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь в газе-разбавителе гелии (He). Определяемые компоненты – метан (CH<sub>4</sub>), азот (N<sub>2</sub>), диоксид углерода (CO<sub>2</sub>). Смесь находится под давлением (7–10) МПа в баллоне из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949–73, или в баллоне из алюминиевого сплава по ГОСТ 4784–2019, или в баллоне из нержавеющей стали по ГОСТ 5632–2014, или в композиционном баллоне с лейнером из нержавеющей стали, вместимостью (1–40) дм<sup>3</sup>. Баллон оборудован мембранным вентилем типа KB-1M, KB-1П, ВЛ-16, ВБМ-1, W19.2 Sp21.8, VGN или аналогичным вентилем для негорючих смесей, или мембранным вентилем типа ВВ-55, ВВ-88, ВВ-400 или аналогичным вентилем для горючих смесей. Исходные вещества, применяемые для приготовления СО, приведены в таблице 1 Описания типа СО.

#### ГСО 11961–2022

##### СО СОСТАВА ХВОИ СОСНЫ СИБИРСКОЙ (ХСС-1)

**СО предназначен** для воспроизведения, хранения и передачи единицы величины (массовая доля элемента), характеризующей состав материалов растительного происхождения, при: аттестации (верификации) методик измерений, основанных на разных химических, физических и физико-химических методах анализа; контроле точности результатов измерений массовой доли элементов, при условии соответствия метрологических и технических характеристик стандартного образца критериям, установленным в методиках измерений; установлении и контроле градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений.

СО может применяться при испытаниях стандартных образцов в целях утверждения типа и других видах метрологического контроля, при условии соответствия его метрологических и технических характеристик требованиям, установленным в программах испытаний стандартных образцов в целях утверждения типа и процедурах метрологического контроля.

**Область применения:** охрана окружающей среды, рациональное природопользование, сельское хозяйство, пищевая и фармацевтическая промышленность, научные исследования.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля элементов, %, млн<sup>-1</sup> (аттестованное значение СО соответствует воздушно-сырому состоянию материала)

СО представляет собой порошок серо-желтого цвета, изготовленный из высушенной хвои сосны сибирской, собранной в экологически чистых районах вблизи оз. Байкал, крупностью частиц не более 0,16 мм, расфасованный по 50 г и 100 г в герметично закрывающиеся полиэтиленовые банки объемом 80 см<sup>3</sup> и 200 см<sup>3</sup> с этикетками.

#### ГСО 11962–2022

##### СО СОСТАВА СУХАРЕЙ ПШЕНИЧНЫХ (ХБ-1 СО УНИИМ)

**СО предназначен** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли влаги, жира, азота, белка в сухарях пшеничных и хлебобулочных изделиях.

СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; поверки средств измерений при условии их 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; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа при соответствии метрологических характеристик требованиям программ испытаний; других видов метрологического контроля при соответствии

метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

**Область применения:** пищевая, химическая промышленность, научные исследования.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля влаги, %; массовая доля азота, %; массовая доля белка, %; массовая доля жира, % (значения указаны в пересчете на абсолютно-сухое вещество) СО представляет собой сухари пшеничные, измельченные до частиц с крупностью не более 1 мм, расфасованные по (30–100) г по требованию заказчиков в двойные герметичные полиэтиленовые пакеты или пластиковые банки с крышками, с этикеткой.

#### ГСО 11963–2022

##### СО СОСТАВА МЕЛОКСИКАМА (НЦСО-Мелоксикам)

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

СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений 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 мелоксикама, % СО представляет собой субстанцию мелоксикама (4-Гидрокси-2-метил-N-(5-метил-1,3-тиазол-2-ил)-1,1-диоксо-2Н-1λ<sup>6</sup>, 2-бензотиазин-3-карбоксамид), светло-желтый порошок, расфасованный по 400 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

#### ГСО 11964–2022

##### СО СОСТАВА ПАРАЦЕТАМОЛА (АЦЕТАМИНОФЕНА) (МЗЗ-030)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли парацетамола в материалах и лекарственных средствах. СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; калибровки средств измерений при условии соответствия требованиям методик калибровки.

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

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля парацетамола, % СО представляет собой субстанцию парацетамола, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 100 мг до 250 мг, во флаконы из стекла объемом 10 см<sup>3</sup> с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

#### ГСО 11965–2022

##### СО ЦВЕТНОСТИ НЕФТЕПРОДУКТОВ (СО ЦН-ПА)

**СО предназначен** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений цветности нефтепродуктов по ГОСТ Р 51933–2002, ГОСТ 33909–2016, ГОСТ 33092–2014, ГОСТ 20284–74, ГОСТ 28582–90, ГОСТ ISO 2049–2015,

ASTM D150012(2017), ASTM D156–15, ASTM D6045–20, ISO 2049:1996, DIN ISO 2049–2001, ASTM D7058–19.

СО может применяться: для калибровки средств измерений при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках калибровки средств измерений; для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; для аттестации испытательного оборудования при условии соответствия его метрологических и технических характеристик требованиям, установленным в методиках аттестации испытательного оборудования.

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

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент

**Аттестованная характеристика СО:** цветность, условные единицы СО представляет собой раствор красителей в среднестиллятном топливе, расфасованный во флакон с этикеткой, закрытый полиэтиленовой пробкой с плотно завинчивающейся крышкой, объем материала во флаконе не менее 50 см<sup>3</sup>, 100 см<sup>3</sup> или 500 см<sup>3</sup>.

#### ГСО 11966–2022/ГСО 11967–2022

##### СО УДЕЛЬНОГО ПОВЕРХНОСТНОГО (СЛОЕВОГО) ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ КРЕМНИЯ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО (набор СО УНИИМ УПЭС)

**СО предназначены** для поверки и калибровки средств измерений удельного поверхностного (слоевого) электрического сопротивления (УПЭС) полупроводниковых материалов; установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений УПЭС при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик измерений; испытаний средств измерений УПЭС, в том числе в целях утверждения типа; контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений УПЭС четырехзондовым методом и другими методами неразрушающего контроля.

**Область применения:** электротехника, производство и применение полупроводников и другие области применения.

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

**Аттестованная характеристика СО:** удельное поверхностное (слоевое) электрическое сопротивление, Ом СО представляют собой диски из кремния монокристаллического по ГОСТ 19658–81 диаметром (70–100) мм и толщиной (250–550) мкм со скосом. Допускается неровность краев пластины. Аттестованное значение удельного поверхностного (слоевого) электрического сопротивления (УПЭС) воспроизводится в центральной области диска диаметром 15 мм. Экземпляр СО упакован в пластиковый контейнер с этикеткой. В наборе два типа СО.

#### ГСО 11968–2022

##### СО МАССОВОЙ ДОЛИ МЕТИЛ-ТРЕТ-БУТИЛОВОГО ЭФИРА В БЕНЗИНАХ (ИМИТАТОР) (МТБЗ-СХ)

**СО предназначен** для контроля точности (прецизионности) результатов измерений массовой доли метил-трет-бутилового эфира в бензинах по ГОСТ Р ЕН 13132–2008, ГОСТ Р 52256–2004, ГОСТ Р 52531–2006, ASTM D4815–15b(2019), ГОСТ Р 54282–2010, ГОСТ Р ЕН ИСО 22854–2010, ГОСТ 33900–2016, ГОСТ 32338–2013, ГОСТ ЕН13132–2012, ГОСТ Р ЕН 1601–2007, ГОСТ ЕН1601–2017, ГОСТ Р 56867–2016, ГОСТ Р 56873–2016, ГОСТ Р 52714–2018, ГОСТ 32507–2013.

СО может применяться: для поверки средств измерений при условии соответствия обязательным требованиям, установленным в методиках поверки средств измерений; для калибровки средств измерений при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках

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

**Область применения:** нефтехимическая и нефтеперерабатывающая промышленность.

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

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля метил-трет-бутилового эфира, %

СО представляет собой смесь метил-трет-бутилового эфира с изоктаном эталонным по ГОСТ 12433–84, расфасованную в стеклянный флакон с уплотнительной пробкой и герметичной крышкой, или в запаянную стеклянную ампулу, или в стеклянную виалу. Объем материала СО во флаконе, ампуле или виале не менее 5 см<sup>3</sup>.

## СВЕДЕНИЯ О СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦАХ УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ, В КОТОРЫЕ БЫЛИ ВНЕСЕНЫ ИЗМЕНЕНИЯ В ЧАСТИ СРОКА ДЕЙСТВИЯ УТВЕРЖДЕННОГО ТИПА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА

В. В. Сулова

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»,  
г. Екатеринбург, Россия  
e-mail: gosreestr\_so@uniim.ru

*В соответствии с требованиями Приказа Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2905<sup>1</sup> (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 правообладателя<sup>2</sup> 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.*

*Решение о внесении изменений в сведения об утвержденном типе стандартных образцов принимается Росстандартом в форме приказа с продлением срока действия на последующие 5 лет с даты окончания действия утвержденного типа СО.*

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

<sup>1</sup> Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2905 «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»

<sup>2</sup> Для 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.

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство СО	Действует до
<i>Приказ Росстандарта № 2388 от 26.10.2021 г. (продолжение)</i>			
ГСО 3245–91П	СО состава чугуна типа СЧ30 (Ч9)	серийное	18.11.2026
ГСО 3576–86/3580–86	СО состава сталей легированных типов 10Х11Н20ТЗР, 09Х14Н19В2БР (комплект СО ЛГ27-ЛГ31)	серийное	18.11.2026
ГСО 5459–90	СО состава сплава аморфного типа 7421 (С57)	серийное	28.11.2026
ГСО 5787–91	СО состава чугуна передельного типа ПЛ1 (Ч11)	серийное	18.11.2026
ГСО 5788–91	СО состава чугуна легированного типа ЧХ2 (Ч13)	серийное	18.11.2026
ГСО 6139–91	СО состава чугуна литейного типа ЛЗ (Ч12)	серийное	18.11.2026
ГСО 8733–2006	СО состава концентрата плавиковошпатового типа ФК-75 (Ш13)	серийное	18.11.2026
ГСО 8766–2006	СО состава чугуна передельного типа ПВК3 (Ч19)	серийное	18.11.2026
ГСО 10808–2016	СО стали (ИСО УС8)	серийное	30.08.2026
ГСО 10810–2016	СО массовой доли азота в стали (ИСО 7)	серийное	22.09.2026
ГСО 10848–2016	СО состава искусственной газовой смеси – имитатора природного газа (ИПГ-ВТ)	серийное	25.11.2026
<i>Приказ Росстандарта № 2642 от 25.11.2021 г.</i>			
ГСО 10858–2016	СО плотности жидкости (ПЛ-750-НС)	серийное	30.12.2026
ГСО 10859–2016	СО плотности жидкости (ПЛ-900-НС)	серийное	30.12.2026
ГСО 10860–2016	СО плотности жидкости (ПЛ-1330-НС)	серийное	30.12.2026
ГСО 10874–2017	СО смазывающей способности дизельного топлива (СО ССДТ-ПА)	серийное	17.02.2027
<i>Приказ Росстандарта № 2852 от 14.12.2021 г.</i>			
ГСО 8637–2004	СО йодного числа светлых нефтепродуктов (ЙЧ-1)	единичное	25.04.2027
ГСО 10062–2012	СО состава кобальта (КМ-1)	единичное	01.12.2031
<i>Приказ Росстандарта № 2853 от 14.12.2021 г.</i>			
ГСО 8637–2004	СО йодного числа светлых нефтепродуктов (ЙЧ-1)	серийное	25.04.2027
ГСО 8644–2005	СО массовой концентрации фактических смол в бензинах и авиационных топливах (КФСА)	серийное	12.04.2027
ГСО 8885–2007	СО пробивного напряжения жидких углеводородов (ПН-1)	серийное	25.04.2027
ГСО 9382–2009	СО удельной электрической проводимости авиационных топлив (УЭП АТ-1)	серийное	17.02.2027
ГСО 10111–2012	СО массовой доли глицерина в водном растворе (комплект СТГ 1 – СТГ 5)	серийное	21.03.2027
<i>Приказ Росстандарта № 2970 от 22.12.2021 г.</i>			
ГСО 6541–92	СО массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20	серийное	01.03.2027
ГСО 7115–94	СО состава раствора ионов урана (VI)	серийное	17.07.2026
ГСО 7117–94	СО содержания нефтепродуктов в водорастворимой матрице	серийное	21.03.2027
ГСО 7279–96	СО состава раствора сульфат-ионов	серийное	09.03.2027
ГСО 7280–96	СО состава раствора хлорид-ионов	серийное	09.03.2027

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство СО	Действует до
ГСО 7281–96	СО состава раствора нитрат-ионов	серийное	21.03.2027
ГСО 7282–96	СО состава раствора нитрит-ионов	серийное	09.03.2027
ГСО 7283–96	СО состава раствора анионных поверхностно-активных веществ (АПАВ)	серийное	09.03.2027
ГСО 8122–2002	СО состава раствора гистамина дигидрохлорида	серийное	24.03.2027
ГСО 8877–2007	СО массовой доли воды в нефти (МВ-ТЦСМ)	серийное	24.03.2027
ГСО 8878–2007	СО массовой доли механических примесей в нефти (МП-ТЦСМ)	серийное	24.03.2027
ГСО 8879–2007	СО массовой концентрации хлористых солей в нефти (ХС-ТЦСМ)	серийное	24.03.2027
ГСО 8880–2007	СО массовой доли серы в нефти (С-ТЦСМ)	серийное	24.03.2027
ГСО 8881–2007	СО вязкости нефти (В-ТЦСМ)	серийное	24.03.2027
ГСО 8882–2007	СО плотности нефти (П-ТЦСМ)	серийное	24.03.2027
ГСО 8883–2007	СО давления насыщенных паров нефти (ДНП-ТЦСМ)	серийное	24.03.2027
ГСО 8884–2007	СО массовой доли хлорорганических соединений в нефти (ХОС-ТЦСМ)	серийное	24.03.2027
ГСО 10226–2013	СО кинематической вязкости нефтепродуктов (ВК-40)	серийное	15.05.2028
ГСО 10872–2017	СО температурного коэффициента линейного расширения (СО ТКЛР-АКП-1ПК-001)	серийное	17.02.2027
ГСО 10873–2017	СО температурного коэффициента линейного расширения (СО ТКЛР-АКП-1ПК-003)	серийное	17.02.2027
ГСО 11112–2018	СО кинематической вязкости нефтепродуктов (ВК-М20)	серийное	03.07.2028
<i>Приказ Росстандарта № 258 от 02.02.2022 г.</i>			
ГСО 3033–91П	СО сплава на никелевой основе типа ХН77ТЮРУ (Н16)	серийное	09.03.2027
ГСО 1499–87П	СО концентрата марганцеворудного (Р13)	серийное	09.03.2027
ГСО 8850–2006	СО концентрата ильменитового (Р31)	серийное	09.03.2027
ГСО 7986–2002	СО стали легированной типа 35ГС (С58)	серийное	09.03.2027
ГСО 4464–91П	СО стали углеродистой типа 20 (У15)	серийное	09.03.2027
ГСО 4506–92П/ 4510–92П	СО сталей легированных типов 12Х18Н9Т, 12Х18Н10Т, 17Х18Н9, 12Х18Н12Т (комплект СО ЛГ32-ЛГ36)	серийное	09.03.2027
ГСО 10876–2017/ ГСО 10878–2017	СО состава угля и кокса (набор УГ-68СО ЛЕКО)	серийное	09.03.2027
ГСО 10880–2017	СО поверхностной плотности, толщины и химического состава покрытия сплавом никель-железо на кремнии (комплект ППТМД-НЖ/Кр)	серийное	22.03.2027
ГСО 7421–97	СО состава раствора неолола АФ 9–12	серийное	31.05.2027
ГСО 10067–2012	СО состава раствора неолола АФ 9–12 в тетрахлорметане	серийное	19.06.2027
<i>Приказ Росстандарта № 259 от 02.02.2022 г.</i>			
ГСО 8121–2002	СО свойств и состава нефтяного кокса	единичное	01.04.2032
<i>Приказ Росстандарта № 393 от 17.02.2022 г.</i>			
ГСО 8571–2004	СО тангенса угла диэлектрических потерь (масло трансформаторное) (tg -1)	серийное	25.04.2027

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство СО	Действует до
ГСО 8572–2004	СО тангенса угла диэлектрических потерь (масло трансформаторное) (tg -2)	серийное	25.04.2027
ГСО 10887–2017	СО массовой доли сырой клейковины в зерне	серийное	02.05.2027
ГСО 9554–2010	СО состава газовой смеси «Серосодержащие соединения (ССС)»	серийное	27.12.2027
<i>Приказ Росстандарта № 508 от 01.03.2022 г.</i>			
ГСО 1521–86П	СО доломита типа ДК-18–0,40 (К4)	серийное	13.04.2027
ГСО 1608–86П	СО сплава на никелевой основе типа ХН70ВМТЮФ (Н8)	серийное	13.04.2027
ГСО 4501–91П	СО стали углеродистой типа А12 (У17)	серийное	13.04.2027
ГСО 7988–2002	СО стали углеродистой типа 35 (У20)	серийное	13.04.2027
ГСО 7987–2002	СО стали углеродистой типа 45 (У21)	серийное	13.04.2027
ГСО 1774–92П	СО стали легированной типа 10Г2Б (УНЛ5)	серийное	13.04.2027
ГСО 2073–92П	СО стали легированной типа ШХ15 (УНЛ9)	серийное	13.04.2027
ГСО 1640–88П	СО стали легированной типа 38Х2МЮА (УНЛ14)	серийное	13.04.2027
ГСО 4460–91П	СО чугуна типа ПЛ2 (Ч10)	серийное	13.04.2027
ГСО 6138–91	СО чугуна легированного типа ЧН2Х (Ч14)	серийное	13.04.2027
ГСО 8836–2006	СО чугуна антифрикционного типа АЧС-2 (Ч22)	серийное	13.04.2027
ГСО 4165–91П, 2489–91П/2497–91П	СО сталей углеродистых и легированных типов 13Х, 60С2, 05кп, 11ХФ, 60С2Г, 12Х1МФ, 25Х1МФ, 30ХН2МФА, 12МХ, В2Ф (комплект СО УГО-УГ9)	серийное	13.04.2027
ГСО 10891–2017	СО свойств и состава сухого молока (СО СМОЛ-ПА)	серийное	02.06.2027
ГСО 10108–2012	СО температур текучести и застывания нефтепродуктов (СО ТЗН-ПА)	серийное	02.06.2027
ГСО 10109–2012	СО температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле (СО ТВОТ-ПА)	серийное	31.05.2027
ГСО 10112–2012	СО общего щелочного числа нефтепродуктов (СО ЩЧ-ПА)	серийное	31.05.2027
ГСО 10958–2017/ ГСО 10974–2017	СО активности радионуклида в композитном материале на основе пластических масс (набор – РАДЭК)	серийное	13.12.2027
ГСО 10975–2017	СО состава феррованадия марки ФВд50У0,5 (ФВл9)	серийное	13.12.2027
ГСО 7862–2000	СО массовой концентрации азота в растворе нитрита натрия	серийное	25.04.2027
ГСО 7863–2000	СО массовой концентрации азота в растворе нитрата калия	серийное	25.04.2027
ГСО 7864–2000	СО массовой концентрации азота в растворе хлорида аммония	серийное	25.04.2027
ГСО 7956–2001	СО состава раствора иодид-ионов	серийное	25.04.2027
ГСО 7957–2001	СО состава раствора бромид-ионов	серийное	25.04.2027
ГСО 7958–2001	СО состава раствора роданид-ионов	серийное	25.04.2027
ГСО 8746–2006	СО состава раствора сульфат-ионов (SO <sub>4</sub> <sup>-1</sup> )	серийное	25.04.2027
ГСО 8747–2006	СО состава раствора хлорид-ионов (Cl <sup>-1</sup> )	серийное	25.04.2027
ГСО 8748–2006	СО состава раствора додецилсульфата натрия (АСПАВ-1)	серийное	25.04.2027
ГСО 8838–2006	СО состава раствора 1,1-диметилгидразина в серной кислоте (ДМГ-1)	серийное	25.04.2027

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство СО	Действует до
ГСО 8839–2006	СО состава раствора нитрозодиметиламина (НДМА)	серийное	25.04.2027
ГСО 8840–2006	СО состава раствора тетраметилтетразена в ацетонитриле (ТМТ)	серийное	25.04.2027
<i>Приказ Росстандарта № 585 от 09.03.2022 г.</i>			
ГСО 3349–86	СО лигатуры с редкоземельными металлами типа ФС30РЗМ30 (Ф31)	серийное	25.04.2027
<i>Приказ Росстандарта № 808 от 31.03.2022 г.</i>			
ГСО 8124–2002	СО минерального состава воды природной (СО МСВ К1)	серийное	07.08.2027
ГСО 8938–2008	СО минерального состава воды природной (СО МСВ АПАВ)	серийное	19.06.2027
ГСО 10107–2012	СО массовой доли нефтепродуктов в почве (СО НПП)	серийное	18.05.2027
ГСО 10168–2012	СО биохимического потребления кислорода в природной воде (МСВ БПК)	серийное	06.09.2027
ГСО 10912–2017	СО минерального состава воды природной (МСВ В)	серийное	06.10.2027
ГСО 10956–2017	СО массовой концентрации гептана в нонане (СО ГН-ХРОМАТЭК)	серийное	13.12.2027
ГСО 7012–93/7014–93	СО состава водных растворов ионов свинца (комплект № 2К)	серийное	31.05.2027
ГСО 7107–94/7109–94	СО состава водных растворов ионов бария (комплект № 21К)	серийное	31.05.2027
ГСО 7143–95/7144–95	СО состава водных растворов ионов мышьяка (III) (комплект № 11К)	серийное	31.05.2027
ГСО 7145–95/7147–95	СО состава водных растворов ионов стронция (комплект № 25К)	серийное	31.05.2027
ГСО 7998–93/8000–93	СО состава водных растворов ионов меди (комплект № 3К)	серийное	31.05.2027
ГСО 10882–2017	СО состава искусственной газовой смеси в азоте (N <sub>2</sub> -KM-1)	серийное	28.04.2027
ГСО 10883–2017	СО состава искусственной газовой смеси в азоте (N <sub>2</sub> -KM-2)	серийное	28.04.2027
ГСО 10884–2017	СО состава искусственной газовой смеси в воздухе (Air-KM-1)	серийное	28.04.2027
ГСО 10885–2017	СО состава искусственной газовой смеси в воздухе (Air-KM-2)	серийное	28.04.2027
<i>Приказ Росстандарта № 861 от 05.04.2022 г.</i>			
ГСО 11731–2021	СО состава n-гексадекана (ГкД-ВНИИМ)	единичное	28.05.2024
<i>Приказ Росстандарта № 862 от 05.04.2022 г.</i>			
ГСО 10066–2012	СО содержания металлов в нефтепродуктах (СО СМН-ПА)	серийное	19.06.2027
ГСО 10113–2012	СО массовой доли нефтепродуктов в кварцевом песке (СО МДНП-ПА)	серийное	19.06.2027
ГСО 10094–2012	СО состава газовой смеси O <sub>2</sub> /Ar	серийное	18.05.2027
ГСО 10095–2012	СО состава газовой смеси CH <sub>4</sub> / воздух	серийное	18.05.2027
ГСО 10901–2017	СО состава искусственной газовой смеси оксида азота, диоксида азота в азоте	серийное	07.08.2027
ГСО 10123–2012	СО гранулометрического состава СМС-3000	серийное	31.05.2027
ГСО 10889–2017	СО состава природного газа магистрального (ПГМ-7-ГТГСР6)	серийное	16.05.2027
<i>Приказ Росстандарта № 922 от 08.04.2022 г.</i>			
ГСО 8203–2002	СО имитатора массовой концентрации остаточного активного хлора в воде и водных средах	серийное	31.05.2027
ГСО 8204–2002	СО состава раствора ионов серебра	серийное	31.05.2027

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство СО	Действует до
ГСО 8205–2002	СО состава раствора ионов меди (II)	серийное	31.05.2027
ГСО 8206–2002	СО общей жесткости воды	серийное	31.05.2027
ГСО 10138–2012	СО массовой концентрации активного хлора в воде (АХССО УНИИМ)	серийное	07.08.2027
ГСО 10070–2012	СО вязкости жидкости РЭВ-2-НС	серийное	19.06.2027
ГСО 10071–2012	СО вязкости жидкости РЭВ-5-НС	серийное	19.06.2027
ГСО 10072–2012	СО вязкости жидкости РЭВ-10-НС	серийное	19.06.2027
ГСО 10073–2012	СО вязкости жидкости РЭВ-20-НС	серийное	19.06.2027
ГСО 10074–2012	СО вязкости жидкости РЭВ-30-НС	серийное	19.06.2027
ГСО 10075–2012	СО вязкости жидкости РЭВ-60-НС	серийное	19.06.2027
ГСО 10076–2012	СО вязкости жидкости РЭВ-100-НС	серийное	19.06.2027
ГСО 10077–2012	СО вязкости жидкости РЭВ-200-НС	серийное	19.06.2027
ГСО 10078–2012	СО вязкости жидкости РЭВ-300-НС	серийное	19.06.2027
ГСО 10079–2012	СО вязкости жидкости РЭВ-1000-НС	серийное	19.06.2027
<i>Приказ Росстандарта № 951 от 13.04.2022 г.</i>			
ГСО 10893–2017	СО состава и свойств угля каменного марки ГЖО (СО-41)	единичное	29.05.2026
ГСО 10894–2017	СО состава и свойств угля каменного марки ОС (СО-42)	единичное	29.05.2027
ГСО 10895–2017	СО состава и свойств угля каменного марки Г (СО-43)	единичное	29.05.2026
ГСО 10896–2017	СО состава и свойств угля каменного марки Т (СО-44)	единичное	29.05.2027
<i>Приказ Росстандарта № 997 от 18.04.2022 г.</i>			
ГСО 10149–2012	СО массовой доли парафинов в нефти (имитатор) (СО МДПН-ПА)	серийное	06.09.2027
ГСО 10170–2012	СО показателя текучести расплава полиэтилена (СО ПТР-ПА-1)	серийное	06.09.2027
ГСО 10909–2017	СО общей минерализации воды (СО МКСО-ПА)	серийное	26.09.2027
ГСО 8789–2006	СО состава водного раствора этанола ВРЭ-2	серийное	02.06.2027
<i>Приказ Росстандарта № 1204 от 17.05.2022 г.</i>			
ГСО 11006–2017	СО состава циркония на содержание водорода	единичное	01.07.2027
ГСО 10136–2012	СО состава анодов никелевых черновых (АНБ-1)	единичное	01.07.2027
<i>Приказ Росстандарта № 1205 от 17.05.2022 г.</i>			
ГСО 10143–2012	СО состава кислоты лимонной (КЛ СО УНИИМ)	серийное	07.07.2027
ГСО 10899–2017	СО массовой доли жира (масличности) в семенах подсолнечника	серийное	07.07.2027
ГСО 10917–2017	СО минерального состава воды природной (МСВ АЛ)	серийное	30.10.2027
<i>Приказ Росстандарта № 1249 от 24.05.2022 г.</i>			
ГСО 8715–2005	СО поверхностной плотности изотопа уран-235 (комплект СОППУ)	единичное	30.09.2032
<i>Приказ Росстандарта № 1321 от 31.05.2022 г.</i>			
ГСО 4087–87	СО концентрата цирконового типа КЦЗ (К8)	серийное	07.07.2027

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство СО	Действует до
ГСО 549–88П	СО сплава на никелевой основе типа ХН80ТБЮ (Н7)	серийное	07.07.2027
ГСО 4389–88	СО окатышей металлизированных (Р10)	серийное	07.07.2027
ГСО 1436–88П	СО концентрата железванадиевого (Р15)	серийное	07.07.2027
ГСО 1634–2002	СО порошка железного типа ПЖВ4 (Р16)	серийное	07.07.2027
ГСО 3011–2002	СО порошка железного типа ПЖВ3 (Р21)	серийное	07.07.2027
ГСО 4461–93П	СО стали углеродистой типа Ст0 (У10)	серийное	07.07.2027
ГСО 10898–2017	СО удельной энтальпии и удельной теплоемкости молибдена (СОТС-6 УНИИМ)	серийное	07.07.2027
ГСО 10127–2012	СО состава гексафторида урана (ГФУ)	серийное	09.08.2027
ГСО 10897–2017	СО состава раствора хлорида натрия (комплект NaCl 0,05–7,0)	серийное	07.07.2027
ГСО 10120–2012	СО перманганатной окисляемости воды	серийное	07.07.2027
ГСО 10068–2012	СО состава раствора неонала АФ 9–10	серийное	10.07.2027
ГСО 10069–2012	СО состава раствора додецилсульфоновой кислоты натриевой соли	серийное	10.07.2027
ГСО 10156–2012	СО гранулометрического состава СМС-55	серийное	07.08.2027
ГСО 4391–88	СО состава натрия хлористого 1-го разряда	серийное	07.08.2027
<i>Приказ Росстандарта № 1456 от 15.06.2022 г.</i>			
ГСО 1639–93П	СО стали легированной типа Р6М5 (С24)	серийное	01.08.2027
ГСО 2909–92П	СО чугуна типа П2 (Ч8)	серийное	01.08.2027
ГСО 1769–88П	СО флюса сварочного плавяного типа АН-20С (Ш7)	серийное	01.08.2027
ГСО 8129–2002	СО пылевывосов доменных (З5)	серийное	01.08.2027
ГСО 8099–2002	СО сталей легированных типов 30ХНМЛ, 30ХГ1, 5МФРЛ, 35ХГСА, 20ХН4ФА, 25Х2ГНМФЛ, 12ДХН1МФЛ (комплект СО УГ81-УГ86)	серийное	01.08.2027
ГСО 2482–93П/ 2487–93П	СО чугунов передельных типов ПФ1, ПФ3, П2, ПВК3 (комплект СО ЧГ1-ЧГ6)	серийное	01.08.2027
ГСО 10930–2017/ ГСО 10933–2017	СО состава угля бурого Павловского месторождения (набор УБ-1СО МИСиС)	серийное	13.12.2027
ГСО 10916–2017	СО состава искусственной газовой смеси – имитатор природного газа (ИПГ-МГПЗ-1)	серийное	30.10.2027
ГСО 10148–2012	СО массовой доли влаги в сухих молочных продуктах	серийное	07.08.2027
ГСО 10900–2017	СО удельной поверхности кварцевого песка (QSiO <sub>2</sub> СО УНИИМ)	серийное	07.08.2027
ГСО 7288–96	СО состава хлороформа	серийное	09.08.2027
ГСО 7289–96	СО состава гексадекана	серийное	09.08.2027
ГСО 7323–96	СО состава изооктана	серийное	09.08.2027
ГСО 7333–96	СО состава толуола	серийное	09.08.2027
ГСО 7337–96/7339–96	СО состава водных растворов ионов бора (комплект № 39К)	серийное	09.08.2027

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство СО	Действует до
ГСО 7340–96/7342–96	СО состава водных растворов ионов селена (IV) (комплект № 24К)	серийное	09.08.2027
ГСО 7374–97	СО удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-1)	серийное	09.08.2027
ГСО 7375–97	СО удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-2)	серийное	09.08.2027
ГСО 7376–97	СО удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-3)	серийное	09.08.2027
ГСО 7377–97	СО удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-4)	серийное	09.08.2027
ГСО 7378–97	СО удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-5)	серийное	09.08.2027
ГСО 8004–93/8006–93	СО состава водных растворов ионов ртути (комплект № 9К)	серийное	09.08.2027
<i>Приказ Росстандарта № 1735 от 14.07.2022 г.</i>			
ГСО 10907–2017	СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле ТВЗТ-80-НС	серийное	26.09.2027
ГСО 10908–2017	СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле ТВЗТ-110-НС	серийное	26.09.2027
ГСО 10904–2017	СО сверхтвердого композита марки MBR5025M (СО MBR5025M)	серийное	06.09.2027
ГСО 10905–2017	СО сверхтвердого композита марки MBR7010M (СО MBR7010M)	серийное	06.09.2027
ГСО 10164–2012	СО состава тетрациклина гидрохлорида	серийное	06.10.2027
ГСО 10165–2012	СО состава левомицетина	серийное	06.10.2027
ГСО 10308–2013	СО состава бензилпенициллина натриевой соли	серийное	13.07.2028
ГСО 10309–2013	СО состава стрептомицина сульфата	серийное	13.07.2028
ГСО 8429–2003	СО состава раствора ионов золота (ЗлР)	серийное	27.12.2027
ГСО 8430–2003	СО состава раствора ионов серебра (СрР)	серийное	27.12.2027
ГСО 8431–2003	СО состава раствора ионов платины (IV) (ПлР)	серийное	27.12.2027
ГСО 8432–2003	СО состава раствора ионов палладия (II) (ПдР)	серийное	27.12.2027
ГСО 10130–2012	СО массовой доли моноароматических полиароматических углеводородов в нефтепродуктах (ПАУ-ДТ-ЭК)	серийное	06.09.2027
ГСО 10201–2013	СО фракционного состава и массовой доли воды в дизельном топливе (ФС-В-ДТ-ЭК)	серийное	06.09.2027
ГСО 10911–2017	СО массовой доли воды в дигидрате молибдата натрия ( $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ СО УНИИМ)	серийное	06.10.2027
<i>Приказ Росстандарта № 2032 от 17.08.2022 г.</i>			
ГСО 8382–2003	СО состава оксида кобальта (комплект КО)	единичное	01.11.2032
<i>Приказ Росстандарта № 2036 от 17.08.2022 г.</i>			
ГСО 10185–2013	СО массовой и объемной доли бензола в нефтепродуктах (СО МОДБ-ПА)	серийное	14.12.2027
ГСО 10186–2013	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (имитатор) (СО СН-ПА-3)	серийное	14.12.2027
ГСО 10187–2013	СО массовой концентрации фактических смол в нефтепродуктах (имитатор) (СО КФСН-ПА)	серийное	14.12.2027
ГСО 10923–2017	СО массовой доли ароматических углеводородов в дизельном топливе (СО АУДТ-ПА)	серийное	20.11.2027
ГСО 10935–2017	СО окислительной стабильности дистиллятных топлив (СО ОСДТ-ПА)	серийное	13.12.2027

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство СО	Действует до
ГСО 11063–2018	СО состава индол-3-карбинола (Интринол – МБФ)	серийное	21.05.2028
ГСО 11166–2018	СО состава дииндолилметана (ДИМ–МБФ)	серийное	29.12.2028
<i>Приказ Росстандарта № 2226 от 07.09.2022 г.</i>			
ГСО 8123–2002	СО показателя преломления жидкостей (комплект ПП)	серийное	20.10.2027
ГСО 8181–2002	СО удельной активности нептуния-237в закиси-окиси урана (комплект СОУ Np)	серийное	03.11.2027
ГСО 8182–2002	СО удельной активности плутония-239в закиси-окиси урана (комплект СОУ Pu)	серийное	03.11.2027
ГСО 9054–2008	СО состава дигидрокверцетина (ДГК-ДИОД)	серийное	30.10.2027
<i>Приказ Росстандарта № 2340 от 22.09.2022 г.</i>			
ГСО 9722–2010	СО состава никеля (комплект НМГ)	единичное	01.12.2028
ГСО 10198–2013	СО состава оксида меди (комплект ОМД)	единичное	01.01.2033
ГСО 10179–2013	СО состава анодов вторичных (СО АВ МЦ-ДМ НН)	единичное	01.11.2032
ГСО 9947–2011	СО состава раствора ионов железа (SRM 3126a)	единичное	30.09.2026
<i>Приказ Росстандарта № 2341 от 22.09.2022 г.</i>			
ГСО 11015–2017	СО состава природного газа магистрального (ПГМ-8-Ек6)	серийное	27.12.2027
ГСО 8868–2007	СО массовой доли инертной пыли в диспергированном угольном порошке (комплект МДПИ)	серийное	10.11.2027
ГСО 10167–2012	СО массовой концентрации иммуноглобулинов класса G к вирусу краснухи в сыворотке, плазме крови человека (КРАСНУХА-IgG-ЛСЧ)	серийное	10.11.2027
ГСО 8700–2005	СО фракционного состава нефти(ФС ТН-1)	серийное	03.11.2027
ГСО 11008–2017/ ГСО 11010–2017	СО состава стали (набор С-85СО ЛЕКО)	серийное	27.12.2027
ГСО 11011–2017/ ГСО 11012–2017	СО состава титана (набор Т-88СО ЛЕКО)	серийное	27.12.2027
<i>Приказ Росстандарта № 2424 от 30.09.2022 г.</i>			
ГСО 8180–2002	СО состава уранилфторида (комплект СОУ Тс)	серийное	03.11.2027
ГСО 7188–95/7189–95	СО состава водных растворов фторид-ионов (комплект № 2А)	серийное	10.11.2027
ГСО 7190–95/7192–95	СО состава водных растворов ионов магния (комплект № 20К)	серийное	10.11.2027
ГСО 7193–95/7194–95	СО состава водных растворов общего азота (комплект № 8А)	серийное	10.11.2027
ГСО 7213–95	СО состава четыреххлористого углерода	серийное	10.11.2027
ГСО 7241–96/7242–96	СО состава водных растворов общего фосфора (комплект № 9А)	серийное	10.11.2027
ГСО 7332–96	СО состава 1,2-дихлорэтана	серийное	10.11.2027
ГСО 7424–97	СО состава раствора нефтепродуктов (смесь гексадекана, изооктана и бензола) в четыреххлористом углероде (НП-1)	серийное	10.11.2027
ГСО 7425–97	СО бихроматной окисляемости воды (Химического потребления кислорода – ХПК)	серийное	10.11.2027

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство СО	Действует до
ГСО 8062–94/8064–94	СО состава водных растворов ионов натрия (комплект № 17К)	серийное	10.11.2027
ГСО 8086–94/8088–94	СО состава водных растворов ионов молибдена (VI) (комплект № 14К)	серийное	10.11.2027
ГСО 10163–2012	СО состава субстанции «Селенокс»	серийное	10.11.2027
ГСО 10202–2013	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (имитатор) (СО ССН-ПА)	серийное	26.01.2028
ГСО 11022–2018	СО максимальной высоты некопящего пламени нефтепродуктов (СО МВНП-ПА)	серийное	21.02.2028

