

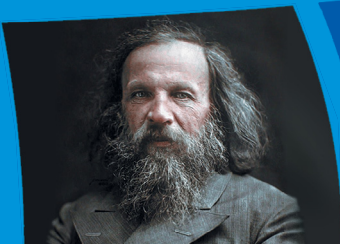
ISSN 2687-0886

ЭТАЛОНЫ СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Том
Vol. **19**

№**1**

2023



**Measurement standards
Reference materials**



ВНИИМ

им. Д. И. Менделеева

Издание зарегистрировано Роскомнадзором.
Свидетельство о регистрации печатного издания: ПИ № ФС77-78423 от 29 мая 2020 г. Свидетельство о регистрации электронного издания: 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»,
г. Екатеринбург, Россия

Журнал издается 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 рекламодатели. Мнение редакции не всегда совпадает с точкой зрения авторов статей.

ЭТАЛОНЫ. СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Научно-технический журнал

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 Абдуллович
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

Щелчков Алексей Валентинович
канд. техн. наук, доцент, ВНИИР – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», г. Казань, Россия

Яковлев Анатолий Борисович
канд. техн. наук, доцент, ВНИИР – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», г. Казань, 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, ЦВЕТООРРЕКЦИЯ

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 25.12.2022.

Дата выхода в свет 25.03.2023.

Формат 60×90 1/8. Печать офсетная.

Бумага ВХИ. Усл. печ. л. 11,5.

Тираж 200 экз. Заказ № 16834.

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. Mendeleyev Institute for Metrology,
19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia

EDITORIAL OFFICE & PUBLISHER

UNIIM – Affiliated Branch of the D.I. Mendeleyev 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. Mendeleyev Institute for Metrology,
Saint Petersburg, Russia

DEPUTY CHIEF EDITOR

Mikhail V. Okrepilov
Dr. Sci. (Eng.), D.I. Mendeleyev Institute for Metrology,
Saint Petersburg, Russia

EDITORIAL TEAM

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

Olga N. Kremleva
UNIIM – Affiliated Branch of the D.I. Mendeleyev 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. Mendeleyev Institute for Metrology,
Saint Petersburg, Russia

Aleksandr S. Katkov
Dr. Sci. (Eng.), D.I. Mendeleyev Institute for Metrology,
Saint Petersburg, Russia

Leonid A. Konopelko
Dr. Sci. (Eng.), D.I. Mendeleyev Institute for Metrology,
Saint Petersburg, Russia

Anatoliy I. Krylov
Dr. Sci. (Chem.), D.I. Mendeleyev Institute for Metrology,
Saint Petersburg, Russia

Boris Ya. Litvinov
Dr. Sci. (Eng.), D.I. Mendeleyev Institute for Metrology,
Saint Petersburg, Russia

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

Anatoliy I. Pokhodun
Dr. Sci. (Eng.), D.I. Mendeleyev Institute for Metrology,
Saint Petersburg, Russia

Valeriy A. Slayev
Dr. Sci. (Eng.), D.I. Mendeleyev 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

Aleksei V. Shchelchikov
Dr. Sci. (Eng.), assistant professor, VNIIR – Affiliated Branch of the
D.I. Mendeleyev Institute for Metrology, Kazan, Russia

Anatoly B. Yakovlev
Cand. Sci. (Eng.), assistant professor, VNIIR – Affiliated Branch of the
D.I. Mendeleyev Institute for Metrology, Kazan, Russia

EXECUTIVE SECRETARY

Elena A. Kognovitskaya
Cand. Sci. (Phys.-Math.), D.I. Mendeleyev Institute for Metrology,
Saint Petersburg, Russia

TECHNICAL SECRETARY

Natalia S. Taraeva
UNIIM – Affiliated Branch of the D.I. Mendeleyev 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: 25.12.2022.
Date of publication: 25.03.2023.
Sheet size 60×90 1/8. Offset printing.
Royal paper. Conventional printed sheets 11.5.
Number of copies 200. Order No 16834.

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



СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Н. А. Мальгинова,
Е. Н. Корчагина, Я. В. Казарцев

5 Перспективы разработки стандартных образцов числа Воббе

А. П. Шипицын,
А. М. Непомилуев, А. Е. Тюрина

17 Стандартные образцы температуры Фазовых переходов органических веществ на основе ацетата натрия безводного и метансульфоната натрия

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Я. В. Казарцев, Е. Н. Корчагина,
И. В. Соловьёв

29 Стандартные образцы температуры плавления органических веществ: перспективы разработки

И. Н. Матвеева, В. В. Толмачев,
А. А. Забелина

41 Применение концепции прослеживаемости при определении механических свойств металлов при статическом растяжении: на примере ГСО 11854-2021

А. А. Юшина, В. А. Асеев,
А. Д. Левин

51 Разработка мер для метрологического обеспечения спектроскопии комбинационного рассеяния

РЕЕСТР УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ, ПРЕДСТАВЛЕННЫХ В ФЕДЕРАЛЬНОМ ИНФОРМАЦИОННОМ ФОНДЕ

Суслова В. В.

65 Сведения о новых типах стандартных образцов



REFERENCE MATERIALS

N. A. Malginova, E. N. Korchagina, Y. V. Kazartsev **5** Prospects for the Development of Reference Materials of the Wobbe Index

A. P. Shipitsyn, A. M. Nepomiluev, A. E. Tyurnina **17** Certified Reference Materials for Phase Transition Temperatures of Organic Substances on the Basis of Anhydrous Sodium Acetate and Sodium Methansulfonate

MODERN METHODS OF ANALYZING SUBSTANCES AND MATERIALS

Y. V. Kazartsev, E. N. Korchagina, I. V. Solovev **29** Melting Point Certified Reference Materials for Organic Substances: Development Perspectives

I. N. Matveeva, V. V. Tolmachev, A. A. Zabelina **41** Application of the concept of traceability in determining the mechanical properties of metals under static tension on the example of GSO 11854-2021

A. A. Yushina, V. A. Aseev, A. D. Levin **51** Development of measures for metrological support of Raman spectroscopy

ASPECTS OF MAINTAINING THE STATE REGISTER OF TYPE APPROVED REFERENCE MATERIALS

V. V. Suslova **65** Data on new Reference Materials Approved



СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Научная статья

УДК 531.758.4

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-1-5-15>



Перспективы разработки стандартных образцов числа Воббе

Н. А. Мальгинова  , Е. Н. Корчагина , Я. В. Казарцев 

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия
 n.a.malginova@vniim.ru

Аннотация: Теплофизические параметры газового топлива, в том числе энергия сгорания и число Воббе, являются одними из его основных параметров при использовании в промышленности. Правильность измерений объемной энергии сгорания газов в настоящее время обеспечена применением комплектов стандартных образцов утвержденного типа низшей объемной энергии сгорания на основе чистых газов: водорода, метана, этана и пропана ГСО 11662–2020 / ГСО 11665–2020 и газовых смесей ГСО 11904–2022 / ГСО 11907–2022, имеющих метрологическую прослеживаемость к ГЭТ 16–2018. Однако при определении числа Воббе возникает необходимость измерения относительной плотности газов по воздуху с установленной прослеживаемостью к ГЭТ 18–2014.

Целью настоящего исследования является повышение точности пикнометрического метода измерения плотности газов для дальнейшей разработки и создания метрологического обеспечения в области измерений числа Воббе. В ходе исследования проведен анализ существующих методов определения плотности газа, в результате которого в основу разрабатываемой методики был положен пикнометрический метод, изложенный в ГОСТ 17310–2002, ГОСТ 34721–2021. Проведена оценка бюджета неопределенности измерений плотности газа пикнометрическим методом. Установлено, что наибольший вклад в суммарную неопределенность вносит определение массы исследуемого газа. Для минимизации неопределенности было решено увеличить внутренний объем пикнометра и использовать модифицированный способ определения его объема.

Для решения поставленной задачи по разработке модифицированной пикнометрической методики измерения плотности газов был изготовлен имитатор пикнометра увеличенного объема в оригинальном конструктивном исполнении. Для опробования разрабатываемой методики была выбрана изготовленная гравиметрическим способом газовая смесь следующего состава: CO_2 – 40,22 мол. %, CH_4 – ост.

Теоретическая значимость полученных результатов заключается в апробации применения модифицированной пикнометрической методики для повышения точности измерений такого параметра газового топлива, как число Воббе. В процессе разработки модифицированной пикнометрической методики опробован алгоритм проведения измерений, получены значения плотности исследуемого газа, проведена оценка бюджета неопределенности измерений плотности.

Практическая значимость полученных результатов настоящего исследования позволит расширить возможность установления метрологических характеристик при проведении метрологического сопровождения анализаторов числа Воббе, а также применить разрабатываемую методику в дальнейшем при контроле точности результатов измерений относительной плотности газов по воздуху.

Ключевые слова: число Воббе, объемная энергия сгорания, относительная плотность газа, методы определения плотности, пикнометрический метод, стандартный образец, газовое топливо

Ссылка при цитировании: Мальгинова Н. А., Корчагина Е. Н., Казарцев Я. В. Перспективы разработки стандартных образцов числа Воббе // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 1. С. 5–15. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-1-5-15>

Статья поступила в редакцию 16.11.2022; одобрена после рецензирования 25.12.2022; принята к публикации 25.12.2022.

REFERENCE MATERIALS

Research Article

Prospects for the Development of Reference Materials of the Wobbe Index

Natalia A. Malginova  , Elena N. Korchagina , Yaroslav V. Kazartsev 

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

 n. a.malginova@vniim.ru

Abstract: The thermophysical properties of gaseous fuel, including the calorific value and the Wobbe index, are one of its main properties for industrial use. The correctness of measurements of the volumetric energy of gas combustion is currently ensured by using sets of certified reference materials of the lowest volumetric energy of combustion based on pure gases: hydrogen, methane, ethane and propane GSO 11662–2020 / GSO 11665–2020 and gaseous mixtures GSO 11904–2022 / GSO 11907–2022 with metrological traceability to GET 16–2018. However, it becomes necessary to measure the gas relative density to air with established traceability to GET 18–2014 when determining the Wobbe index.

The purpose of this research is to improve the accuracy of the pycnometer method for measuring the density of gases for further development and creation of metrological assurance in the field of measuring the Wobbe index.

In the course of the research, an analysis of existing methods for determining the gas density was performed, as a result of which the pycnometer method set forth in GOST 17310–2002, GOST 34721–2021 was taken as the basis for the developed method. The uncertainty budget of gas density measurements was estimated using the pycnometer method. It has been established that the mass determination of the gas under study makes the greatest contribution to the total uncertainty. It was decided to increase the internal volume of the pycnometer and use a modified method for determining its volume to minimize the uncertainty.

An imitator of a pycnometer with an increased volume was manufactured in an original design to solve the task of developing a modified pycnometer method for measuring the gas density. A gravimetrically produced gaseous mixture of the following composition was chosen for testing the developed method: CO₂ – 40.22 mol. %, CH₄ – rest.

The theoretical significance of the results obtained lies in approbation of a modified pycnometer method to improve the measurement accuracy of such a gaseous fuel property as the Wobbe index. In the process of developing a modified pycnometer method, the measurement algorithm was tested, the density values of the studied gas were obtained, and the uncertainty budget of density measurements was estimated.

The practical significance of the results of this research will expand the possibility of establishing metrological characteristics during the metrological assurance of Wobbe index analyzers, as well as apply the developed method in future accuracy control of the measurement results of the gas relative density to air.

Keywords: Wobbe index, volumetric combustion energy, gas relative density, density determination methods, pycnometer method, reference material, gaseous fuel

For citation: Malginova N. A., Korchagina E. N., Kazartsev Ya. V. Prospects for the development of reference materials of the Wobbe index. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(1):5–15. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-1-5-15>

The article was submitted 16.11.2022; approved after reviewing 25.12.2022; accepted for publication 25.12.2022.

Введение

В современном мире в большинстве отраслей промышленности возрастает интерес к использованию альтернативных видов газообразного топлива [1]. В 2019 г. по итогам 21-й конференции Рамочной

конвенции об изменении климата Россия присоединилась к Парижскому соглашению – международному договору в рамках Организации Объединенных Наций. Его цель состоит в замедлении глобального изменения климата. С этого момента в стратегии

социально-экономического развития России (распоряжение Правительства РФ от 29 октября 2021 г. № 3052-р) уделяется особое внимание уменьшению выбросов парниковых газов в атмосферу, в частности, оказывающих негативное воздействие на окружающую среду и климат. Различные виды возобновляемых газовых топлив также важны из-за возможности применения их для производства тепловой энергии, они заменяют ископаемые виды топлива, благодаря чему сокращаются выбросы парниковых газов в атмосферу.

Одним из основных теплофизических параметров газового топлива является число Воббе. Число Воббе определяется как отношение объемной энергии сгорания газа к квадратному корню его относительной плотности по воздуху [2]. Оно характеризует взаимозаменяемость горючих газов в технологических процессах. При смешивании различных газов происходит изменение значения числа Воббе получаемой газовой смеси.

Число Воббе является критически важным фактором при оценке взаимозаменяемости топливных газов в теплоэнергетике [3]. Поэтому измерения числа Воббе активно проводятся во многих процессах, требующих контроля энергии сгорания газообразного топлива. Для контроля и регулирования режимов работы горелочных устройств в настоящее время применяются анализаторы

числа Воббе, которые измеряют энергетическую ценность газового топлива прямыми калориметрическими и некоторыми косвенными методами, совмещая их с методами измерения плотности газов (оптическими или иными [4]).

Разработка и создание метрологического обеспечения в области измерений числа Воббе является актуальной задачей в настоящее время. Одной из задач создания метрологического обеспечения является разработка стандартных образцов числа Воббе, предназначенных для поверки, калибровки и испытаний в целях утверждения типа газовых калориметров и анализаторов числа Воббе.

Для установления и контроля метрологических характеристик средств измерения объемной энергии сгорания газов в 2020–2022 гг. во ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» (в ходе проведенного исследования, описанного в работе [5]) были разработаны и аттестованы комплекты стандартных образцов утвержденного типа низшей объемной энергии сгорания на основе чистых газов: водорода, метана, этана и пропана ГСО 11662–2020 / ГСО 11665–2020 и ГСО 11904–2022 / ГСО 11907–2022. Аттестованные значения низшей объемной энергии сгорания для стандартных образцов чистых газов и газовых смесей представлены в табл. 1.

Таблица 1. Наименование аттестуемой характеристики, интервал допускаемых аттестованных значений и допускаемые значения расширенной неопределенности стандартного образца низшей объемной энергии сгорания газов

Table 1. The name of the certified characteristic, the range of permissible certified values and the permissible values of the expanded uncertainty of the reference material of the lowest volumetric energy of gas combustion

Номер ГСО в наборе	Индекс СО в наборе	Интервал допускаемых аттестованных значений низшей объемной энергии сгорания, $H_{inf}^{25/20}$, МДж/м ³ *	Допускаемое значение относительной расширенной неопределенности (U)** при коэффициенте охвата k=2, %
ГСО 11662–2020	НОЭС-ВНИИМ-H ₂	от 10,03 до 10,26	0,3
ГСО 11663–2020	НОЭС-ВНИИМ-CH ₄	от 33,35 до 33,58	0,3
ГСО 11664–2020	НОЭС-ВНИИМ-C ₂ H ₆	от 59,74 до 59,98	0,3
ГСО 11665–2020	НОЭС-ВНИИМ-C ₃ H ₈	от 86,23 до 86,47	0,3
ГСО 11904–2022	НОЭС-ГС-1-ВНИИМ	от 3,00 до 10,00	0,40
ГСО 11905–2022	НОЭС-ГС-1-ВНИИМ	от 10,00 до 30,00	0,30
ГСО 11906–2022	НОЭС-ГС-1-ВНИИМ	от 30,00 до 36,50	0,20
ГСО 11907–2022	НОЭС-ГС-1-ВНИИМ	от 36,50 до 70,00	0,30

Примечания: * верхний индекс (25/20) обозначает стандартные условия сгорания: температура 25 °С (298,15 К) и давление 101,325 кПа, и стандартные условия при приведении объема газа: температура 20 °С (293,15 К) и давление 101,325 кПа.

** соответствует допускаемой относительной погрешности при доверительной вероятности (P=0,95).

Аттестованные значения СО метрологически прослеживаются к единице низшей объемной энергии сгорания, воспроизводимой Государственным первичным эталоном единиц энергии сгорания, удельной энергии сгорания и объемной энергии сгорания ГЭТ 16–2018 [6]. При этом результаты характеризации получают методами прямых калориметрических измерений на входящих в состав ГЭТ 16–2018 эталонных газовых калориметрах «КАТЕТ», «УСВГ» и «УСНГ» (ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева, РФ).

Но для достоверных измерений числа Воббе возникает необходимость определения относительной плотности газов по воздуху с установленной прослеживаемостью к Государственному первичному эталону единицы плотности ГЭТ 18–2014 [7].

Необходимость измерений абсолютной плотности газов возникла ранее при проведении сличений национальных эталонных газовых калориметров с использованием образцов газовых смесей COOMET 780/RU-a/19 под эгидой международного бюро мер и весов (МБМВ)¹ [8]. В этих сличениях принимали участие метрологические организации России, Турции и Франции. Эталонные газовые калориметры в странах Европы были разработаны в рамках проекта GERG, направленного на решение вопросов метрологического обеспечения газовой отрасли². Калориметры, применяемые в РТВ (Германия) и LNE (Франция), реализуют принцип измерения массовой энергии сгорания газа, в то время как в России измеряют объемную энергию сгорания. Это привело к необходимости решения задачи приведения объемной энергии сгорания к массовому базису с целью сравнения получаемых результатов при проведении сличений в области газовой калориметрии. Решение этой задачи представляется возможным путем определения плотности анализируемого газа.

Поэтому основной целью настоящего исследования является разработка модифицированной пикнометрической методики определения плотности газа.

Для этого были сформулированы следующие задачи исследования: проведение анализа методов определения плотности газа; выбор оптимального метода измерений плотности газа для определения числа Воббе; разработка методики измерений плотности газа; оценка бюджета неопределенности измерений плотности

в рамках разрабатываемой методики, опробование разрабатываемой методики.

Материалы и методы

Выбор метода определения плотности газа

Для определения плотности газов в настоящее время применяются следующие методы измерений: расчетный метод, аэростатический метод, вибрационный, ультразвуковой и пикнометрический метод, наиболее широкое применение среди которых находят расчетный и пикнометрический методы [8].

Расчетный метод основан на вычислении значений физико-химических показателей газовой смеси по известному компонентному составу и описан в международном стандарте ISO 6976. Данный метод предназначен для определения высшей теплоты сгорания, низшей теплоты сгорания, плотности, относительной плотности и числа Воббе для природного газа, имитаторов природного газа, а также иных газообразных топлив, для которых известен компонентный состав. В Российской Федерации этот метод описан в ГОСТ 31369–2008 и применяется совместно с определением компонентного состава.

В аэростатическом методе исследуемый газ и воздух при постоянных давлениях проходят через вертикальные трубки. Во внутренних полостях трубок создаются столбы газа и воздуха одинаковой высоты. Разность давлений в столбах определяется с помощью дифференциального манометра [9].

В основе вибрационного метода определения плотности лежит зависимость между параметрами упругих колебаний, сообщаемых сосуду, заполненному исследуемым газом, и плотностью исследуемого газа. В качестве параметра упругих колебаний в большинстве случаев выступает частота собственных колебаний резонатора, выполненного в виде струны, стержня, трубки, пластины или камертона [10].

Ультразвуковые плотномеры основаны на применении ультразвука для определения плотности газовых сред. Преимуществом данного метода является возможность его применения при исследовании агрессивных сред, так как существует возможность проведения измерений без непосредственного контакта чувствительных элементов с исследуемым веществом [11, 12].

Пикнометрический метод измерений плотности газа основан на последовательном взвешивании стеклянного пикнометра известного внутреннего объема, заполненного осушенным газом, осушенным воздухом или азотом. Данный метод подробно описан в ГОСТ 17310–2002, ГОСТ 34721–2021. В соответствии с ГОСТ 34721–2021,

¹ COOMET № 780/RU/2019 Сличения национальных эталонных газовых калориметров на образцах газовых смесей. URL: <http://www.coomet.org/DB/isapi/isapi.dll>. (дата обращения: 25.10.2022).

² The European gas research group. URL: <https://www.gerg.eu/> (дата обращения 25.10.2022).

плотность исследуемого газа определяют путем заполнения внутреннего объема пикнометра последовательно чистым азотом и исследуемым газом. Доверительные границы абсолютной погрешности пикнометрического метода при доверительной вероятности $P=0,95$ составляют $0,004 \text{ кг/м}^3$.

В результате анализа перечисленных методов был сделан выбор в пользу пикнометрического метода определения плотности газа, поскольку аэростатический, вибрационный и ультразвуковой методы используются, в основном, в потоковом режиме при больших расходах газа, а расчетный метод применим только в том случае, когда известен компонентный состав исследуемой газовой смеси.

Практическое обоснование и апробация пикнометрического метода определения плотности газа

Оценка бюджета неопределенности пикнометрического метода показывает, что наибольший вклад в неопределенность измерений плотности вносит масса исследуемого газа.

С учетом этого для опробования разрабатываемой пикнометрической методики было решено:

- изготовить емкость (имитатор пикнометра) увеличенного объема в оригинальном конструктивном исполнении (внутренний объем емкости увеличивается с 200 см^3 до 1 дм^3 с целью увеличения массы находящегося внутри емкости исследуемого газа);
- реализовать вакуумирование емкости вместо продувки сухим воздухом;
- использовать жидкость-компаратор для определения внутреннего объема емкости.

Модифицированный алгоритм определения плотности газа представляет собой следующую последовательность действий:

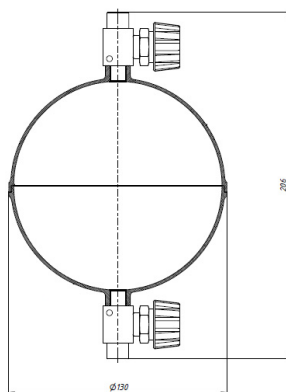


Рис. 1. Схематичный вид емкости-имитатора пикнометра

Fig. 1. A sketch of the pycnometer imitator tank

- определение внутреннего объема емкости;
- вакуумирование емкости;
- определение массы вакуумированной емкости;
- заполнение емкости исследуемым газом;
- определение массы емкости, заполненной исследуемым газом.

Для опробования модифицированной пикнометрической методики была изготовлена емкость-имитатор пикнометра шарообразной формы внутренним объемом около 1 дм^3 (рис. 1, 2) с двумя запорными вентилями. Материал стенок емкости – алюминий. Конструкция запорных вентиляей емкости позволяет производить ее заполнение как газами, так и жидкостями.

Определение внутреннего объема емкости проводилось путем ее заполнения жидкостью-компаратором. В качестве жидкости-компаратора был выбран этиловый спирт по ГОСТ Р 55878–2013. Плотность спирта определялась с использованием плотномера DMA 4200 M (предел допускаемой абсолютной погрешности измерений плотности $0,0002 \text{ г/см}^3$) с прослеживаемостью к ГЭТ 18–2014. Заполненную емкость выдерживали в циркуляционном термостате при температуре $(20,00 \pm 0,02) \text{ }^\circ\text{C}$ не менее 4 часов.

Массу заполненной емкости определяли на весах I класса точности по ГОСТ OIML R76-1-2011. Действительное значение внутреннего объема емкости-имитатора пикнометра определяли по формуле:

$$V = \frac{m - m_{\text{в}}}{\rho_{\text{ж}}}, \text{ см}^3, \quad (1)$$

где: m – масса емкости-имитатора пикнометра, заполненной жидкостью-компаратором, г;

$m_{\text{в}}$ – масса вакуумированной емкости-имитатора пикнометра, г;

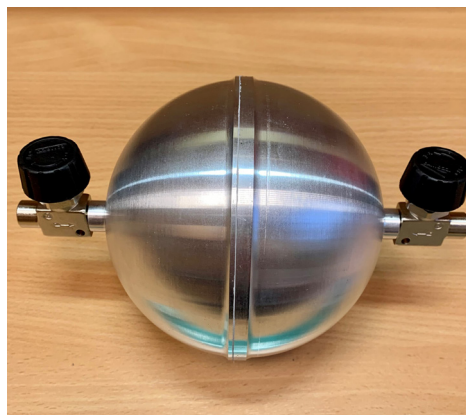


Рис. 2. Фото изготовленной емкости-имитатора пикнометра

Fig. 2. A photograph of the manufactured pycnometer imitator tank

$\rho_{\text{ж}}$ – аттестованное значение плотности жидкостно-компаратора при температуре t , г/см³.

Внутренний объем емкости был определен равным $963,9 \pm 1,2$ см³.

Плотность исследуемого газа определяли путем последовательного определения массы вакуумированной и заполненной газом емкости-имитатора пикнометра. При этом в рабочий журнал вносили параметры окружающей среды (температуру, атмосферное давление, относительную влажность воздуха).

Значение плотности исследуемого газа при температуре 20 °С и давлении 101,325 кПа было получено по формуле:

$$\rho = \frac{M_1 - M_0}{K \cdot V}, \text{ г / см}^3, \quad (2)$$

где: M_1 – результат измерений массы емкости-имитатора пикнометра, заполненной исследуемым газом, г;

M_0 – результат измерений массы вакуумированной емкости, г;

V – действительное значение внутреннего объема емкости-имитатора пикнометра, см³;

K – коэффициент для приведения плотности исследуемого газа при условиях опыта (температура t , атмосферное давление P) к стандартным условиям (293,15 К; 101,325 кПа):

$$K = \frac{293,15 \cdot P}{(273,15 + t) \cdot 101,325}, \quad (3)$$

Относительную плотность (по воздуху) исследуемого газа d определяли по формуле:

$$d = \frac{\rho}{\rho_{\text{возд}}}, \quad (4)$$

где: ρ – плотность газа при условиях $t=20$ °С (293,15 К), $p=101,325$ кПа, г/см³;

$\rho_{\text{возд}}$ – плотность сухого воздуха стандартного состава при температуре $t=20$ °С и давлении $p=101,325$ кПа, г/см³ в соответствии с ГСССД 8–79, равная 1,2044 кг/м³.

Число Воббе исследуемого газа (W в размерности МДж/м³) определяли по формуле:

$$W_{\text{высш./низш}} = \frac{H_{\text{высш./низш}}}{\sqrt{d}}, \quad (5)$$

где: $H_{\text{высш./низш}}$ – высшая или низшая ОТС исследуемого газа, МДж/м³.

Согласно формуле 5, для определения числа Воббе требуется измерение высшей или низшей объемной энергии сгорания (ОТС) исследуемого газа. Для измерений объемной энергии сгорания, в зависимости от вида исследуемого газа, во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева может применяться эталонный газовый калориметр «КАТЕТ» или газовые калориметры-компараторы «УСВГ» или «УСНГ», реализующие относительную расширенную неопределенность передачи единицы ОТС, не превышающую 0,4 %.

В табл. 2 представлены метрологические характеристики эталонных калориметров.

Результаты и обсуждение

Для опробования разрабатываемой модифицированной пикнометрической методики была выбрана газовая смесь, которая использовалась при проведении сличений в области газовой калориметрии в рамках темы СОOMET 780/RU-a/19. Смесь была приготовлена гравиметрическим способом во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева. Аттестованное значение молярной доли определяемого компонента CO₂ – 40,22 %, CH₄ – ост. Относительная расширенная неопределенность аттестации 0,20 % при $P=0,95$.

В табл. 3 представлены значения плотности газовой смеси, полученные способом расчета в соответствии с ГОСТ 31369–2021 (ISO 6976:2016) и по разрабатываемой модифицированной пикнометрической методике при стандартных условиях.

Таблица 2. Метрологические характеристики эталонных газовых калориметров «КАТЕТ», «УСВГ», «УСНГ» (ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева, Россия)

Table 2. The metrological characteristics of reference gas calorimeters «KATET», «USVG», «USNG» (D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, Russia)

Характеристика	«КАТЕТ»	«УСВГ»	«УСНГ»
Диапазон измерений, МДж/м ³	10 – 66	25 – 90	3 – 35
Относительная расширенная неопределенность передачи единицы, $P=0,95$	$16 \cdot 10^{-4}$	$30 \cdot 10^{-4}$	$(30 - 40) \cdot 10^{-4}$

Таблица 3. Результаты определения плотности газовой смеси (CO₂ – 40,22 %, CH₄ – ост.)
Table 3. The results of determining the gaseous mixture density (CO₂ – 40,22 %, CH₄ – rest.)

Результат расчета плотности газовой смеси (CO ₂ – 40,22 %, CH ₄ – ост.) в соответствии с ГОСТ 31369–2021 (ISO 6976:2016)	
Плотность газовой смеси, кг/м ³	1,13797
Расширенная неопределенность, $k=2$, кг/м ³	0,00056
Результат измерений плотности газовой смеси (CO ₂ – 40,22 %, CH ₄ – ост.) по модифицированной пикнометрической методике	
Плотность газовой смеси, кг/м ³	1,1415
Расширенная неопределенность, $k=2$, кг/м ³	0,003

Отличие результатов, полученных с использованием модифицированной пикнометрической методики ρ_{pic} и способом расчета по ГОСТ 31369–2021 ρ_{calc} , оценивали по формуле:

$$\Delta\rho = \frac{|\rho_{pic} - \rho_{calc}|}{\rho_{calc}} \cdot 100\% = 0,3\%, \quad (6)$$

Оцененный бюджет неопределенности измерений плотности газовой смеси с использованием модифицированной пикнометрической методики представлен в таблице 4.

Заключение

Цель настоящего исследования – разработка модифицированной пикнометрической методики определения плотности газа. Необходимость в разработке новой методики, в первую очередь, обусловлена потребностями в разработке стандартных образцов числа Воббе в связи с возрастающими требованиями современной промышленности. С другой стороны, разрабатываемая методика может быть использована при приведении объемной энергии сгорания газа к массовому базису в ходе проведении сличений в области газовой калориметрии.

Таблица 4. Бюджет неопределенности измерений плотности газовой смеси (CO₂ – 40,22 %, CH₄ – ост.)
Table 4. The uncertainty budget for gas mixture density measurements (CO₂ – 40,22 %, CH₄ – rest.)

Бюджет неопределенности измерений плотности газовой смеси (CO ₂ – 40,22 %, CH ₄ – ост.) с использованием модифицированной пикнометрической методики				
Источник неопределенности	Оценка составляющей относительной неопределенности, тип	Распределение вероятности	Коэффициент влияния	Вклад в суммарную относительную стандартную неопределенность, %
СКО среднего арифметического результатов измерений ($n=5$)	$7,4 \cdot 10^{-4}$ Тип А	нормальное	1	не более $7,4 \cdot 10^{-2}$
Измерение массы газа	$4,0 \cdot 10^{-4}$ Тип В	равномерное	1	$4,0 \cdot 10^{-2}$
Измерение внутреннего объема емкости	$7,0 \cdot 10^{-4}$ Тип В	равномерное	-1	$7,0 \cdot 10^{-2}$
Коэффициент для приведения плотности газа к стандартным условиям	$1,0 \cdot 10^{-3}$ Тип В	равномерное	-1	$1,0 \cdot 10^{-1}$
Относительная суммарная стандартная неопределенность, %				не более 0,15
Относительная расширенная неопределенность ($k=2$; $P=0,95$), %				не более 0,30

Основные изменения, вносимые в пикнометрическую методику определения плотности газа, заключаются в увеличении внутреннего объема емкости-имитатора пикнометра и реализации иного способа ее заполнения. В ходе исследований был разработан алгоритм проведения измерений и оценен бюджет неопределенности.

Для опробования разрабатываемой пикнометрической методики была выбрана газовая смесь состава: CO_2 —40,22 %, CH_4 — ост. В результате измерений плотности газа рассматриваемым методом и способом расчета по ГОСТ 31369–2021 было выявлено расхождение, не превышающее 0,3 %, что соответствует расширенной неопределенности измерений по разрабатываемой методике. При этом увеличение внутреннего объема емкости, заполняемой газом, привело к уменьшению неопределенности измерений плотности, по сравнению с классическим пикнометрическим методом, до уровня 0,003 кг/м³.

Таким образом, в результате выполнения работы был сделан обоснованный выбор в пользу модификации пикнометрического метода определения плотности газа.

Теоретическая значимость полученных результатов заключается в апробации применения модифицированной пикнометрической методики для повышения точности измерений числа Воббе газообразного топлива.

Практическая значимость полученных результатов исследования позволяет расширить возможность установления метрологических характеристик газовых калориметров и анализаторов числа Воббе, в том числе при проведении испытаний в целях утверждения типа, а также применять методику при контроле точности результатов измерений относительной плотности газов по воздуху, полученных другими методами измерений.

Настоящее исследование в дальнейшем может получить развитие при реализации метода гидростатического взвешивания емкости с газом с целью дальнейшего повышения точности измерений плотности газа. Для реализации метода гидростатического взвешивания во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева в настоящий момент разработана конструкторская документация и изготовлена новая сферическая замкнутая емкость внутренним объемом 5 дм³.

Благодарности: Исследование выполнено в рамках работ по теме КОOMET 780/RU-a/19 «Сличения национальных эталонных газовых калориметров на образцах газовых смесей».

Авторы выражают благодарность сотрудникам научно-исследовательского отдела госэталонов в области физико-химических измерений ФГУП «ВНИИМ

им. Д. И. Менделеева» за оказанную помощь в подготовке газовых смесей для проведения сличений и опробования разрабатываемой методики, а также сотрудникам научно-исследовательской лаборатории госэталонов в области измерений плотности и вязкости жидкости ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» за консультации и помощь в проведении измерений. Все измерения проводились с использованием оборудования ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Acknowledgments: The research was carried out within the COOMET Project 780/RU-a/19 «Pilot comparisons of national reference gas calorimeters using samples of gas mixtures».

The authors express their gratitude to the employees of the research department for measurement standards in the field of physicochemical measurements of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology for assistance in preparing gaseous mixtures for comparisons and testing the developed method, as well as to the employees of the research laboratory for measurement standards in the field of measuring the density and viscosity of liquids of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology for consultations and assistance in measurements. All measurements were carried out using the equipment of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology.

Вклад соавторов: Мальгинова Н. А. — разработка концепции исследования, проведение исследовательских работ, написание чернового варианта статьи; Корчагина Е. Н. — руководство исследованием, получение финансирования, проверка и редакция текста статьи; Казарцев Я. В. — проведение исследовательских работ, проверка и редакция текста статьи.

Contribution of the authors: Malginova N. A. — development of the research concept, conducting research work, writing a draft of the article; Korchagina E. N. — research management, obtaining funding, revision of the text; Kazartsev Ya. V. — conducting research, revision of the text.

Конфликт интересов: Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов. Материал статьи подготовлен на основе доклада, представленного на V Международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях» (Екатеринбург, 13–16 сентября 2022 г.). Переводная версия статьи на английском языке планируется к публикации в книге Sobina E. et al. (eds.). Reference Materials in Measurement and Technology. RMMT 2022. Switzerland: Springer, Cham.

Conflict of interest: The authors declare no conflict of interest. The material of the article was prepared on the basis of the report presented at the V International Scientific Conference «Reference Materials in Measurement and Technology» (Yekaterinburg, September 13–16, 2022).

A translated version of the article in English is planned for publication in the book Sobina E. et al. (eds.). Reference Materials in Measurement and Technology. RMMT 2022. Switzerland: Springer, Cham.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Global gas report 2022 // International Gas Union. URL: <https://www.igu.org/resources/global-gas-report-2022> (дата обращения: 25.10.2022).
2. Florisson O., Burrie P. H. Rapid determination of the Wobbe index of natural gas // *Journal of Physics E: Scientific Instruments*. 1989. Vol. 22, № 2. P. 123–128. <https://doi.org/10.1088/0022-3735/22/2/009>
3. Fuel flexibility influences on premixed combustor blowout, flashback, autoignition, and stability / T. Lieuwen et al.] // *Journal of Engineering for Gas Turbines and Power*. 2008. Vol. 130, № 1. P. 11506–11510. <https://doi.org/10.1115/1.2771243>
4. Roy P. S., Ryu Ch., Park Ch. S. Predicting Wobbe index and methane number of a renewable natural gas by the measurement of simple physical properties // *Fuel*. 2018. Vol. 224. P. 121–127. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2018.03.074>
5. Мишина К. А., Корчагина Е. Н., Казарцев Я. В. Метрологическое обеспечение газовых калориметров и анализаторов числа Воббе // Эталоны. Стандартные образцы. 2021. Т. 17. № 2. С. 19–32. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-2-19-32>
6. Korchagina E. N., Kazartsev I. V., Yanovskiy D. Yu. The reference calorimeter system for metrological assurance of combustion energy measurements // Die 22. Calorimetry: collection of abstracts of the conference, 7–9 Juni 2017. / Physikalisch-Technische Bundesanstalt. Braunschweig: PTB, 2017. P. 132–134. URL: https://www.kalorimetrietage.ptb.de/fileadmin/documents/kalorimetrietage/22Kaltage_2017/Posterabstracts/Mishina_-_abstracts.pdf
7. История создания и модернизации государственных первичных эталонов единиц динамической, кинематической вязкости жидкости и плотности / К. В. Чекирда // *Измерительная техника*. 2022. № 7. С. 24–29. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-7-24-29>
8. Хацкевич Е. А., Снегов В. С. Погрешности результатов измерений плотности природного газа пикнометрическим и расчетным методами // *Газовая промышленность*. 2011. № 5. С. 84–85.
9. Фарзани Н. Г., Ильясов Л. В. Технологические измерения и приборы. М.: Высшая школа, 1989. 456 с.
10. Лопатин С. С., Пфайффер Х. Датчики предельного уровня для жидкостей. Физические принципы работы и возможности вибрационных датчиков // *Технические средства автоматизации*. 2004, № 12. С. 24–29.
11. Соломичев Р. И., Слоныко А. Н. Оценка физико-химических параметров природного газа акустическим способом // *Сфера. Нефть и Газ*. 2019. № 4(72). С. 46–51.
12. Соломичев Р. И., Слоныко А. Н. Исследование метрологических характеристик системы диагностики УЗ расходомеров UFG при оценке плотности природного газа // *СФЕРА. Нефть и газ*. 2019. № 5(73). С. 92–95.

REFERENCES

1. Global gas report 2022. International Gas Union. Available at: <https://www.igu.org/resources/global-gas-report-2022>. [Accessed 25 November 2018].
2. Florisson O., Burrie P. H. Rapid determination of the Wobbe index of natural gas. *Journal of Physics E: Scientific Instruments*. 1989;22(2):123–128. <https://doi.org/10.1088/0022-3735/22/2/009>
3. Lieuwen T., McDonnell V., Petersen E. L., Santavicca D. Fuel flexibility influences on premixed combustor blowout, flashback, autoignition, and stability. *Journal of Engineering for Gas Turbines and Power*. 2008;130(1):11506–11510. <https://doi.org/10.1115/1.2771243>
4. Roy P. S., Ryu Ch., Park Ch. S. Predicting Wobbe index and methane number of a renewable natural gas by the measurement of simple physical properties. *Fuel*. 2018;224:121–127. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2018.03.074>
5. Mishina K. A., Korchagina E. N., Kazartsev I. V. Metrological assurance of gas calorimeter and wobbe index analyser. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2021;17(2):19–32. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-2-19-32>
6. Korchagina E. N., Kazartsev I. V., Yanovskiy D. Yu. The reference calorimeter system for metrological assurance of combustion energy measurements. In: Die 22. Calorimetry: collection of abstracts of the conference, 7–9 Juni 2017. Braunschweig: PTB; 2017. p. 132–134. URL: https://www.kalorimetrietage.ptb.de/fileadmin/documents/kalorimetrietage/22Kaltage_2017/Posterabstracts/Mishina_-_abstracts.pdf
7. Chekirda K. V., Demyanov A. A., Nekliudova A. A., Domostroeve A. V., Sulaberidze V. Sh. The history of creation and modernization of the state primary standards of units of dynamic, kinematic viscosity of liquid and density. *Measurement Techniques*. 2022;(7):24–29. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-7-24-29>
8. Khatskevich E. A., Snegov V. S. Errors in the results of measuring the density of natural gas using pycnometric and calculation methods. *Gas industry*. 2011;(5):84–85. (In Russ.).
9. Farzane N. G., Iliasov L. V. Technological measurements and devices. Moscow: Vysshaya shkola, 1989. 456 p. (In Russ.).

10. Lopatin S. C., Pfaiffer Kh. Limit level sensors for liquids. Physical principles of operation and possibilities of vibration sensors. *Technical Means of Automation*. 2004;(12):24–29. (In Russ.).
11. Solomichiev R. I., Slonko A. N. Estimation of physical and chemical parameters of natural gas by acoustic method. *Sfera. Oil and Gas*. 2019;(4):46–51. (In Russ.).
12. Solomichiev R. I., Slonko A. N. Investigation of the metrological characteristics of the system for diagnosing ultrasonic flowmeters UFG in assessing the density of natural gas. *Sphere. Oil and Gas*. 2019;(5):92–95. (In Russ.).

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

- ГОСТ 17310-2002 Газы. Пикнометрический метод определения плотности. Минск: Издательство стандартов, 2003. 18 с.
- ГОСТ 31369-2021 (ISO 6976:2016) Газ природный. Вычисление теплоты сгорания, плотности, относительной плотности и числа Воббе на основе компонентного состава. М.: Российский институт стандартизации, 2021. 52 с.
- ГОСТ 34721-2021 Газ природный. Определение плотности пикнометрическим методом. М.: Стандартиформ, 2021. 19 с.
- ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания. М.: Стандартиформ, 2013. 136 с.
- ГОСТ Р 55878-2013 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия. М.: Стандартиформ, 2014. 20 с.
- ГСО 11662-2020 ÷ ГСО 11665-2020 Стандартный образец утвержденного типа низшей объемной энергии сгорания газов (набор НОЭС-ВНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1384812>. (дата обращения: 01.11.2022).
- ГСО 11904-2022 ÷ ГСО 11907 Стандартный образец утвержденного типа низшей объемной энергии сгорания газов (набор НОЭС-ГС-ВНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1398624>. (дата обращения: 01.11.2022).
- ГЭТ 16–2018 Государственный первичный эталон единиц энергии сгорания, удельной энергии сгорания и объемной энергии сгорания / институт хранитель ВНИИМ им. Д.И.Менделеева // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397842>. (дата обращения: 01.11.2022).
- ГЭТ 18–2014 Государственный первичный эталон единицы плотности / институт хранитель ВНИИМ им. Д. И. Менделеева // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397864>. (дата обращения: 01.11.2022).
- О принятии Парижского соглашения: постановление Правительства Российской Федерации от 21.09.2019 № 1228 // Официальный интернет-портал правовой информации. Дата опубликования: 24.09.2019. Номер опубликования: 0001201909240028. URL: <http://publication.pravo.gov.ru/Document/View/0001201909240028>. (дата обращения: 01.11.2022).
- Об утверждении стратегии социально-экономического развития Российской Федерации с низким уровнем выбросов парниковых газов до 2050 года: распоряжение Правительства РФ от 29 октября 2021 года № 3052-р // Официальный интернет-портал правовой информации. Дата опубликования: 01.11.2021. Номер опубликования: 0001202111010022. URL: <http://publication.pravo.gov.ru/Document/View/0001202111010022>. (дата обращения: 01.11.2022).
- ГСССД 8-79 Таблицы стандартных справочных данных. Воздух жидкий и газообразный. Плотность, энтальпия, энтропия и изобарная теплоемкость при температурах 70-1500 К и давлениях 0,1-100 МПа. М.: Стандартиформ, 1980. 12 с.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Наталья Андреевна Мальгинова – инженер научно-исследовательской лаборатории Государственных эталонов и научных исследований в области калориметрии сжигания и высокочистых веществ метрологического назначения, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
Россия, 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., д. 19
e-mail: n.a.malginova@vniim.ru
<https://orcid.org/0000-0003-3938-6775>

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Natalia A. Malginova – Engineer of the laboratory for measurement standards and scientific research in the field of combustion calorimetry and high-purity organic substances for metrological purposes, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM)
19 Moskovskiy ave., St. Petersburg, 190005, Russia.
e-mail: n.a.malginova@vniim.ru
<https://orcid.org/0000-0003-3938-6775>

Елена Николаевна Корчагина – канд. техн. наук, руководитель научно-исследовательской лаборатории Государственных эталонов и научных исследований в области калориметрии сжигания и высокочистых веществ метрологического назначения, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

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

e-mail: e.n.korchagina@vniim.ru

<https://orcid.org/0000-0002-9980-3553>

Ярослав Валерьевич Казарцев – научный сотрудник научно-исследовательской лаборатории Государственных эталонов и научных исследований в области калориметрии сжигания и высокочистых веществ метрологического назначения, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

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

e-mail: y.v.kazartsev@vniim.ru

Researcher ID: GLT-5514–2022

Elena N. Korchagina – Cand. Sci. (Eng.), Head of the laboratory for measurement standards and scientific research in the field of combustion calorimetry and high-purity organic substances for metrological purposes, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM)

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

e-mail: e.n.korchagina@vniim.ru

<https://orcid.org/0000-0002-9980-3553>

Yaroslav V. Kazartsev – Researcher of the laboratory for measurement standards and scientific research in the field of combustion calorimetry and high-purity organic substances for metrological purposes, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM)

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

e-mail: y.v.kazartsev@vniim.ru

Researcher ID: GLT-5514–2022

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Научная статья

УДК 53.082.63

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-1-17-27>



Стандартные образцы температуры фазовых переходов органических веществ на основе ацетата натрия безводного и метансульфоната натрия

А. П. Шипицын , А. М. Непомилуев , А. Е. Тюрнина

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Екатеринбург, Россия
 shipitsyn@uniim.ru

Аннотация: С научно-технологическим прогрессом в области метрологического надзора, химической и фармацевтической промышленности возрастают требования к приборам термического анализа с точки зрения увеличения диапазонов измерений и повышения их точности. Для метрологического обеспечения применяемых приборов термического анализа и прослеживаемости к основным единицам физических величин приобретает особую актуальность изучение определения температуры плавления органических веществ.

Цель исследования состояла в апробации возможности использования органических веществ на основе ацетата натрия и метансульфоната натрия в качестве стандартов температуры фазовых переходов для материалов-кандидатов в стандартные образцы температуры фазовых переходов (СО), прослеживаемых к единице SI величины «температура».

Процедуру измерений температуры фазовых переходов (температуры плавления) проводили методом дифференциальной сканирующей калориметрии с применением термоанализатора STA 449 F5 JUPITER из состава Государственного первичного эталона ГЭТ 173–2017. Определение аттестованного значения СО проводили в соответствии с ГОСТ ISO Guide 35–2015, были оценены вклады в неопределенность от неоднородности исходных материалов, исследована кратковременная и долговременная стабильность материалов.

Полученные метрологические характеристики исследуемой партии СО: интервал допускаемых аттестуемых характеристик температуры плавления фазового перехода у ацетата натрия безводного (328,35–330,35) °С, у метансульфоната натрия (352,05–354,05) °С. Сопоставление аттестованных значений температуры плавления разработанных СО со справочными значениями температуры плавления, представленными в IUPAC, показали, что аттестованные характеристики СО согласуются в пределах $\pm 1,4$ °С.

Теоретическая значимость полученных результатов заключается в доказательстве возможности применения метода дифференциальной сканирующей калориметрии для разработки стандартных образцов утвержденного типа температуры фазовых переходов (набор СО ТПКР) ГСО 11928–2022/ГСО 11929–2022.

Практическая значимость полученных результатов заключается в возможности установления и контроля калибровочной зависимости средств измерений термического анализа; аттестации методик (методов) измерений и контроля точности результатов измерений температуры фазовых переходов металлов, солей металлов, оксидов металлов, полимерных материалов, органических и неорганических веществ.

Ключевые слова: стандартные образцы, термический анализ, температура фазовых переходов, температуры плавления, ацетат натрия безводный, метансульфонат натрия, методика измерений, калибровка, градуировка

Используемые сокращения: ТА – Термический анализ; ДСК – метод дифференциальной сканирующей калориметрии; ФИФ ОЕИ – Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений; ГСО – стандартные образцы утвержденного типа; ТС – термопреобразователь сопротивления

Ссылка при цитировании: Шипицын А. П., Непомилуев А. М., Тюрнина А. Е. Стандартные образцы температуры фазовых переходов органических веществ на основе ацетата натрия безводного и метансульфоната натрия // Эталон. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 1. С. 17–27. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-1-17-27>

Статья поступила в редакцию 17.10.2022; одобрена после рецензирования 30.11.2022; принята к публикации 25.12.2022.

REFERENCE MATERIALS

Research Article

Certified Reference Materials for Phase Transition Temperatures of Organic Substances On the Basis of Anhydrous Sodium Acetate and Sodium Methansulfonate

Artyom P. Shipitsyn , Andrei M. Nepomiluev , Anastasiya E. Tyurnina 

UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, Yekaterinburg, Russia
 shipitsyn@uniim.ru

Abstract: The requirements for thermal analysis instruments are increasing in terms of increasing the measurement ranges and improving their accuracy due to the development of scientific and technological progress in the field of metrological supervision, chemical and pharmaceutical industries. The study of determining the melting point of organic substances is of particular relevance for the metrological support of the applied thermal analysis instruments and traceability to the base units of physical quantities.

The purpose of the research was to test the possibility of using organic substances on the basis of sodium acetate and sodium methanesulfonate as phase transition temperatures standards for candidate material to certified reference materials for phase transition temperatures (CRMs) traceable to the SI unit of the «temperature» value.

The procedure for measuring the phase transition temperatures (melting point) was performed by differential scanning calorimetry using an STA 449 F5 JUPITER thermal analyzer from the GET 173–2017 State Primary Standard. The determination of the CRM certified value was performed in accordance with GOST ISO Guide 35–2015, the contributions to the uncertainty from the heterogeneity of the starting materials were evaluated, and the short-term and long-term stability of the materials were studied.

The obtained metrological characteristics of the investigated batch of CRMs are as follows: the range of permissible certified characteristics of the melting point of the phase transition for anhydrous sodium acetate (328.35–330.35) °C, for sodium methanesulfonate (352.05–354.05) °C. Comparison of the certified melting point values of the developed CRMs with the reference melting point values presented in IUPAC showed that the certified characteristics of the CRMs are consistent within ± 1.4 °C.

The theoretical significance of the obtained results lies in the proof of the possibility of applying the method of differential scanning calorimetry for the development of certified reference materials for phase transition temperatures (a set of TPKR CRMs) GSO 11928–2022/GSO 11929–2022.

The practical significance of the results obtained makes it possible to expand the possibility of establishing and controlling the calibration dependence of thermal analysis measuring instruments; certification of measurement procedures (methods) and accuracy control of the measurement results of the phase transition temperatures of metals, metal salts, metal oxides, polymeric materials, organic and inorganic substances.

Keywords: reference material, thermal analysis, phase transition temperatures, melting point, anhydrous sodium acetate, sodium methanesulfonate, measurement procedure, calibration, standardization

Abbreviations used: TA – thermal analysis; DSC – differential scanning calorimetry; FIF EUM – Federal information fund for ensuring the uniformity of measurements; CRM – certified reference material; RTD – resistance temperature detector

For citation: Shipitsyn A. P., Nepomiluev A. M., Tyurnina A. E. Certified reference materials for phase transition temperatures of organic substances on the basis of anhydrous sodium acetate and sodium methansulfonate. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(1):17–27. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-1-17-27>

The article was submitted 17.10.2022; approved after reviewing 30.11.2022; accepted for publication 25.12.2022.

Введение

ТА является востребованным видом измерений в фармацевтической, химической и других отраслях промышленности [1]. В частности, одним из самых эффективных методов ТА является метод ДСК [2]. Помимо широкого применения для определения температуры и удельной энтальпии плавления органических веществ метод ДСК применяется для исследования полимеров [3–5] и неорганических веществ [6]. Средства измерений температуры плавления применяются научно-исследовательскими и испытательными лабораториями для определения и контроля температуры плавления, каплепадения и размягчения, используемых при разработке и производстве широкой номенклатуры материалов. Получаемые значения теплофизических величин важны для выбора оптимальной температуры технологических процессов, определения наилучших условий хранения материалов, их рабочей температуры при эксплуатации, а также для испытаний косметических средств, жиров и веществ с воскообразной консистенцией. Требования к приборам ТА постоянно возрастают, и это связано с их незаменимостью при решении большинства научных и производственно-технологических задач [7]. В частности, это касается различных типов анализаторов температуры фазовых переходов, в том числе температуры плавления, кипения и различных промежуточных состояний веществ и материалов. Проведенный анализ данных в ФИФ ОЕИ показал, что в настоящее время на территории РФ зарегистрировано более 10 типов анализаторов, таких фирм как Mettler-Toledo GmbH, Bibby Scientific Limited, BUCHI Labortechnik AG и др.

Необходимость создания стандартных образцов температуры фазовых переходов органических веществ связана с тем, что у некоторых типов анализаторов

(например, рег. № 59055-14 и рег. № 67807-17 в ФИФ ОЕИ) погрешность в диапазоне измерений от 180 °C до 400 °C не нормировалась ввиду отсутствия соответствующих стандартных образцов (ГСО). Метрологическое обеспечение осуществлялось при помощи стандартных образцов температуры плавления на основе бензофенона (температура плавления ~ 48 °C) и бензойной кислоты (температура плавления ~ 122 °C). Для других анализаторов (например, рег. № 41280-14, рег. № 71833-18) в дополнение к бензофенону и бензойной кислоте метрологическое обеспечение осуществлялось с помощью ГСО на основе кофеина (температура плавления ~ 238 °C), а также путем применения малогабаритного платинового термопреобразователя сопротивления (ТС). В то же время метрологическое обеспечение с помощью ГСО имеет ряд преимуществ по сравнению с измерением температуры путем сличения с ТС (особенно при калибровке / градуировке): удобство проведения измерений, повышение скорости измерений, непосредственный контакт ГСО с измерительной ячейкой (отсутствие температурных градиентов, связанных с размещением ТС вблизи стенок ячейки прибора).

Таким образом, для метрологического обеспечения СИ более высокой температуры и прослеживаемости к основным единицам физических величин, приобретает особую актуальность изучение определения температуры и удельной энтальпии плавления органических веществ.

Цель настоящего исследования состоит в апробации использования органических веществ на основе ацетата натрия безводного и метансульфоната натрия в качестве стандартов температуры фазовых переходов для материалов-кандидатов в стандартные образцы температуры фазовых переходов, прослеживаемых к единице SI величины «температура» (K (°C)).

Материалы и методы

Реактивы

Ацетат натрия безводный ($C_2H_3O_2Na$) и метансульфонат натрия (CH_3NaO_3S) представляют собой порошок вещества с массовой долей основного компонента (98,0–98,5)%.

Материалами-кандидатами СО были выбраны вещества, имеющие наиболее близкие к верхнему пределу диапазона измерений средств измерений температуры фазового перехода первого рода (плавления).

Оборудование

Термоанализатор STA 449 F5 JUPITER (NETZSCH, Германия), из состава государственного первичного эталона единиц массовой доли, массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах ГЭТ 173–2017, реализующий метод ДСК.

Измерения массы исходного материала проводили на весах лабораторных I (специального) класса точности (Sartorius, Германия) с дискретностью взвешивания 10 мкг и расширенной неопределенностью 80 мкг. Значения массы тигля и массы тигля с навеской получали при десяти параллельных измерениях. Массу навески находили по разности масс.

Методы и процедура исследований

Метод ДСК широко применяется для определения температуры и удельной энтальпии плавления органических веществ [8]. Особенно интенсивно исследуются теплоаккумулирующие материалы [9]. В частности, на основе таких органических соединений, как миристиновая, пальмитиновая и стеариновая кислота [10], сложные эфиры и жирные кислоты [11], проводятся исследования и других теплофизических характеристик органических веществ [12–14]. Дополнительно в пользу данного метода свидетельствует то, что материалы на основе бензофенона ГСО 11070–2018 и бензойной кислоты ГСО 11071–2018 были охарактеризованы этим же методом.

Исследования СО были проведены с использованием аттестованной методики измерений (МИ)

ФР.1.32.2022.42988 в ФИФ ОЕИ, показатели МИ измерений представлены в табл. 1.

Воздействие факторов, влияющих на точность измерений, было сведено к минимуму, а именно:

– тигель: для измерений органических веществ изготовители приборов термического анализа рекомендуют использовать тигли из Pt, чтобы избежать взаимодействия исследуемого материала с материалом тигля, в соответствии с ASTM E967–08. В целях более равномерного распределения тепла в образце использовались закрытые тигли;

– образец: для повышения теплопередачи, а соответственно и точности измерений, очень важен хороший контакт между материалом и дном тигля. В связи с этим были применены плоскодонные тигли. Исходный материал размещался в тигле так, чтобы скрыть дно полностью, после чего проводилось компактирование с помощью специальной оснастки, что является распространенным приемом при пробоподготовке [14]. Масса навесок не превышала 20 мг, чтобы снизить влияние «эффекта массы» и повысить соотношение сигнал/шум > 10 [10, 12, 14], что указано в ГОСТ Р 57931–2017;

– атмосфера: для прецизионных измерений необходимо использовать газ с низкой теплопроводностью, поэтому измерения проводили в атмосфере N_2 чистотой 99,99% при расходе 40 мл/мин.;

– калибровка СИ по температуре: использовался термоанализатор, прошедший калибровку с применением стандартных образцов температуры и теплоты фазовых переходов (комплект СОТСФ) ГСО 2312–82/2316–82. В частности, Ga, In и Sn имеют показатели точности, которые соответствуют рабочим эталонам 1 разряда по второй части государственной поверочной схемы для средств измерений температуры (ГОСТ 8.558–2009). Такая процедура широко применяется научно-исследовательскими организациями для калибровки приборов перед проведением прецизионных измерений, в частности по In и Sn [12–15], согласно рекомендациям ASTM E967–08;

Таблица 1. Диапазоны измерений, значения показателей точности, правильности, повторяемости, внутрिलाбораторной прецизионности, суммарной стандартной и расширенной неопределенности
Table 1. Measurement ranges, values for accuracy, trueness, repeatability, intralaboratory precision, combined standard and expanded uncertainty

Диапазон измерений, °C	Показатель повторяемости, °C	Показатель внутрिलाб. прециз., °C	Показатель правильности, °C	Показатель точности, °C	Суммарная стандартная неопределенность, °C	Расширенная абсолютная неопределенность, °C $P = 0,95$ и $k = 2$
от 200 до 400 вкл.	0,01	0,05	0,12	0,17	0,085	0,17

– чувствительность средств измерений: для повышения чувствительности применен держатель образцов в исполнении DSC/TG (а не DTA/TG) с чувствительностью 1,2 мкВ/мВт;

– скорость нагрева: ввиду того, что более высокие скорости нагрева приводили к сдвигу тепловых эффектов в область более высоких температур, в ходе исследований СО использовали режим нагрева со скоростью 1,0 °С/мин. Данное значение указано в методиках поверки на СИ рег. № 41280 и рег. № 85498 в ФИФ ОЕИ. Дополнительным аргументом в пользу выбранной скорости послужило то, что в мировой практике при анализе аналогичных материалов применяются скорости от 0,5 °С/мин. до 2 °С/мин. [14–17].

Таким образом, можно утверждать, что установление аттестованных значений при иных скоростях увеличит трудоемкость как для пользователей приборов при проведении их калибровки, так и для организаций, осуществляющих поверку таких приборов.

Результаты и обсуждение

Экспериментальные данные при определении аттестованных значений СО приведены на рис. 1, 2.

Термограммы, представленные на рис. 1, 2, обработаны в соответствии с МИ. Полученные данные показывают, что полученное значение СКО результатов измерений не превышает 0,01 °С, что соответствует требованиям МИ.

С учетом того что многие органические вещества активно сублимируют при высоких температурах [18], были проведены измерения потери массы исследуемых материалов. На рис. 3. представлены результаты по ацетату натрия безводному.

Исходя из данных, представленных на термограмме, приведенной на рис. 3, потеря массы в течение 6 часов нагрева, 2,5 часа из которых СО находился при температуре выше температуры плавления, изменилась на 5%, что в пересчете составляет 0,66 мг. При этом значение температуры плавления изменилось в пределах 0,03 °С, что свидетельствует о незначительном влиянии потери массы на аттестованное значение СО и низкой скорости сублимации.

Полученные метрологические характеристики исследуемой партии СО представлены в табл. 2.

Интервал значений, указанный в описании типа СО, у ацетата натрия безводного от 328,35 °С до 330,35 °С, у метансульфоната натрия от 352,05 °С до 354,05 °С, что обусловлено различием массовой доли основного компонента от партии к партии при последующей аттестации материалов в качестве стандартных образцов.

Полученные аттестованные значения температуры плавления СО на основе ацетата натрия безводного согласуются в пределах $\pm 1,4$ °С с литературными справочными значениями [19–21], как показано в табл. 3.

Данные об исследовании метансульфоната натрия с аналогичным химическим составом отсутствуют.

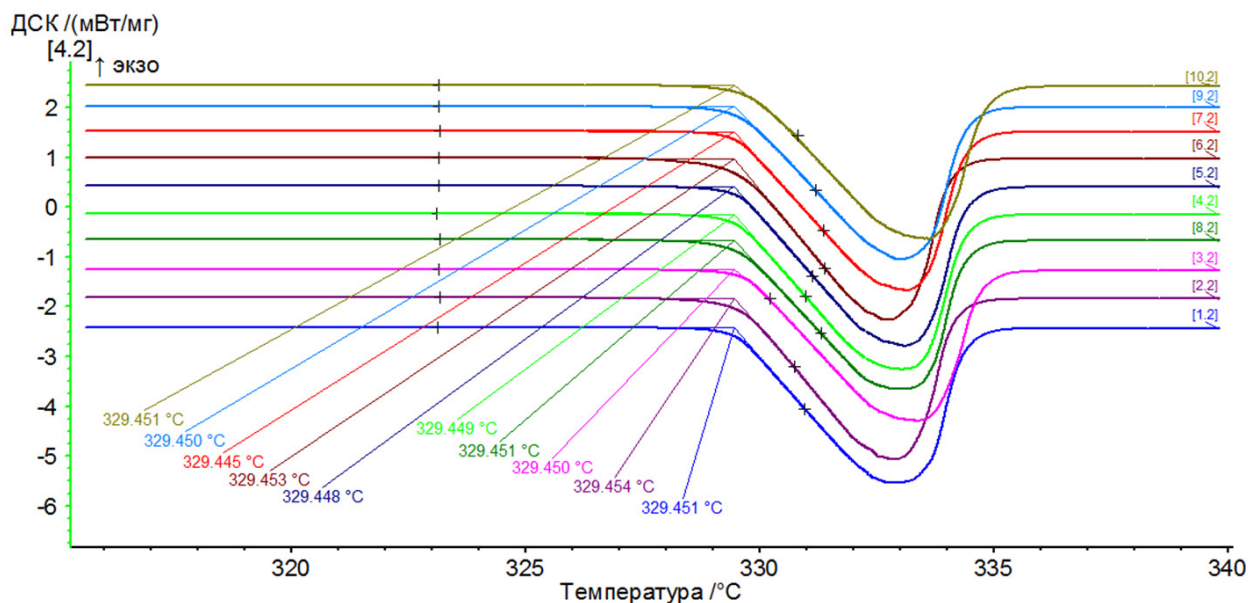


Рис. 1. Термограмма ацетата натрия безводного
Fig. 1. The thermogram of anhydrous sodium acetate

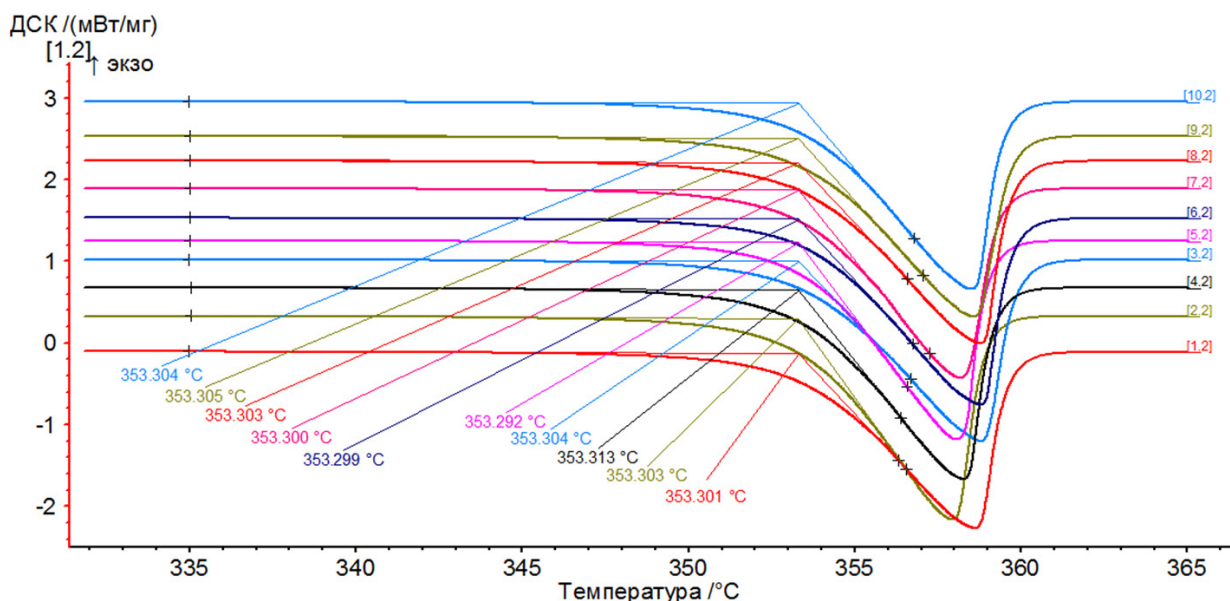


Рис. 2. Термограмма метансульфоната натрия
Fig. 2. The thermogram of sodium methanesulfonate

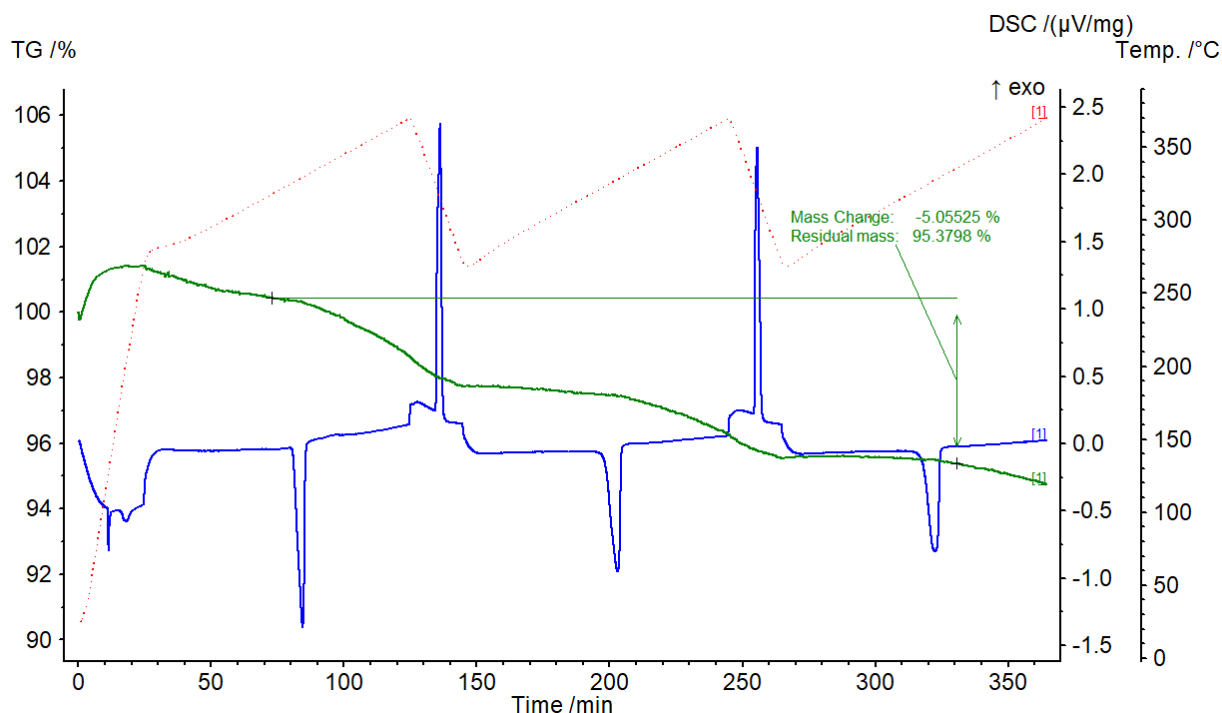


Рис. 3. Потеря массы ацетата натрия безводного
Fig. 3. The mass loss of anhydrous sodium acetate

Принимая во внимание полученные результаты по ацетату натрия безводному и учитывая правильность выбранного метода и условий эксперимента, считаем, что полученные значения являются представительными.

Прослеживаемость аттестованных значений температуры фазового перехода ацетата натрия безводного и метансульфоната натрия обеспечена к единице SI величины «температура», воспроизводимой

Таблица 2. Метрологические характеристики стандартных образцов температуры фазовых переходов (температура плавления)

Table 2. Metrological characteristics of reference materials for phase transition temperatures (melting point)

Аттестуемая характеристика температуры фазовых переходов	Аттестованное значение*	Границы абсолютной погрешности при $P=0,95$	Абсолютная расширенная неопределенность при $P=0,95$ и $k=2$
Температура плавления, ацетата натрия безводного ($C_2H_3O_2Na$), °C	329,45	$\pm 0,20$	0,20
Температура плавления, метансульфоната натрия (CH_3NaO_3S), °C	353,30	$\pm 0,20$	0,20

* Метрологические характеристики СО приведены для режима нагрева со скоростью 1,0 °C/мин.

Таблица 3. Сопоставление аттестованных значений температуры СО плавления ацетата натрия безводного с литературными справочными значениями, значения указаны в °C

Table 3. Comparison of the certified values of the temperature of the CRM melting point of anhydrous sodium acetate with the literature reference values, the values are indicated in °C

Аттестованное значение УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»	[19]	[20]	[21]
329,45	329,62	328,10	328,20

ГЭТ 34–2020, посредством применения при измерениях температуры фазового перехода стандартных образцов ГСО 2312–82/2316–82.

Вышеописанная процедура может быть рекомендована для определения теплофизических характеристик аналогичных веществ, например, таких как сахарин, ванилин и др.

Заключение

Целью настоящей работы являлась апробация результатов исследований применения органических веществ на основе ацетата натрия безводного и метансульфоната натрия в качестве стандартов температуры фазовых переходов для разработки стандартных образцов утвержденного типа температуры фазовых переходов, прослеживаемых к единице SI величины «температура».

В ходе экспериментальных исследований доказана возможность применения процедуры измерений температуры фазовых переходов (плавления) методом дифференциальной сканирующей калориметрии с применением термоанализатора STA 449 F5 JUPITER из состава ГЭТ 173–2017. Процедуру проводили в соответствии с ГОСТ ISO Guide 35–2015. Были оценены вклады в неопределенность от неоднородности исходных материалов, исследованы кратковременная и долговременная стабильность материалов, определены аттестованные значения СО.

Полученные метрологические характеристики исследуемой партии СО: интервал допускаемых аттестуемых характеристик температуры плавления фазового перехода у ацетата натрия безводного (328,35–330,35) °C, у метансульфоната натрия (352,05–354,05) °C. Показано, что аттестованные значения температуры плавления разработанных СО согласуются в пределах $\pm 1,4$ °C со справочными значениями, представленными в IUPAC.

Разработанные СО прошли метрологическую экспертизу и внесены в Реестр утвержденных типов стандартных образцов ФИФ ОЕИ в качестве комплекта стандартных образцов температуры фазовых переходов (набор СО ТПКР) ГСО 11928–2022/ГСО 11929–2022.

Теоретическая значимость полученных результатов заключается в доказательстве возможности применения метода дифференциальной сканирующей калориметрии для проведения испытаний в целях утверждения типа для определения теплофизических характеристик органических веществ на основе ацетата натрия безводного и метансульфоната натрия, а также аналогичных веществ, например, таких как сахарин, ванилин и др.

Практическая значимость полученных результатов заключается в возможности установления и контроля стабильности калибровочной зависимости средств измерений термического анализа; аттестации методик (методов) измерений и контроля точности результатов измерений температуры фазовых переходов металлов,

соединений металлов, оксидов металлов, полимерных материалов, органических и неорганических веществ.

Благодарности: Это исследование не получало финансовой поддержки в виде гранта от какой-либо организации государственного, коммерческого или некоммерческого сектора. Все измерения проводились с использованием оборудования ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Acknowledgments: The research did not receive financial support in the form of a grant from any organization in the public, commercial or non-profit sector. All measurements were performed using the equipment of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology.

Вклад соавторов: Шипицын А. П. – разработка методологии/методики, осуществление формального анализа, написание чернового варианта статьи, проведение исследовательских работ; Непомилуев А. М. – разработка замысла исследования/разработка концепции исследования, проведение исследовательских работ; Тюрнина А. Е. – проверка и редакция текста статьи.

Contribution of the authors: Shipitsyn A. P. – development of a methodology/procedure, implementation of

a formal analysis, writing a draft version of the article, research work. Nepomiluev A. M. – development of the research concept, research work. Tyurnina A. E. – revision and editing of the text.

Конфликт интересов: Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов. Материал статьи подготовлен на основе доклада, представленного на V Международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях» (Екатеринбург, 13–16 сентября 2022 г.). Переводная версия статьи на английском языке планируется к публикации в книге Sobina E. et al. (eds.). Reference Materials in Measurement and Technology. RMMT 2022. Switzerland: Springer, Cham.

Conflict of interest: The authors declare no conflict of interest. The material of the article was prepared on the basis of the report presented at the V International Scientific Conference «Reference Materials in Measurement and Technology» (Yekaterinburg, September 13–16, 2022). A translated version of the article in English is planned for publication in the book Sobina E. et al. (eds.). Reference Materials in Measurement and Technology. RMMT 2022. Switzerland: Springer, Cham.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Feist M. Thermal analysis: basics, applications, and benefit // ChemTexts. 2015. № 1. P. 8. <https://doi.org/10.1007/s40828-015-0008-y>
2. Mehczel J. D., Prime R. B. Thermal Analysis of Polymers: Fundamentals and Applications. New Jersey: John Wiley & Sons, 2009. 688 p.
3. Применение метода дифференциальной сканирующей калориметрии для изучения устойчивости композиционных материалов на основе сверхвысокомолекулярного полиэтилена к облучению электронным пучком / Т. Ю. Киселева [и др.] // Журнал физической химии. 2021. Т. 95, № 5. С. 678–685. <https://doi.org/10.31857/S0044453721050174>
4. Жорин В. А., Киселев М. П. Плавление и кристаллизация полиэтилена высокой плотности в смесях с органическими кислотами и кислотно-основными индикаторами после пластического деформирования под высоким давлением // Журнал физической химии. 2021. Т. 95, № 7. С. 987–993. <https://doi.org/10.31857/S0044453721070311>
5. Greengrass M. A. Thermal study on crystallisation & phase transitions of PA6 by DSC: technical report. 2021. 31 p. URL: <https://www.researchgate.net/publication/335082996> (дата обращения 17.09.2022).
6. Гавричев К. С. Прецизионная калориметрия в ИОНХ РАН (Краткий обзор) // Журнал неорганической химии. 2020. Т. 65, № 5. С. 609–612. <https://doi.org/10.31857/S0044457X20050098>
7. Непомилуев А. М., Казанцев В. В., Шипицын А. П. Перспективы разработки стандартных образцов термодинамических свойств для метрологического обеспечения измерений в области термического анализа и калориметрии в Российской Федерации // Стандартные образцы. 2019. Т. 15, № 3. С. 15–22. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2019-15-3-15-22>
8. Kahwaji S., White M. A. Organic phase change materials for thermal energy storage: influence of molecular structure on properties // Molecules. 2021. Vol. 26, № 21. P. 6635. <https://doi.org/10.3390/molecules26216635>
9. Hafsawati S. L., Mahmoud R. Solid-liquid equilibria of binary systems containing n-tetracosane with naphthalene or dibenzofuran // Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. 2007. Vol. 88. P. 565–570. <https://doi.org/10.1007/s10973-006-8084-2>
10. Phase diagram of palmitic acid-tetradecanol mixtures obtained by DSC experiments / J. L. Zeng [et al.] // Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. 2009. Vol. 95, P. 501–505. <https://doi.org/10.1007/s10973-008-9274-x>
11. Experimental devices to investigate the long-term stability of phase change materials under application conditions / C. Rathgeber [et al.] // Applied Sciences. 2020. Vol. 10, № 22. P. 7968. <https://doi.org/10.3390/app10227968>
12. New aspects of relationship between the enthalpies of fusion of aromatic compounds at the melting temperatures and the enthalpies of solution in benzene at 298.15 K. Part I / M. I. Yagofarov [et al.] // The Journal of Chemical Thermodynamics. 2018. Vol. 116. P. 152–158. <https://doi.org/10.1016/J.JCT.2017.09.006>
13. Ly Huong Bui, Arno de Klerk. Thermal behavior of potassium C1–C12n-alkanoates and its relevance to fischer–tropsch // Journal of Chemical & Engineering Data. 2014. Vol. 59, № 2. P. 400–411. <https://doi.org/10.1021/je400874d>

14. Термоаналитическое исследование фазовых превращений метансульфонатов магния и кальция / Д. А. Косова [и др.] // Журнал неорганической химии. 2020. Т. 65, № 5. С. 679–685. <https://doi.org/10.31857/S0044457X20050128>
15. Measurement of enthalpy curves of phase change materials via DSC and T-history: When are both methods needed to estimate the behaviour of the bulk material in applications? / C. Rathgeber [et al.] // *Thermochimica Acta*. 2014. Vol. 596. P. 79–88. <https://doi.org/10.1016/j.tca.2014.09.022>
16. Pauvonic I., Mehrota A. K. Liquid–solid phase transformation of $C_{16}H_{34}$, $C_{28}H_{58}$ and $C_{41}H_{84}$ and their binary and ternary mixtures // *Thermochimica Acta*. 2000. Vol. 356. P. 27–38. [https://doi.org/10.1016/S0040-6031\(00\)00503-7](https://doi.org/10.1016/S0040-6031(00)00503-7)
17. Study on differential scanning calorimetry analysis with two operation modes and organic and inorganic phase change material (PCM) / C. Barreneche [et al.] // *Thermochimica Acta*. 2013. Vol. 553. P. 23–26. <https://doi.org/10.1016/j.tca.2012.11.027>
18. Learning to Fly: thermochemistry of energetic materials by modified thermogravimetric analysis and highly accurate quantum chemical calculations / N. V. Muravyev [et al.] // *Physical Chemistry Chemical Physics*. 2021. Vol. 23, № 29. P. 15522–15542. <http://doi.org/10.1039/D1CP02201F>
19. Molten alkali metal alkanoates / P. Franzosini [et al.] (eds.). Pergamon Press: IUPAC, 1988. Vol. 33.
20. Franzosini P., Sanesi M. Thermodynamic and transport properties of organic salts : IUPAC chemical data series. Elsevier Ltd., 1980. 289 p. <https://doi.org/10.1016/C2013-0-02976-3>
21. Haynes W. M. CRC handbook of chemistry and physics. 95th Ed. 2014. 2704 p. <https://doi.org/10.1201/b17118>

REFERENCE

1. Feist M. Thermal analysis: basics, applications, and benefit. *ChemTexts*. 2015;1:8. <https://doi.org/10.1007/s40828-015-0008-y>
2. Mehczel J. D., Prime R. B. Thermal analysis of polymers: fundamentals and applications. New Jersey: John Wiley & Sons; 2009. 688 p.
3. Kiseleva T. Y., Ivanenko I. P., Kostenko O. V., Yakuta E. V., Ilyushin A. S., Kovaleva S. A. et al. Application of differential scanning calorimetry to study the resistance of uhmwpe-based composite materials to electron irradiation. *Russian Academy of Sciences*. 2021;95(5):678–685. (In Russ.). <https://doi.org/10.31857/S0044453721050174>
4. Zhorin V. A., Kiselev M. R. Melting and crystallization of high-density polyethylene mixed with organic acids and acid–base indicators after plastic deformation at high pressures. *Russian Journal of Physical Chemistry A*. 2021;95(7):1307–1312. (In Russ.). <https://doi.org/10.31857/S0044453721070311>
5. Greengrass M. A. Thermal study on crystallisation & phase transitions of PA6 by DSC: technical report. 2021. 31 p. Available from: <https://www.researchgate.net/publication/335082996> [Accessed 17 September 2022].
6. Gavrichiev K. S. Precision calorimetry in the kurnakov institute of general and inorganic chemistry of the Russian academy of sciences (igic ras): Brief review. *Russian Journal of Inorganic Chemistry*. 2020;65(5):609–612. (In Russ.). <https://doi.org/10.31857/S0044457X20050098>
7. Nepomiluev A. M., Kazantsev V. V., Shipitsyn A. P. Development of reference materials for thermodynamic properties: metrological support of measurements in the field of thermal analysis and calorimetry in Russia. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2019;15(3):15–22. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2019-15-3-15-22>
8. Kahwaji S., White M. A. Organic phase change materials for thermal energy storage: influence of molecular structure on properties. *Molecules*. 2021;26(21):6635. <https://doi.org/10.3390/molecules26216635>
9. Hafsaoui S. L., Mahmoud R. Solid-liquid equilibria of binary systems containing n-tetracosane with naphthalene or dibenzofuran. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. 2007;88:565–570. <https://doi.org/10.1007/s10973-006-8084-2>
10. Zeng J. L., Cao Z., Yang D. W., Xu F., Sun L. X., Zhang L. et al. Phase diagram of palmitic acid-tetradecanol mixtures obtained by DSC experiments. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. 2009;95:501–505. <https://doi.org/10.1007/s10973-008-9274-x>
11. Rathgeber Ch., Hiebler S., Bayón R., Cabeza L. F., Zsembinszki G., Englmaier G. Experimental devices to investigate the long-term stability of phase change materials under application conditions. *Applied Sciences*. 2020;10:7968. <https://doi.org/10.3390/app10227968>
12. Yagofarov M. I., Nagrimanov R. N., Ziganshin M. A., Solomonov B. N. New aspects of relationship between the enthalpies of fusion of aromatic compounds at the melting temperatures and the enthalpies of solution in benzene at 298.15 K. Part I. *The Journal of Chemical Thermodynamics*. 2018;116:152–158. <https://doi.org/10.1016/J.JCT.2017.09.006>
13. Ly Huong Bui, Arno de Klerk. Thermal behavior of potassium C1–C12n-alkanoates and its relevance to fischer–tropsch. *Journal of Chemical & Engineering Data*. 2014;59(2):400–411. <https://doi.org/10.1021/je400874d>
14. Kosova D. A., Provotorov D. I., Kuzovchikov S. V., Uspenskaya I. A. Thermal analysis study of phase transformations of magnesium and calcium methanesulfonates. *Russian Journal of Inorganic Chemistry*. 2020;65(5):752–757. (In Russ.). <https://doi.org/10.31857/S0044457X20050128>
15. Rathgeber Ch., Miró L., Cabeza L. F., Hiebler S. Measurement of enthalpy curves of phase change materials via DSC and T-history: When are both methods needed to estimate the behaviour of the bulk material in applications? *Thermochimica Acta*. 2014;596:79–88. <https://doi.org/10.1016/j.tca.2014.09.022>
16. Pauvonic I., Mehrota A. K. Liquid–solid phase transformation of $C_{16}H_{34}$, $C_{28}H_{58}$ and $C_{41}H_{84}$ and their binary and ternary mixtures. *Thermochimica Acta*. 2000;356:27–38. [https://doi.org/10.1016/S0040-6031\(00\)00503-7](https://doi.org/10.1016/S0040-6031(00)00503-7)

17. Barreneche C., Solé A., Miró L., Martorell I., Fernández A. Inés, Cabeza L. F. Study on differential scanning calorimetry analysis with two operation modes and organic and inorganic phase change material (PCM). *Thermochimica Acta*. 2013;553:23–26. <https://doi.org/10.1016/j.tca.2012.11.027>
18. Muravyev N. V., Monogarov K. A., Melnikov I. N., Pivkina A. N., Kiselev V. G. Learning to fly: thermochemistry of energetic materials by modified thermogravimetric analysis and highly accurate quantum chemical calculations. *Physical Chemistry Chemical Physics*. 2021;23(29):15522–15542. <http://doi.org/10.1039/D1CP02201F>
19. Franzosini P., Ferloni P., Spinolo G., Schiraldi A. Molten alkali metal alkanoates. Pergamon Press: IUPAC; 1988. Vol. 33.
20. Franzosini P., Sanesi M. Thermodynamic and transport properties of organic salts : IUPAC chemical data series. Elsevier Ltd.; 1980. 289 p. <https://doi.org/10.1016/C2013-0-02976-3>
21. Haynes W. M. CRC handbook of chemistry and physics. 95th Ed. 2014. 2704 p. <https://doi.org/10.1201/b17118>

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

ASTM E 967-08 Standard test method for temperature calibration of differential scanning calorimeters and differential thermal analyzers.

М.241.0036/RA.RU.311866/2022 Методика измерений температуры фазовых переходов метансульфоната натрия ($\text{CH}_3\text{NaO}_3\text{S}$) и ацетата натрия безводного ($\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2\text{Na}$) методом дифференциальной сканирующей калориметрии // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/16/items/1399257> (дата обращения: 10.10.2022).

ГОСТ ISO Guide 35-2015 Стандартные образцы – Общие и статистические принципы сертификации (аттестации) = Reference materials. General and statistical principles for certification. Москва: Стандартинформ, 2017. 62 с.

ГОСТ 8.558-2009 ГСИ. Государственная поверочная схема для СИ температуры = State system for ensuring the uniformity of measurements. State verification schedule for means measuring temperature. Москва: Стандартинформ, 2019. 14 с.

ГОСТ Р 57931-2017 Композиты полимерные. Определение температуры плавления и кристаллизации методами термического анализа Composites. Determination of melting and crystallization temperatures by thermal analysis. Москва: Стандартинформ, 2017. 14 с.

ГСО 11070-2018 Стандартный образец утвержденного типа температуры плавления бензофенона ($\text{C}_{13}\text{H}_{10}\text{O}$) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/593689> (дата обращения: 10.10.2022).

ГСО 11071-2018 Стандартный образец утвержденного типа температуры плавления бензойной кислоты ($\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_2$) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/394949> (дата обращения: 10.10.2022).

Реестр утверждённых типов средств измерений // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4> (дата обращения: 10.10.2022).

ФИФ 59055-14 Приборы для измерения температуры плавления // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/372174> (дата обращения: 10.10.2022).

ФИФ 67807-17 Приборы для измерения температуры плавления // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/381782> (дата обращения: 10.10.2022).

ФИФ 41280-14 Анализаторы температуры плавления // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/351558> (дата обращения: 10.10.2022).

ФИФ 71833-18 Анализаторы температуры плавления // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/397353> (дата обращения: 10.10.2022).

ФИФ 85498-22 Анализаторы температуры плавления // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/1399531> (дата обращения: 10.10.2022).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Шипицын Артем Павлович – ведущий инженер лаборатории термометрии и поверхностной плотности УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

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

e-mail: shipitsyn@uniim.ru

<https://orcid.org/0000-0002-8499-369X>

Непомилуев Андрей Михайлович – старший научный сотрудник лаборатории термометрии и поверхностной плотности УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

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

e-mail: nepomiluevam@uniim.ru

<https://orcid.org/0000-0002-8654-9189>

Тюрнина Анастасия Евгеньевна – канд. физ.-мат. наук, заместитель заведующего лабораторией термометрии и поверхностной плотности УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

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

e-mail: anastasiya.uniim@mail.ru

<https://orcid.org/0000-0002-2032-3427>

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Artyom P. Shipitsyn – Leading Engineer of the laboratory of thermometry and surface density, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology

4 Krasnoarmeyskaya str., Yekaterinburg, 620075, Russia

e-mail: shipitsyn@uniim.ru

<https://orcid.org/0000-0002-8499-369X>

Andrei M. Nepomiluev – Senior Researcher of the laboratory of thermometry and surface density, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology

4 Krasnoarmeyskaya str., Yekaterinburg, 620075, Russia

e-mail: nepomiluevam@uniim.ru

<https://orcid.org/0000-0002-8654-9189>

Anastasiya E. Tyurnina – Cand. Sci. (Phys.-Math.), Deputy Head of the laboratory of thermometry and surface density, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology

4 Krasnoarmeyskaya str., Yekaterinburg, 620075, Russia

e-mail: anastasiya.uniim@mail.ru

<https://orcid.org/0000-0002-2032-3427>

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Научная статья

УДК 54.084

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-1-29-40>



Стандартные образцы температуры плавления органических веществ: перспективы разработки

Я. В. Казарцев , Е. Н. Корчагина , И. В. Соловьёв

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия,
✉ Y. V. Kazartsev@vniim.ru

Аннотация: Область измерений температуры плавления высокочистых органических веществ на сегодняшний день включает большое количество средств измерений, используемых в сфере медицины, биологии, производства парфюмерно-косметической продукции.

Цель данного исследования – выявление особенностей и обоснование подходов к разработке стандартных образцов температуры плавления органических веществ, обеспеченных метрологической прослеживаемостью к основным единицам СИ величины «температура» (°C).

В задачи исследования входило обоснование выбора веществ-кандидатов на роль СО; определение процедуры аттестации СО; установление ограничений, влияющих на процедуру аттестации; оценка неопределенности для аттестованных значений температуры плавления СО.

В ходе исследования выполнен анализ состояния метрологического обеспечения в области измерений температуры плавления. Представлено краткое описание эталонного комплекса, предназначенного для измерений температуры плавления и степени чистоты органических веществ в диапазоне от +40 °C до +250 °C, приведена его функциональная схема. Сформулированы основные требования к веществам – кандидатам на роль СО. Рассмотрены результаты определения температуры плавления бензофенона, бензойной кислоты, янтарной кислоты, антрацена и кофеина, полученные методом прямых измерений температуры фазового перехода и методом косвенных измерений, основанным на регистрации момента оптической прозрачности исследуемых веществ. Представлены результаты межлабораторных сличительных испытаний на образцах исследуемых веществ, позволившие получить достоверные данные по температуре возникновения оптической прозрачности при различной скорости нагрева. Предложен способ согласования результатов, заключающийся в представлении в паспортах разрабатываемых СО аттестованного значения температуры плавления, определяемой методом прямых измерений температуры фазового перехода в термодинамическом режиме, а также аттестованных значений температуры оптической прозрачности при различных скоростях нагрева, как дополнительных характеристик вещества. Сформулированы исследовательские задачи для дальнейшей работы.

Теоретическая значимость полученных результатов заключается в разработке теоретико-методологических подходов к процедуре аттестации СО температуры плавления на основе чистых органических веществ, позволяющих на более качественном уровне повысить точность проводимых измерений в области термического анализа.

Ключевые слова: температура плавления, анализаторы температуры плавления, стандартные образцы температуры плавления, термический анализ, скорость нагрева, эталон температуры

Используемые сокращения: ГПС – Государственная поверочная схема; МСИ – межлабораторные сличительные испытания; СИ – средства измерений; СО – стандартный образец; ФИФ ОЕИ – Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в России

Ссылка при цитировании: Казарцев Я. В., Корчагина Е. Н., Соловьёв И. В. Стандартные образцы температуры плавления органических веществ: перспективы разработки // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 1. С. 29–40. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-1-29-40>

Статья поступила в редакцию 16.09.2022; одобрена после рецензирования 25.10.2022; принята к публикации 25.12.2022.

MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

Research Article

Melting Point Certified Reference Materials for Organic Substances: Development Perspectives

Yaroslav V. Kazartsev  , Elena N. Korchagina , Igor V. Solovev 

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

 Y. V. Kazartsev@vniim.ru

Abstract: The field of the melting point measurements of high-purity organic substances today includes a large number of measuring instruments used in the field of medicine, biology, and the production of perfumery and cosmetic products. The purpose of the research is to identify the features and justify approaches to the development of melting point certified reference materials of organic substances provided with metrological traceability to the SI base measurement units «temperature» (°C).

The objectives of the research included justification of the choice of substances-candidates for CRMs; determination of the certification procedure for RMs; establishment of restrictions affecting the certification procedure; estimation of uncertainty for certified values of the melting point CRMs.

In the course of the research, a state analysis of metrological assurance in the field of melting point measurements was performed. An overview of the reference complex designed to measure the melting point and purity of organic substances in the range from +40 °C to +250 °C is presented, its functional diagram is given. The basic requirements for substances-candidates for CRMs are identified. The study presents the results of determining the melting point of benzophenone, benzoic acid, succinic acid, anthracene, and caffeine obtained by direct measurements of the phase transition temperature and by indirect measurements based on recording the moment of optical transparency of the substances under study. The results of interlaboratory comparisons on samples of the studied substances are presented, which made it possible to obtain reliable data on the temperature of the emergence of optical transparency at different heating rates. A method for reconciling the results is proposed; it consists in presenting the certified value of the melting point determined by the method of direct measurements of the phase transition temperature in the thermodynamic mode, as well as the certified values of the optical transparency temperature at various heating rates as additional characteristics of the substance in the passports of the developed CRMs. Research objectives for further work are formulated.

The theoretical significance of the results obtained lies in the development of theoretical and methodological approaches to the certification of melting point CRMs based on pure organic substances, which make it possible to improve the measurement accuracy in the field of thermal analysis at a higher quality level.

Keywords: melting point, melting point analyzers, melting point certified reference materials, thermal analysis, heating rate, temperature standard

Abbreviations used in the article: ILC – interlaboratory comparison; MI – measuring instrument; CRM – certified reference material; FIF EUM – Federal Information Fund for Ensuring the Uniformity of Measurements in Russia

For citation: Kazartsev Ya. V., Korchagina E. N., Solov'ev I. V. Melting point certified reference materials for organic substances: development perspectives. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(1):29–40. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-1-29-40>

The article was submitted 16.09.2022; approved after reviewing 25.10.2022; accepted for publication 25.12.2022.

Введение

Температура плавления является одним из ключевых физико-химических свойств органических веществ, поскольку она определяет ряд других свойств, в том числе степень чистоты, давление насыщенного пара и растворимость [1–4].

Область измерений температуры плавления высокочистых органических веществ на сегодняшний день включает большое количество средств термического анализа различных типов [5–7], используемых, в частности, в сфере медицины, биологии, производства парфюмерно-косметической продукции [8].

В роли производителей измерительного оборудования выступают в основном ведущие зарубежные изготовители, например, Mettler Toledo, Buchi Labortechnik, Bibby Scientific и т. д. Выпускаемые ими СИ – анализаторы температуры плавления органических веществ – отличаются достаточно высокой точностью, производительностью и степенью автоматизации процесса измерений. Более 10 типов таких анализаторов внесены в ФИФ ОЕИ, многие из них проходят ежегодную периодическую поверку. Анализаторы используются в крупных медицинских и фармацевтических компаниях, различных научных центрах и химических лабораториях.

Большинство анализаторов температуры плавления реализуют косвенный метод измерений, основанный на регистрации момента возникновения оптической

прозрачности исследуемого вещества в ходе его плавления в стеклянном капилляре при различной скорости нагрева. Наблюдение за агрегатным состоянием образцов осуществляется, как правило, при помощи цифровой фото-видеокамеры. Регистрация момента возникновения оптической прозрачности вещества возможна как в ручном, так и в автоматическом режиме с помощью измерения интенсивности светового потока, проходящего через образец.

В связи с необходимостью наблюдения эффекта оптической прозрачности расплава при поверке и калибровке таких СИ затруднительно применить меры температуры на основе фазовых переходов металлов, метрологические характеристики которых могут быть определены с высокой точностью [9].

В настоящее время метрологическое обеспечение данной области измерений включает ряд СО температуры плавления свойств чистых органических веществ зарубежного производства – бензофенона, бензойной кислоты, кофеина, а также некоторые СО других физико-химических свойств [10]. СО, общие сведения о которых представлены в табл. 1, предназначены для использования на территории РФ при проведении поверки и калибровки анализаторов.

В качестве аттестованного значения температуры плавления для указанных СО принимается температура наступления оптической прозрачности расплава,

Таблица 1. Общие сведения о стандартных образцах утвержденного типа температуры плавления, утвержденных в РФ (на основе сведений ФИФ ОЕИ)

Table 1. General information on melting point certified reference materials approved in the Russian Federation (based on information from FIF EUM)

№ в Госреестре СО	Вещество	Производитель	Аттестованное значение, °С	Расширенная неопределенность, °С
ГСО 7895–2001	Кофеин	Sigma-Aldrich Chemie GmbH, Швейцария	235,0–237,0	±0,3
ГСО 11070–2018	Бензофенон	АО «Меттлер-Толедо Восток», Россия	47,6–48,6	±0,2
ГСО 11071–2018	Бензойная кислота	АО «Меттлер-Толедо Восток», Россия	122,1–124,8	±0,2

а диапазон аттестованного значения характеризует зависимость этой температуры от скорости нагрева образца.

Часто производитель либо поставщик СИ комплектует выпускаемый прибор набором импортных СО, предназначенных для проведения калибровки. Метрологические характеристики таких СО устанавливаются прослеживаемостью к зарубежным первичным эталонам [11]. Для характеристики могут применяться как методы классической термометрии [12], так и методы измерений теплот фазовых переходов при помощи эталонных адиабатических калориметров [13, 14].

Эксплуатируемые анализаторы температуры плавления обеспечивают возможность проведения измерений в диапазоне от комнатной температуры до +350...+400 °С, причем наибольшей практической значимостью для промышленности обладает диапазон от комнатной температуры до +250 °С, в котором неопределенность измерений приборов, согласно сведениям ФИФ ОЕИ, нормируется на уровне $\pm 0,3... \pm 0,5$ °С.

Исходя из этого СО как отечественного, так и зарубежного производства, обладающих расширенной неопределенностью аттестованного значения в пределах 0,2–0,3 °С, становится недостаточно, чтобы полностью удовлетворить потребности современной промышленности.

В связи со сказанным цель данного исследования – выявление особенностей и обоснование подходов к разработке стандартных образцов температуры плавления органических веществ, обеспеченных метрологической прослеживаемостью к основным единицам SI величины «температура» (°С).

В задачи исследования входит следующее: обоснование выбора веществ-кандидатов на роль СО; определение процедуры аттестации СО; установление ограничений, влияющих на процедуру аттестации; оценка неопределенности для аттестованных значений температуры плавления с целью повышения достоверности измерений в области термического анализа.

Материалы и методы

Выбор веществ, предназначенных в дальнейшем для утверждения в качестве СО температуры плавления, является особенно важным этапом исследований, поскольку результаты измерений температуры плавления в значительной степени зависят от свойств исследуемых веществ.

К органическим веществам, которые были выбраны для исследований в качестве веществ-кандидатов на роль СО, были определены следующие основные требования:

– температура плавления вещества должна находиться в диапазоне от комнатной температуры до +250 °С (с учетом характеристик уже утвержденных СО и требований, утвержденных методик поверки средств измерений);

– вещество должно быть химически стабильным в течение всего процесса плавления, плавиться без разложения и опасности воспламенения;

– вещество во всех агрегатных состояниях не должно быть токсичным, опасным для здоровья человека и состояния аналитической аппаратуры;

– вещество должно быть доступным к приобретению; образцы исходного вещества высокой степени чистоты (не менее 99,0 мол. %) должны серийно выпускаться предприятиями химической промышленности;

– поскольку в большинстве СИ используется открытый капиллярный метод, вещество должно иметь низкую испаряемость, которая может быть оценена по данным о давлении насыщенных паров.

В связи с перечисленными требованиями для исследований были выбраны следующие чистые органические вещества: бензофенон, бензойная кислота, янтарная кислота, антрацен, кофеин. Каждый материал-кандидат на роль СО представлял собой мелкодисперсную поликристаллическую порцию вещества с молярной долей основного компонента не менее 99,0 %, расфасованную из тары производителя в стеклянные вials с завинчивающимися крышками по $5,0 \pm 0,1$ г. Проверка стабильности и однородности материалов производилась в соответствии с требованиями ГОСТ Р 50779.60–2017.

Для сравнительного анализа полученных в ходе исследования результатов применялись СО температуры плавления бензофенона, бензойной кислоты и кофеина (ГСО 11070–2018, ГСО 11071–2018, ГСО 7895–2001) производства Fluka Chemie AG (Швейцария), предназначенные для работы с анализаторами оптического принципа регистрации.

Целесообразно дать определение температуре плавления, чтобы исключить возможность ее произвольной трактовки. Под температурой плавления вещества следует понимать такую температуру, при которой может быть достигнуто термодинамическое равновесие твердой и жидкой фазы исследуемого вещества, при этом жидкая фаза имела бы первоначальный состав, а количество кристаллов твердой фазы стремилось бы к нулю [1, 2].

С введением в действие новой ГПС для СИ температуры (взамен ГОСТ 8.558–2009) появились и новые требования к метрологическим характеристикам

мер температуры на основе чистых органических веществ (рабочим эталонам 3-го разряда) и к эталонному оборудованию для передачи единицы температуры данным мерам (рабочим эталонам 2-го разряда).

В целях соблюдения требований к передаче единицы температуры во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева был создан и исследован опытный образец эталонного комплекса для измерений температуры плавления и степени чистоты органических веществ «КриоТерм».

Эталонный комплекс удовлетворяет требованиям, предъявляемым новой ГПС к рабочему эталону температуры 2-го разряда (границы доверительной погрешности измерений температуры при доверительной вероятности 0,95 не превышают $\pm 0,1$ °C в диапазоне измерений температуры от +40 до +250 °C).

Эталонный комплекс, устройство которого подробно описано в работах [15, 16], предоставляет возможность измерений температуры плавления органических веществ с прослеживаемостью к Государственному первичному эталону температуры ГЭТ 34–2020. Измерения проводятся способом регистрации изменения температуры вещества в процессе фазового перехода – в соответствии с принятым определением температуры плавления. В качестве датчиков температуры в эталонном комплексе используются платиновые термометры сопротивления (номинал 50 Ом, 100 Ом), подключенные к измерительной системе

на базе прецизионного цифрового мультиметра Keithley 2002 (Компания «Keithley Instruments, Inc.», США).

Функциональная схема эталонного комплекса представлена на рис. 1 [16].

Эталонный комплекс состоит из двух установок:

1. Установка для измерений температуры плавления органических веществ в диапазоне температуры от +40 до +250 °C, реализующая классический для термометрии метод прямых измерений температуры фазового перехода. Исследуемое вещество помещается в ампулу из молибденового стекла, расположенную в калибраторе температуры, обеспечивающем режим нагрева. Датчик температуры находится в непосредственном контакте с исследуемым веществом. Определение температуры плавления производится способом обработки графика фазового перехода в области изменения знака первой производной (точка перегиба при переходе к нагреву жидкой фазы).

2. Установка криометрического анализа, предназначенная для измерений температуры плавления и суммарной молярной доли примесей органических веществ. Диапазон измерений температуры плавления от +40 до +200 °C для веществ с молярной долей основного компонента от 99,000 % до 99,995 %. Измерения температуры производятся в ячейке плавления при поддержании постоянного теплового потока, что позволяет достоверно установить период пребывания

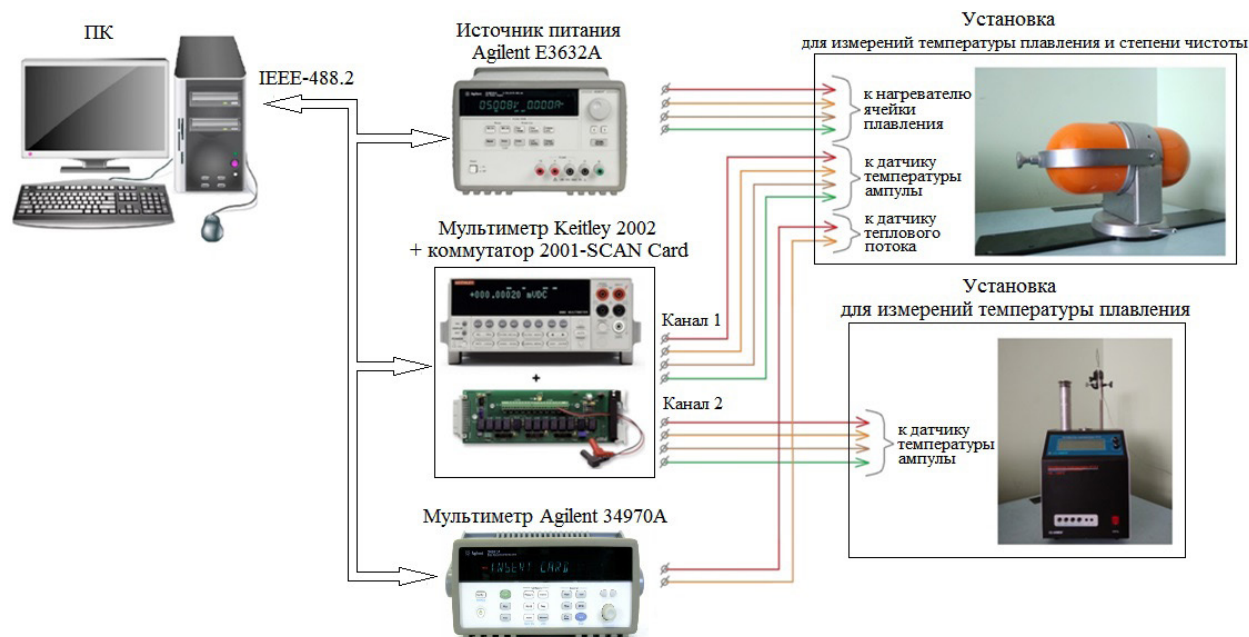


Рис. 1. Функциональная схема эталонного комплекса «КриоТерм», соответствующего метрологическим характеристикам рабочего эталона температуры 2-го разряда

Fig. 1. The functional diagram of the reference complex «Kryotherm» corresponding to the metrological characteristics of the working temperature standard of the 2nd category

вещества в состоянии термодинамического равновесия. Определение температуры плавления проводится способом обработки графика зависимости температуры от обратной доли жидкой фазы в области, соответствующей состоянию двухфазного равновесия. Описание конструкции ячейки плавления, разработанной во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева, представлено в авторском свидетельстве [17], принцип обработки результатов измерений рассмотрен в работах [15, 16].

Термодинамический режим проведения эксперимента на эталонном комплексе обеспечивается заданием малой скорости нагрева вещества (0,1–0,2 °С/мин.) и продолжительным процессом плавления (временной период «площадки» в области существования двух фаз – не менее 15 минут для образца с массой навески не более 2 г), что в большей степени обеспечивает условия приближения к термодинамическому равновесию.

Результаты и обсуждение

При обработке результатов измерений, полученных при помощи установки на основе калибратора температуры, за температуру плавления вещества на графике температуры T от времени t принимали точку перегиба, после которой начинался резкий рост температуры – нагрев вещества, перешедшего в жидкую фазу. Данная точка, по мнению авторов, характеризует завершающий момент разрушения кристаллической решетки вещества и позволяет найти температуру плавления в соответствии с ранее принятым определением.

Сводные данные по обработке результатов экспериментов представлены в табл. 2.

Определить температуру плавления по координате точки перегиба на оси абсцисс также возможно из графика скорости нагрева U от температуры T . Помимо этого, график $U(T)$ позволяет оценить динамику процесса плавления и термическую стабильность вещества – в условиях повторяемости температуры в точке перегиба во множественных циклах «плавление–кристаллизация» (рис. 2).

Так, для янтарной кислоты, по сравнению с остальными исследуемыми веществами, была установлена значительно худшая повторяемость температуры плавления, а также профиля скорости нагрева (рис. 2, «в»).

Это дало повод предположить о термической нестабильности вещества и его непригодности к использованию в качестве СО.

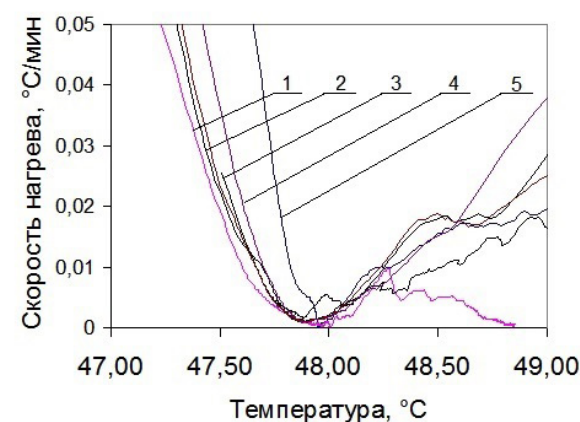
Следует принять во внимание, что температура плавления, получаемая способом классической термометрии (табл. 2), часто не совпадает с аттестованными значениями температуры плавления утвержденных СО (табл. 1).

Этот факт подтвердил сравнительный анализ результатов исследований веществ одних и тех же партий различными методами – в данном случае методом классической термометрии и методом регистрации момента оптической прозрачности вещества. В роли объекта исследований выступали СО температуры плавления бензофенона, бензойной кислоты и кофеина ГСО 11070–2018, ГСО 11071–2018, ГСО 7895–2001. Как показано в табл. 3, для образцов бензойной кислоты и кофеина установлено отличие температуры, соответствующей моменту полного разрушения кристаллической

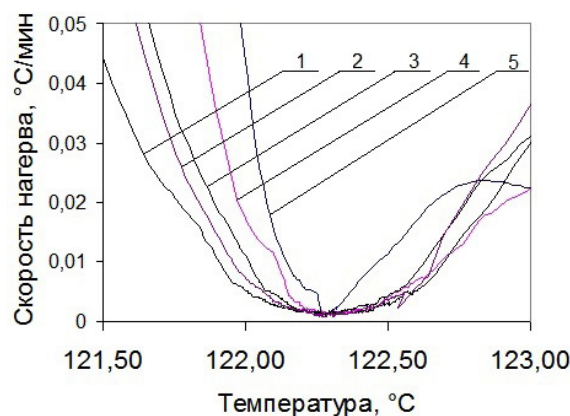
Таблица 2. Результаты измерения температуры плавления исследуемых веществ на эталонном комплексе «Криотерм»

Table 2. The results of measuring the melting point of the studied substances on the reference complex «Kryotherm»

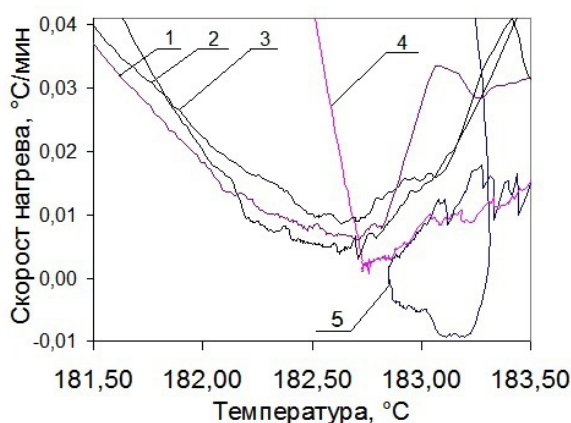
Эксперимент	Температура плавления, °С				
	Бензофенон	Бензойная кислота	Янтарная кислота	Антрацен	Кофеин
1	47,95	122,27	182,86	216,02	235,45
2	48,00	122,30	182,82	215,88	235,69
3	47,89	122,27	182,81	215,84	235,59
4	47,90	122,28	182,80	–	235,58
5	47,91	122,28	–	–	235,56
6	47,91	–	–	–	235,42
среднее значение	47,93	122,28	182,82	215,91	235,55



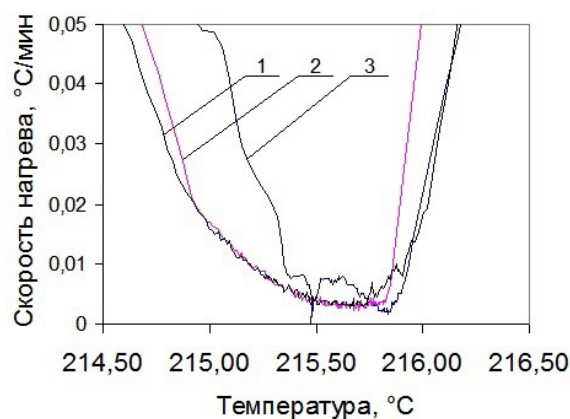
а)



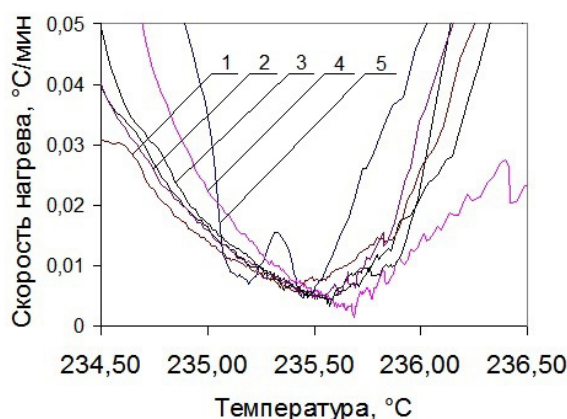
б)



в)



г)



д)

Рис. 2. Графики скорости изменения температуры в процессе плавления бензофенона (а), бензойной кислоты (б), янтарной кислоты (в), антрацена (г), кофеина (д) при скорости нагрева твердой фазы, не превышающей 0,2 °С/мин., полученные в условиях повторяемости (сносками «1...5» обозначены графики последовательных циклов плавления вещества)

Fig. 2. Diagrams of the rate of temperature change during the melting of benzophenone (a), benzoic acid (b), succinic acid (c), anthracene (d), caffeine (e) at a heating rate of the solid phase not exceeding 0.2 °C per minute obtained under repeatability conditions (footnotes «1...5» indicate diagrams of successive melting cycles of a substance)

решетки вещества от температуры, соответствующей моменту возникновения оптической прозрачности расплава (аттестованное значение).

Таким образом, для сопоставления результатов, полученных на эталонном комплексе, с результатами, получаемыми на приборах, реализующих оптический

принцип регистрации, требуется достоверное знание о моменте возникновения оптической прозрачности расплава.

Подготовка к утверждению СО в условиях несогласованности результатов измерений, полученных различными методами, потребовали от авторов организации МСИ

Таблица 3. Сравнительный анализ значений температуры плавления органических веществ, полученных различными методами

Table 3. A comparative analysis of the melting point values of organic substances obtained by various methods

Бензофенон, ГСО 11070-2018 (Lot BCBZ6573)		Бензойная кислота, ГСО 11071-2018 (Lot BCBZ7431)		Кофеин, ГСО 7895-2001 (Lot BCB81813)	
КриоТерм ¹	Паспорт СО ²	КриоТерм ¹	Паспорт СО ²	КриоТерм ¹	Паспорт СО ²
47,9	47,9	122,3	122,7	235,6	236,3

¹ Анализ термометрическим методом. Указана температура, соответствующая точке перегиба на графике фазового перехода (скорость нагрева не превышает 0,2 °С/мин.).

² Анализ оптическим методом. Указана температура, соответствующая моменту наступления оптической прозрачности при нагреве в капилляре в термодинамическом режиме (скорость нагрева 0,2 °С/мин.).

с целью повышения достоверности данных, запланированных для включения в паспорта утверждаемых СО.

МСИ были проведены в соответствии с требованиями ГОСТ 17043-2013 на образцах бензофенона, бензойной кислоты, янтарной кислоты и антрацена, прошедших проверку стабильности и однородности в соответствии с требованиями ГОСТ Р 50779.60-2017.

Участники МСИ – 7 химических, фармацевтических и медицинских лабораторий на территории РФ – использовали для проведения измерений анализаторы температуры плавления оптического принципа регистрации, выпущенные различными производителями. Измерения проводились при скорости нагрева образцов в капилляре 0,2 °С/мин. и 1 °С/мин. в соответствии с требованиями ГОСТ 18995.4-73, ГОСТ 21553-76, ОФС.1.2.1.0011.15.

Требованиями МСИ было установлено проведение трех определений температуры плавления для каждого вещества с указанными скоростями нагрева. Испытания в каждой лаборатории проводились в условиях повторяемости метода с целью установления степени

согласованности независимых результатов измерений. Статистическая обработка результатов МСИ проводилась в соответствии с требованиями ГОСТ Р 50779.60-2017, ГОСТ Р ИСО 5725-5-2002, ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 и РМГ 103-2010.

Полученные в результате МСИ приписанные значения температуры плавления исследуемых веществ, соответствующие моменту наступления их оптической прозрачности, представлены в табл. 4.

Как видно из табл. 4, полученные результаты также имеют существенные отличия от результатов, получаемых методом классической термометрии (табл. 2). Кроме того, получаемые данные зависят от скорости нагрева образца, что, несомненно, является подтверждением методозависимости результатов измерений.

Заключение

Результаты, полученные в ходе выполнения исследования, позволяют провести утверждение типа СО температуры плавления на основе чистых органических веществ.

Таблица 4. Приписанные значения температуры плавления веществ и их расширенная неопределенность

Table 4. The assigned values of the melting point of substances and their expanded uncertainty

Исследуемое вещество	Скорость нагрева, °С/мин.	Приписанное значение температуры плавления и его расширенная неопределенность, °С
Бензофенон	0,2	48,76±0,18
	1	49,60±0,53
Бензойная кислота	0,2	123,07±0,06
	1	124,37±0,11
Янтарная кислота	0,2	184,57±0,06
	1	187,21±0,22
Антрацен	0,2	216,99±0,30
	1	217,84±0,04

Создание таких СО является сложной технологической и научно-технической задачей. Технологические сложности определяются тем, что исходное вещество должно обладать стабильными характеристиками, высокой степенью чистоты, а также быть доступным к приобретению в тех количествах, которые будут необходимы для производства СО исходя из запросов потребителей.

Научно-технические сложности определяются возможностями аппаратуры по регистрации и контролю фазового перехода. В первую очередь, обращает на себя внимание проблема зависимости результатов от способа их получения. По мнению авторов, следует отличать температуру плавления как характеристику фазового перехода от температуры, сопровождающей определенный физический эффект (прозрачность). На основе полученных результатов можно полагать, что момент наступления прозрачности расплава не обязательно должен совпадать с моментом полного разрушения кристаллической решетки.

Дополнительным источником погрешности измерений температуры оптической прозрачности может являться неравномерность поля температур в нагревательном блоке анализатора, особенно в том случае, когда нагревательный элемент, датчик температуры и капилляр с веществом удалены друг от друга. При увеличении скорости нагрева рассогласование температуры нагреваемых элементов становится особенно заметным.

Вариантом решения проблемы методозависимости аттестуемой величины представляется включение в паспорта разрабатываемых СО аттестованного значения температуры плавления, определяемого методом классической термометрии в условиях приближения к термодинамическому равновесию как основной характеристики вещества, дополнительно – значения температуры оптической прозрачности при различных скоростях нагрева (0,2 °С/мин., 1 °С/мин.), как дополнительных характеристик вещества.

В данном случае соблюдается принятая в РФ концепция единства измерений и обеспечивается прослеживаемость аттестованного значения СО к первичному эталону единицы температуры. Указание же дополнительных характеристик, присущих особенностям фазового перехода конкретного вещества, не противоречит требованиям к созданию СО.

По мнению авторов, в дальнейшем целесообразно произвести расширение функциональных и измерительных возможностей эталонного комплекса «КриоТерм» с включением в его состав анализатора температуры плавления оптического принципа регистрации. Расширение функциональных возможностей

позволит, в частности, расширить перечень исследуемых веществ – кандидатов на роль СО. По аналогии с зарубежными калибровочными стандартами претендентами на эту роль могут стать ванилин, фенацетин, сахарин и другие органические вещества в широком диапазоне температуры плавления. Расширение номенклатуры СО позволит проводить калибровку анализаторов в более узких диапазонах измерений, характерных для решения конкретных задач, что, несомненно, повысит уровень метрологического обеспечения в данной области.

Таким образом, теоретическая значимость полученных результатов заключается в разработке теоретико-методологических подходов к процедуре аттестации СО температуры плавления на основе чистых органических веществ, позволяющих на более качественном уровне повысить точность проводимых измерений в области термического анализа.

Практическая значимость полученных результатов позволяет расширить возможность установления и контроля правильности и стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики анализаторов температуры плавления; аттестации методик (методов) измерений и контроля точности результатов измерений температуры фазовых переходов органических веществ.

Перспективным направлением исследований в данной области является разработка многопараметрических СО на основе чистых органических веществ, включающих аттестованные значения температуры плавления и суммарной молярной доли примесей, определяемой методом криометрического анализа. Авторы полагают, что такие СО могут найти широкое применение в научных исследованиях и во многих областях производства.

Благодарности: Исследование выполнено в рамках научно-исследовательской работы «Разработка и исследование мер температуры плавления на основе высокочистых органических веществ» и опытно-конструкторской работы «Создание эталонного комплекса для измерений температуры плавления и степени чистоты органических веществ» во ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». Все измерения проводились с использованием оборудования ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Acknowledgments: The research was carried out within the research work «Development and study of melting point measurements based on high-purity organic substances» and development work «Creation of a reference complex for measuring the melting point and purity of organic substances» at the D. I. Mendeleev Institute for Metrology.

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

Вклад соавторов: Казарцев Я. В. – разработка методологии измерений, программирование, проведение исследовательских работ, осуществление формального анализа полученных данных, написание чернового варианта статьи, подготовка и создание визуальных материалов; Корчагина Е. Н. – разработка замысла (концепции) исследования, руководство научно-исследовательской и опытно-конструкторской работой, получение финансирования, проверка и редакция текста статьи; Соловьёв И. В. – проведение исследовательских работ, осуществление формального анализа полученных данных, проверка и редакция текста статьи.

Contribution of the authors: Kazartsev Ya. V. – development of measurement methodology, programming, conducting research, carrying out a formal analysis of the data obtained, writing a draft of the article, preparation and creation of visual materials; Korchagina E. N. – development of the idea (concept) of the study, management of research and development work, obtaining funding, revision of the

article; Solovov I. V. – conducting research, carrying out a formal analysis of the data obtained, revision of the article

Конфликт интересов: Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов. Материал статьи подготовлен на основе доклада, представленного на V Международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях» (Екатеринбург, 13–16 сентября 2022 г.). Переводная версия статьи на английском языке планируется к публикации в книге Sobina E. et al. (eds.). Reference Materials in Measurement and Technology. RMMT 2022. Switzerland: Springer, Cham.

Conflict of interest: The authors declare no conflict of interest. The material of the article was prepared on the basis of the report presented at the V International Scientific Conference «Reference Materials in Measurement and Technology» (Yekaterinburg, September 13–16, 2022). A translated version of the article in English is planned for publication in the book Sobina E. et al. (eds.). Reference Materials in Measurement and Technology. RMMT 2022. Switzerland: Springer, Cham.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Александров Ю. И. Точная криометрия органических веществ. Л.: Химия, 1975. 160 с.
2. Александров Ю. И. Спорные вопросы современной метрологии в химическом анализе. СПб.: Изд-во им. Н. И. Новикова, 2003. 303 с.
3. Yalkowsky S. H., Alantary D. Estimation of melting points of organics // Journal of Pharmaceutical Sciences. 2018. Vol. 107, № 5. P. 1211–1227. <https://doi.org/10.1016/j.xphs.2017.12.013>
4. Giani S., Riesen R., Schawe J. E.K. An Indirect Method for Vapor Pressure and Phase Change Enthalpy Determination by Thermogravimetry // International Journal of Thermophysics. 2018. Vol. 39, № 84. P. 84. <https://doi.org/10.1007/s10765-018-2407-y>
5. Feist M. Thermal analysis: basics, applications, and benefit // ChemTexts. 2015. № 1. P. 8. <https://doi.org/10.1007/s40828-015-0008-y>
6. Yalkowsky S. H., Alantary D. Estimation of melting points of organics // Journal of Pharmaceutical Sciences. 2018. Vol. 107, № 5. P. 1211–1227. <https://doi.org/10.1016/j.xphs.2017.12.013>
7. Jain A., Yalkowsky S. H. Comparison of two methods for estimation of melting points of organic compounds // Industrial & Engineering Chemistry Research. 2007. Vol. 46, № 8. <https://doi.org/10.1021/ie0614428>
8. О разработке стандартных образцов температуры плавления высококиштых органических веществ / Я. В. Казарцев [и др.] // Стандартные образцы в измерениях и технологиях: сборник трудов III Междунар. науч. конф., Екатеринбург, 11–14 сентября 2018 года. Том Ч. «Ru». Екатеринбург: УНИИМ, 2018. С. 79–80.
9. Tiers G. V. D. Calibration of capillary melting-point apparatus to the international temperature scale of 1990 (ITS-90) by use of fluxed highly pure metals // Analytica Chimica Acta. 1990. № 237. P. 241–244. [https://doi.org/10.1016/S0003-2670\(00\)83924-0](https://doi.org/10.1016/S0003-2670(00)83924-0)
10. New static apparatus and vapor pressure of reference materials: Naphthalene, benzoic acid, benzophenone, and ferrocene / Monte M. J. S. [et al.] // Journal of Chemical & Engineering Data. 2006. Vol. 51, № 2. P. 757–766. <https://doi.org/10.1021/jc050502y>
11. Measuring complex for simultaneous determination of purity and melting point of high-purity organic substances / Ia. Kazartsev [et al.] // Thermal Analysis and Calorimetry : abstracts 12th European Symposium, August 27–30, 2018, Brasov, Romania. Brasov: 2018. P. 459.
12. Moiseeva N. P. Methods of Constructing an Individual Calibration Characteristic for Working Platinum Resistance Thermometers // Measurement Techniques. 2001. № 44. P. 502–507. <https://doi.org/10.1023/A:1012314420995>
13. Gronvold F. Adiabatic Calorimeter for the Investigation of Reactive Substances from 25 to 775 degrees C. Heat Capacity of alpha-Aluminum Oxide // Acta Chememica Scandinavica. 1967. № 21. P. 1695–1713. <https://doi.org/10.3891/acta.chem.scand.21-1695>
14. Gronvold F. Adiabatic calorimetry and solid-state properties above ambient temperature // Pure and Applied Chemistry. 1993. Vol. 65, no. 5. P. 927–934. <https://doi.org/10.1351/pac199365050927>
15. О создании эталонного комплекса для разработки мер температуры плавления на основе чистых органических веществ / Е. Н. Корчагина [и др.] // Современные методы и средства исследований теплофизических свойств веществ: сборник трудов

V международной научно-технической конференции, Санкт-Петербург, 23–24 мая 2019. Санкт-Петербург: ФГАОУ ВО НИУ ИТМО, 2019. С. 125–131.

16. Эталонный комплекс для измерений температуры плавления и степени чистоты органических веществ / Я. В. Казарцев [и др.] // Приборы. 2020. № 11. С. 48–54.
17. Александров Ю. И., Варганов В. П., Френкель И. М. Способ определения параметров фазового перехода твердое тело – жидкость и устройство для его осуществления: пат. SU1221566 А1; заявл. 08.05.1984; опубл. 30.03.1986.

REFERENCES

1. Aleksandrov Yu. I. Accurate cryometry of organic substances. Leningrad: Khimiia Publ.; 1975. 160 p. (In Russ.).
2. Aleksandrov Yu. I. Controversial issues of modern metrology in chemical analysis. St. Petersburg: Izd-vo im. N. I. Novikova; 2003. 303 p. (In Russ.).
3. Yalkowsky S. H., Alantary D. Estimation of melting points of organics. *Journal of Pharmaceutical Sciences*. 2018;107(5):1211–1227. <https://doi.org/10.1016/j.xphs.2017.12.013>
4. Giani S., Riesen R., Schawe J. E. K. An Indirect Method for Vapor Pressure and Phase Change Enthalpy Determination by Thermogravimetry. *International Journal of Thermophysics*. 2018;39(84):84. <https://doi.org/10.1007/s10765-018-2407-y>
5. Feist M. Thermal analysis: basics, applications, and benefit. *ChemTexts*. 2015;(1):8. <https://doi.org/10.1007/s40828-015-0008-y>
6. Yalkowsky S. H., Alantary D. Estimation of melting points of organics. *Journal of Pharmaceutical Sciences*. 2018;107(5):1211–1227. <https://doi.org/10.1016/j.xphs.2017.12.013>
7. Jain A., Yalkowsky S. H. Comparison of two methods for estimation of melting points of organic compounds. *Industrial & Engineering Chemistry Research*. 2007;46:8. <https://doi.org/10.1021/ie0614428>
8. Kazartsev Ya. V., Korchagina E. N., Mishina K. A., Shehovtsov D. A. On the development of certified reference materials for melting point of high-purity organic substances. In: *Reference materials in measurement and technology: Collection of works 1st international scientific conference*, 11–14 September 2018, Ekaterinburg, Russia. Ekaterinburg: UNIM; 2018. p. 79–80. (In Russ.).
9. Tiers G. V. D. Calibration of capillary melting-point apparatus to the international temperature scale of 1990 (ITS-90) by use of fluxed highly pure metals. *Analytica Chimica Acta*. 1990;237:241–244. [https://doi.org/10.1016/S0003-2670\(00\)83924-0](https://doi.org/10.1016/S0003-2670(00)83924-0)
10. Monte M. J. S., Santos L. M. N. B. F., Fulem M., Fonseca J. M. S., Sousa C. A. D. New static apparatus and vapor pressure of reference materials: Naphthalene, benzoic acid, benzophenone, and ferrocene. *Journal of Chemical & Engineering Data*. 2006;51(2):757–766. <https://doi.org/10.1021/jc050502y>
11. Kazartsev Ia., Mishina K., Korchagina E., Varganov V. Measuring complex for simultaneous determination of purity and melting point of high-purity organic substances. In: *Thermal Analysis and Calorimetry : abstracts 12th European Symposium*, 27–30 August 2018, Brasov, Romania. Brasov: 2018. p. 459.
12. Moiseeva N. P. Methods of Constructing an Individual Calibration Characteristic for Working Platinum Resistance Thermometers. *Measurement Techniques*. 2001;44:502–507. <https://doi.org/10.1023/A:1012314420995>
13. Gronvold F. Adiabatic Calorimeter for the Investigation of Reactive Substances from 25 to 775 degrees C. Heat capacity of alpha-aluminum oxide. *Acta Chememica Scandinavica*. 1967;21:1695–1713. <https://doi.org/10.3891/acta.chem.scand.21-1695>
14. Gronvold F. Adiabatic calorimetry and solid-state properties above ambient temperature. *Pure and Applied Chemistry*. 1993;65(5):927–934. <https://doi.org/10.1351/pac199365050927>
15. Korchagina E. N., Kazartsev Ia. V., Varganov V. P., Solovov I. V. On the creation of a standard complex for the development of melting temperature measures based on pure organic substances. In: *Modern methods and tools for studying the thermophysical properties of substances: Proceedings of the V International Scientific and Technical Conference*, St. Petersburg, May 23–24, 2019. St. Petersburg: Federal State Autonomous Educational Institution of Higher Education National Research University ITMO: 2019. p. 125–131. (In Russ.).
16. Kazartsev Ia. V., Varganov V. P., Korchagina E. N., Solovov I. V. Standard complex for measuring the melting temperature and the degree of purity of organic substances. *Devices*. 2020;11:48–54. (In Russ.).
17. Aleksandrov Iu. I., Varganov V. P., Frenkel I. M. Method for determining the parameters of the phase transition solid – liquid and a device for its implementation. Patent RF, no SU1221566 А1, 1986. (In Russ.).

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

ГСО 7895-2001 Стандартный образец температуры плавления кофеина // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. 2022. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/392091> (дата обращения: 07.11.2022).

ГСО 11070-2018 Стандартный образец температуры плавления бензофенона // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. 2022. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/593689> (дата обращения: 07.11.2022).

ГСО 11071-2018 Стандартный образец температуры плавления бензойной кислоты // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. 2022. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/394949> (дата обращения: 07.11.2022).

ГОСТ ISO/IEC 17043-2013 Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации. М.: Стандартинформ, 2020. 36 с.

ГОСТ 18995.4-73 Продукты химические органические. Методы определения интервала температуры плавления. М.: ИПК Издательство стандартов, 2009. 5 с.

ГОСТ 21553-76 Пластмассы. Методы определения температуры плавления. М.: ИПК Издательство стандартов, 2001. 14 с.

ГОСТ 8.558-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений температуры. М.: Стандартинформ, 2020. 13 с.

ГОСТ Р ИСО 5725-5-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений. М.: Госстандарт России, 2002. 50 с.

ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике. М.: Госстандарт России, 2002. 43 с.

ГОСТ Р 50779.60-2017 (ИСО 13528:2015) Статистические методы. Применение при проверке квалификации посредством межлабораторных испытаний. М.: Стандартинформ, 2017. 83 с.

РМГ 103-2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Проверка квалификации испытательных (измерительных) лабораторий, осуществляющих испытания веществ, материалов и объектов окружающей среды (по составу и физико-химическим свойствам) посредством межлабораторных сравнительных испытаний. М.: Стандартинформ. 2011. 39 с.

ГЭТ 34 Государственный первичный эталон единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °C / институт-хранитель ВНИИМ им. Д. И. Менделеева // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. 2022. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/1385580> (дата обращения: 03.11.2022).

ОФС.1.2.1.0011.15 Температура плавления : Общая фармакопейная статья : утверждена и введена в действие Министерством здравоохранения Российской Федерации (приказ от 29 октября 2015 года N 771) : дата введения 2016.01.01. Текст: электронный // Электронный журнал Фармакопей.РФ: 2022. URL: <https://pharmacopoeia.ru/ofs-1-2-1-0011-15-temperatura-plavleniya> (дата обращения 03.11.2022).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Ярослав Валерьевич Казарцев – научный сотрудник научно-исследовательской лаборатории Государственных эталонов и научных исследований в области калориметрии сжигания и высококиштых веществ метрологического назначения ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

Россия, 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., д. 19
e-mail: y.v.kazartsev@vniim.ru
Researcher ID: GLT-5514-2022

Елена Николаевна Корчагина – канд. техн. наук, руководитель научно-исследовательской лаборатории Государственных эталонов и научных исследований в области калориметрии сжигания и высококиштых веществ метрологического назначения ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

Россия, 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., д. 19
e-mail: e.n.korchagina@vniim.ru
<https://orcid.org/0000-0002-9980-3553>

Соловьёв Игорь Вадимович – канд. физ.-мат. наук, ведущий инженер научно-исследовательской лаборатории Государственных эталонов и научных исследований в области калориметрии сжигания и высококиштых веществ метрологического назначения ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

Россия, 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., д. 19
e-mail: ivsolv250647@yandex.ru
<https://orcid.org/0000-0001-5950-4308>

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Yaroslav V. Kazartsev – Researcher of the laboratory for measurement standards and scientific research in the field of combustion calorimetry and high-purity organic substances for metrological purposes, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM)

19 Moskovskiy ave., St. Petersburg, 190005, Russia
e-mail: y.v.kazartsev@vniim.ru
Researcher ID: GLT-5514-2022

Elena N. Korchagina – Cand. Sci. (Eng.), Head of the laboratory for measurement standards and scientific research in the field of combustion calorimetry and high-purity organic substances for metrological purposes, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM)

19 Moskovskiy ave., St. Petersburg, 190005, Russia.
e-mail: e.n.korchagina@vniim.ru
<https://orcid.org/0000-0002-9980-3553>

Igor V. Solovev – Cand. Sci. (Phys.-Math.), Leading Engineer of the laboratory for measurement standards and scientific research in the field of combustion calorimetry and high-purity organic substances for metrological purposes, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM)

19 Moskovskiy ave., St. Petersburg, 190005, Russia.
e-mail: ivsolv250647@yandex.ru
<https://orcid.org/0000-0001-5950-4308>

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Научная статья

УДК 669.01:620.172:006.354

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-1-41-50>



Применение концепции прослеживаемости при определении механических свойств металлов при статическом растяжении: на примере ГСО 11854–2021

И. Н. Матвеева, В. В. Толмачев , А. А. Забелина

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Екатеринбург, Россия

✉ sertif@uniim.ru

Аннотация: Статья посвящена особенностям использования стандартного образца утвержденного типа как основы для сравнения в качестве одного из основных инструментов обеспечения прослеживаемости и контроля точности результатов измерений механических свойств.

В ходе исследования был поведен анализ подхода теоретических принципов на основе ГОСТ 34100.3–2017 / ISO/IEC Guide 98–3:2008 и алгоритмов расчетов ГОСТ Р ИСО 21748–2021 для оценивания неопределенности измерений. Рассмотрена методология применения стандартного образца механических свойств стали марки 20 ГСО 11854–2021 для оценивания неопределенности результатов испытаний на статическое растяжение.

Установлено, что оценивание неопределенности результатов испытаний на статическое растяжение для обеспечения прослеживаемости результата приводит к необходимости учета систематической составляющей лаборатории при расчете неопределенности результатов испытания или как поправки, или как вклада в стандартную суммарную неопределенность. Предложены два варианта учета систематической составляющей лаборатории.

Практическая значимость проведенного исследования заключается в возможности применения аккредитованными лабораториями модельного подхода теоретических принципов на основе ГОСТ 34100.3–2017 / ISO/IEC Guide 98–3:2008 и алгоритмов расчетов ГОСТ Р ИСО 21748–2021 (уравнение 1) при оценке неопределенности по п. 7.6 ГОСТ ISO/IEC17025–2019.

Ключевые слова: механические свойства, статическое растяжение, метрологическая прослеживаемость, первичная референтная методика, стандартный образец

Ссылка при цитировании: Матвеева И. Н., Толмачев В. В., Забелина А. А. Применение концепции прослеживаемости при определении механических свойств металлов при статическом растяжении: на примере ГСО 11854–2021 // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 1. С. 41–50. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-1-41-50>

Статья поступила в редакцию 05.10.2022; одобрена после рецензирования 15.12.2022; принята к публикации 25.12.2022.

MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

Research Article

Application of the concept of traceability in determining the mechanical properties of metals under static tension on the example of GSO 11854–2021

Ilona N. Matveeva, Vladimir V. Tolmachev , Anastasia A. Zabelina

UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, Yekaterinburg, Russia
 sertif@uniim.ru

Abstract: The article is devoted to the special aspects of application of a certified reference material as a basis for comparison as one of the main tools for ensuring traceability and accuracy control of the measurement results of mechanical properties.

In the course of the research, an analysis of the approach of theoretical principles based on GOST 34100.3–2017 / ISO/IEC Guide 98–3:2008 and GOST R ISO 21748–2021 calculation algorithms for evaluating measurement uncertainty was carried out. The methodology of application of the reference material for the mechanical properties of steel grade 20 GSO 11854–2021 for evaluating the uncertainty of the static tensile test results was considered.

It was established that evaluating the uncertainty of the static tensile test results to ensure the traceability of the result leads to the need to account the systematic component of the laboratory when calculating the uncertainty of test results, either as a correction or as a contribution to the standard total uncertainty. Two accounting options for the systematic component of the laboratory were proposed.

The practical significance of the research is the possibility of applying the model-based approach of theoretical principles based on GOST 34100.3–2017 / ISO / IEC Guide 98–3:2008 and GOST R ISO 21748–2021 calculation algorithms (Equation 1) when evaluating uncertainty according to clause 7.6 of GOST ISO/IEC17025–2019 by accredited laboratories.

Keywords: mechanical properties, static tension, metrological traceability, primary reference measurement procedure, reference material

For citation: Matveeva I. N., Tolmachev V. V., Zabelina A. A. Application of the concept of traceability in determining the mechanical properties of metals under static tension on the example of GSO 11854–2021. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(1):41–50. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-1-41-50>

The article was submitted 05.10.2022; approved after reviewing 25.10.2022; accepted for publication 25.12.2022.

Введение

Определение механических характеристик металлов при статическом растяжении является одним из основных методов идентификации материала по прочности и пластичности. Испытание на статическое растяжение не является прямым измерением, характеристики прочности (временное сопротивление, условный предел текучести) и пластичности (относительное удлинение, относительное сужение) определяют, используя соответствующие уравнения измерения при заданных

условиях испытания. Поэтому результаты определения механических свойств нельзя соотнести с основой для сравнения в виде эталона физической величины, но возможно в качестве основы для сравнения использовать либо первичную референтную методику, либо стандартный образец. Однако вопросы применения стандартного образца или первичной референтной методики в качестве основы для сравнения имеют особенности, отсутствующие в количественном химическом анализе, связанные с неоднородностью

стандартного образца или материала, который используется для сличения результатов лабораторной методики по ГОСТ 1497–84 с результатами первичной референтной методики.

В работах G. W. Bahng и G. Roebben [1–3] механические свойства классифицируются как характеристики, зависящие от методик испытания. Путаница при установлении прослеживаемости механических свойств возникает вследствие того, что результаты испытаний механических свойств металлов выражают в основных единицах SI. Например, прочность при испытании на статическое растяжение измеряют в мегапаскалях, которые являются единицей давления (сила, деленная на площадь). Однако утверждение, что свойства металла при испытании на статическое растяжение можно проследить к единице силы и единице длины, т. е. базовым единицам SI, является некорректным, так как они измеряются при испытаниях до разрушения образца. Для получения реакции образца необходимо применение внешнего воздействия в виде растяжения, например, с определенной скоростью деформирования. Это означает, что если изменить метод или процедуру внешнего воздействия, то результаты также изменятся. Для обеспечения прослеживаемости свойств и объективного контроля правильности применения метода испытаний в лаборатории необходим стандартный образец.

В работах S. Adamczak, H. Czichos и B. Aydemir [4–6] обсуждаются варианты расчетов неопределенности характеристик прочности и пластичности.

Существенным недостатком данных работ является составление бюджета неопределенности только на основании данных о прослеживаемости к единицам силы и длины, т. е. без использования стандартного образца.

В работе В. В. Толмачева и И. Н. Матвеевой [7] обсуждался подход к обеспечению метрологической прослеживаемости результатов измерений механических свойств при испытании на статическое растяжение с помощью стандартных образцов к первичной референтной методике измерений.

При оценивании неопределенности результатов испытаний на статическое растяжение вклад от прослеживаемости результата, оцениваемый с помощью стандартных образцов, приводит к необходимости учета систематической составляющей лаборатории или как поправки, или как вклада в стандартную суммарную неопределенность.

Целью статьи является исследование и апробация методологии применения стандартного образца для установления прослеживаемости при определении механических свойств металлов при статическом растяжении.

В задачи исследования входит следующее: провести анализ подхода теоретических принципов на основе ГОСТ 34100.3–2017/ISO/IEC Guide 98–3:2008 и алгоритмов расчетов ГОСТ Р ИСО 21748–2021 для оценивания неопределенности измерений; на примере стандартного образца механических свойств стали марки 20 ГСО 11854–2021 провести процедуру оценивания неопределенности результатов испытаний на статическое растяжение; сформировать подход, основанный на составлении бюджета неопределенности с учетом совокупного эффекта от всех источников неопределенности, включая смещение, обусловленное прослеживаемостью.

Материалы и методы

Метрологическая прослеживаемость (Metrological traceability), согласно JCGM 200:2012 [8] (п. 2.41), – свойство результата измерения, в соответствии с которым результат может быть соотнесен с основой для сравнения через документированную неразрывную цепочку калибровок, каждая из которых вносит вклад в неопределенность измерения. Предметом исследования являлась обязательная характеристика результата измерения прочностных свойств металла – неопределенность временного сопротивления, и анализ вклада от прослеживаемости при составлении бюджета неопределенности. В качестве основы для сравнения выбран стандартный образец механических свойств стали марки 20 ГСО 11854–2021.

Стандартный образец утвержденного типа ГСО 11854–2021 получен в результате исследования и характеристики проката сортового стального горячекатаного круглого сечения по ГОСТ 2590–2006 из стали марки 20 по ГОСТ 1050–2013. Характеризация образцов проката по показателям «временное сопротивление» и «предел текучести физический» проводилась на Государственном эталоне силы первого разряда (регистрационный номер по Федеральному информационному фонду по обеспечению единства измерений 3.1.0275.2017) при минимальной скорости деформирования $0,00025 \text{ с}^{-1}$, предусмотренной ГОСТ 1497–84. Стандартная неопределенность от характеристики составила $0,9 \text{ Н/мм}^2$. Для вычисления характеристики расширенной неопределенности аттестованных значений при проведении испытаний в целях утверждения типа установлена стандартная неопределенность от неоднородности материала стандартного образца 2 Н/мм^2 .

Значения метрологических характеристик стандартного образца механических свойств стали марки 20, установленные в результате испытаний партии № 1 приведены в табл. 1.

Таблица 1. Метрологические характеристики стандартного образца механических свойств стали марки 20 ГСО 11854–2021

Table 1. Metrological characteristics of the reference material for the mechanical properties of steel grade 20 GSO 11854–2021

Аттестованная характеристика	Аттестованное значение СО	Значения абсолютной расширенной неопределенности аттестованных значений СО (при $P = 0,95$ и $k = 2$)
Напряжение σ_b (временное сопротивление, предел прочности) при статическом испытании на растяжение, МПа (Н/мм ²) *	446	± 6
Напряжение σ_t (предел текучести физический) при статическом испытании на растяжение, МПа (Н/мм ²) *	250	± 10

* для пропорциональных цилиндрических образцов по ГОСТ 1497–84 с начальной расчетной длиной $l_0 = 5d_0$, где d_0 – начальный диаметр пропорционального цилиндрического образца.

Для оценки неопределенностей измерений можно использовать разные подходы. Все они включают определение измеряемой величины и тщательное выявление всех возможных вкладов, способствующих увеличению неопределенности измерений.

Предложенная в [9] классификация подходов к оценке неопределенности представлена на рис. 1. Классификация основана на различии между оценкой неопределенности, проводимой самой лабораторией (так называемый внутрилабораторный подход),

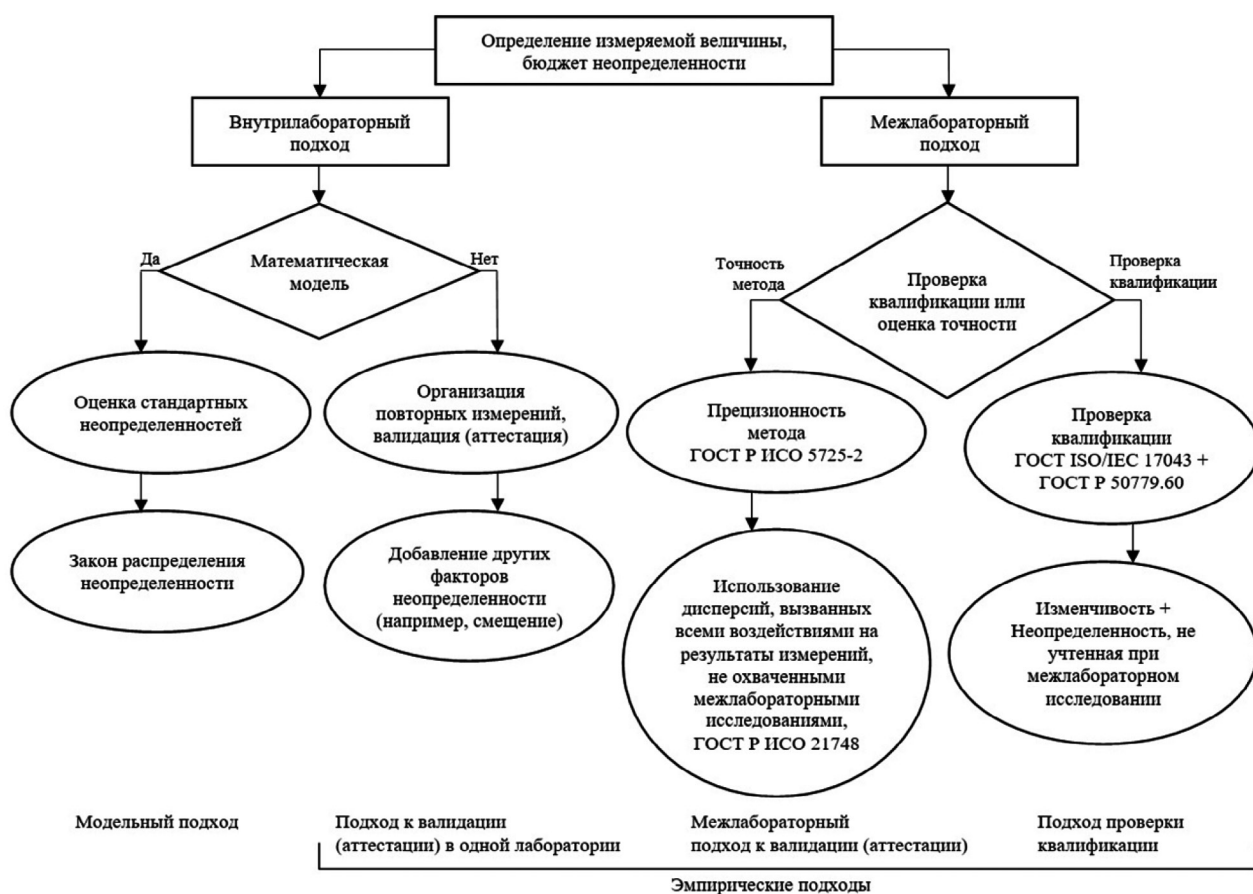


Рис. 1. Классификация подходов к оценке неопределенности согласно [9]

Fig. 1. The classification of approaches to uncertainty evaluation according to [9]

и оценкой неопределенности, основанной на совместных исследованиях в различных лабораториях (так называемый межлабораторный подход).

В работе использовался модельный подход на основе ГОСТ 34100.3–2017 / ISO/IEC Guide 98–3:2008. Создана математическая модель, представляющая собой уравнение, определяющее количественную связь между измеряемой величиной и всеми величинами, от которых она зависит, включая все компоненты, которые вносят вклад в неопределенность измерения. Произведена оценка стандартных неопределенностей всех отдельных компонентов неопределенности. Стандартные отклонения от повторных измерений непосредственно являются стандартными неопределенностями для соответствующих компонентов (если можно предположить нормальное распределение). Суммарная стандартная неопределенность вычислена путем применения закона распространения неопределенности, который зависит от частных производных для каждой входной величины. Вычислена расширенная неопределенность U (обеспечивающая интервал от $(y-U)$ до $(y+U)$ для измеряемой величины y). Для нормального распределения обычно выбирается коэффициент охвата $k=2$. Результат измерения вместе с его неопределенностью представлен в соответствии с правилами ГОСТ 34100.3–2017.

Следует отметить, что эмпирические подходы столь же справедливы, как и модельный подход, и иногда даже приводят к более реалистичной оценке неопределенности, поскольку они в значительной степени основаны на экспериментальных данных, на многолетнем опыте и отражают общепринятую практику.

Результаты

Статистическая модель, на которой основаны методы оценки неопределенности, может быть записана в виде уравнения (1) ГОСТ Р ИСО 21748–2021:

$$\sigma_B = \sigma + \xi_{\sigma_B} + \sum c_i x'_i + g_B + e_{\sigma_B}, \quad (1)$$

где σ_B – результат измерений, относительно которого предполагается, что он может быть вычислен по соответствующей функции ($\sigma_B = \frac{P_B}{F_0}$, P_B – максимальное уси-

лие, предшествующее разрыву образца, F_0 – начальная площадь поперечного сечения);

σ – (неизвестное) математическое ожидание идеальных результатов;

ξ_{σ_B} – смещение, обусловленное прослеживаемостью;

x'_i – отклонение от номинального значения x_i ;

c_i – коэффициент чувствительности, равный $\frac{\partial \sigma_B}{\partial x_i}$;

g_B – округление результата измерений по ГОСТ 1497–84;

e_{σ_B} – случайная составляющая неопределенности измерений в условиях повторяемости.

Предполагалось, что x'_i подчиняются нормальному распределению с нулевым математическим ожиданием и дисперсией $u^2(x_i)$.

Учитывая модель, описываемую уравнением (1), неопределенность измерения σ_B оценивали, применяя уравнение (2):

$$u^2(\sigma_B) = u^2(\xi_{\sigma_B}) + c^2(P_B)u^2(P_B) + \\ + c^2(d_0)u^2(d_0) + u^2(g_B) + u^2(e_{\sigma_B}) = u^2(\xi_{\sigma_B}) + \\ + \left(\frac{4}{\pi d_0^2}\right)^2 u^2(P_B) + \left(-\frac{8P_B}{\pi d_0^3}\right)^2 u^2(d_0) + \\ + u^2(g_B) + u^2(e_{\sigma_B}), \quad (2)$$

где $u^2(\xi_{\sigma_B})$ – неопределенность, вызванная неопределенностью оценки, полученной на основе измерений стандартного образца с паспортным значением;

$u^2(x'_i)$ – неопределенность, соответствующая x'_i ;

$u^2(g_B)$ – неопределенность вследствие округления результата измерений;

$u^2(e_{\sigma_B})$ – случайная составляющая неопределенности измерений стандартного образца в условиях повторяемости.

Неопределенность, соответствующая смещению, обусловленному прослеживаемостью, задается уравнением (3):

$$u^2(\xi_{\sigma_B}) = u^2(\sigma_{B\text{ГСО}}) + \frac{(\sigma_{B\text{ГСО}} - \bar{\sigma}_B)^2}{3}, \quad (3)$$

где $u^2(\sigma_{B\text{ГСО}})$ – неопределенность, соответствующая паспортному значению $\sigma_{B\text{ГСО}}$, используемому для оценки правильности при совместном исследовании.

Если стандартный образец был испытан n раз (не менее 3 раз), то рекомендуемая процедура оценки границ $u^2(e_{\sigma_B})$ выглядит следующим образом:

а) определить среднее значение и стандартное отклонение $S_{\bar{\sigma}_B}$;

б) определить доверительную область среднего значения по формуле (4):

$$u(e_{\sigma_B}) = \frac{S_{\bar{\sigma}_B} t(P, f)}{\sqrt{n}}, \quad (4)$$

где t – коэффициент Стьюдента;

P – уровень доверия;

$f = (n-1)$ степени свободы;

n – число измерений.

Для $P = 0,7$ и $n = 3$ коэффициент $t = 1,386$.

Пример расчета бюджета неопределенности измерений характеристики «временное сопротивление» приведен в табл. 2.

Обсуждение

При анализе бюджета неопределенности, представленного в табл. 2, можно выделить 4 равноценных вклада в суммарную стандартную неопределенность: от начального диаметра образца, округления результата, прослеживаемость к стандартному образцу утвержденного типа (СО) и случайная составляющая измерений в условиях по-

Таблица 2. Бюджет неопределенности измерений характеристики «временное сопротивление»

Table 2. The uncertainty budget for measurements of the characteristic «breaking point»

Источник неопределенности	Обозначение	Формула	Используемые переменные, параметры	Пример
Начальный диаметр образца	$u(d_0)$ $c(d_0)$	$u(d_0) = \frac{\Delta_{d_0}}{\sqrt{3}}$ $c(d_0) = -2 \frac{\sigma_b}{d_0}$ $c(d_0)u(d_0)$	Табл. 8 ГОСТ 1497 $\Delta_{d_0} = \pm 0,10$ мм $\sigma_b = 570$ Н/мм ³ $d_0 = 10,06$ мм	$u(d_0) = \frac{0,10}{\sqrt{3}} = 0,0577$ $c(d_0) = -2 \frac{570}{10,06} = -113$ $c(d_0)u(d_0) = 113 \cdot 0,0577 = 6,52 \text{ Н/мм}^2$
Максимальное усилие, предшествующее разрыву образца	$u(P_b)$ $c(P_b)$	$u(P_b) = \frac{\Delta_{P_b}}{\sqrt{3}}$ $c(P_b) = \frac{\sigma_b}{P_b}$ $c(P_b)u(P_b)$	Предел допускаемой относительной погрешности измерения силы $\frac{\Delta_{P_b}}{P_b} = \pm 0,5\%$ $\sigma_b = 570$ Н/мм ² $P_b = 45120$ Н	$P_b = 45120$ Н $u(P_b) = \frac{45120 \cdot 0,005}{\sqrt{3}} = 130$ $c(P_b) = \frac{570}{45120} = 0,0126$ $c(P_b)u(P_b) = 130 \cdot 0,0126 = 1,64 \frac{\text{Н}}{\text{мм}^2}$
Округление результата	$u(g_{\sigma_b})$	$u(g_{\sigma_b}) = \frac{g_{\sigma_b}}{\sqrt{12}}$	Табл. 2 ГОСТ 1497 $g_{\sigma_b} = 10$ Н/мм ² для $\sigma > 500$ Н/мм ²	$u(g_{\sigma_b}) = \frac{10}{\sqrt{12}} = 2,88 \text{ Н/мм}^2$
Среднее значение и СКО измерений на СО	$\bar{\sigma}_b, S_{\bar{\sigma}_b}$	$\bar{\sigma}_b = \frac{\sum_{i=1}^n \bar{\sigma}_{bi}}{n} = \frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 \bar{\sigma}_{bi}$ $S_{\bar{\sigma}_b} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (\bar{\sigma}_{bi} - \bar{\sigma}_b)^2} =$ $= \sqrt{\frac{1}{2} \sum_{i=1}^3 (\bar{\sigma}_{bi} - \bar{\sigma}_b)^2}$	$\bar{\sigma}_{bi}$ – единичное измерение ГСО n – количество измерений ГСО ($n=3$)	Результаты измерений: (545; 550; 555) Н/мм ² $\bar{\sigma}_b = 550$ Н/мм ² $S_{\bar{\sigma}_b} = \sqrt{\frac{1}{2} (5^2 + 0 + 5^2)} = 5 \text{ Н/мм}^2$
Случайная составляющая неопределенности измерений ГСО в условиях повторяемости	$u(e_{\sigma_b})$	$u(e_{\sigma_b}) = \frac{S_{\bar{\sigma}_b} t(P, f)}{\sqrt{n}} = \frac{S_{\bar{\sigma}_b} t_{0,7,2}}{\sqrt{3}}$	$t_{0,7,2} = 1,386$ для $n = 3$	$u(e_{\sigma_b}) = \frac{5 \cdot 1,386}{\sqrt{3}} = 4 \text{ Н/мм}^2$
Аттестованное значение ГСО и его неопределенность (на основе паспорта ГСО)	$\sigma_{\text{вГСО}}$ $u(\sigma_{\text{вГСО}})$	$u(\sigma_{\text{вГСО}}) = \frac{U(\sigma_{\text{вГСО}})}{2}$	$\sigma_{\text{вГСО}} = 527$ Н/мм ² $U(\sigma_{\text{вГСО}}) = 6$ Н/мм ² – значение расширенной неопределенности ГСО согласно паспорту	$u(\sigma_{\text{вГСО}}) = \frac{6}{2} = 3 \text{ Н/мм}^2$

Окончание табл. 2
End of Table 2

Источник неопределенности	Обозначение	Формула	Используемые переменные, параметры	Пример
Прослеживаемость к ГСО	$u(\xi_{\sigma_b})$	$u(\xi_{\sigma_b}) = \sqrt{u^2(\sigma_{\text{ГСО}}) + \frac{(\sigma_{\text{ГСО}} - \bar{\sigma}_b)^2}{3}}$		$u(\xi_{\sigma_b}) = \sqrt{3^2 + \frac{(527 - 550)^2}{3}} = 13,6 \text{ Н/мм}^2$
Суммарная стандартная неопределенность	$u(\sigma_b)$	$u(\sigma_b) = \sqrt{c^2(P_b)u^2(P_b) + c^2(d_0)u^2(d_0) + u^2(g_b) + u^2(\xi_{\sigma_b}) + u^2(e_{\sigma_b})}$		$u(\sigma_b) = \sqrt{6,52^2 + 1,64^2 + 2,88^2 + 4^2 + 13,6^2} = 16,0 \text{ Н/мм}^2$
Эффективное число степеней свободы	$\nu_{\text{эфф}}$	$\nu_{\text{эфф}} = \frac{u^4(\sigma_b)}{\frac{u^4(P_b)}{\nu(P_b)} + \frac{u^4(d_0)}{\nu(d_0)} + \frac{u^4(\sigma_b)}{\nu(\sigma_b)} + \frac{u^4(g_{\sigma_b})}{\nu(g_{\sigma_b})} + \frac{u^4(\xi_{\sigma_b})}{\nu(\xi_{\sigma_b})} + \frac{u^4(e_{\sigma_b})}{\nu(e_{\sigma_b})}}$	$\begin{aligned} \nu(P_b) &= \infty \\ \nu(d_0) &= \infty \\ \nu(g_{\sigma_b}) &= \infty \\ \nu(\xi_{\sigma_b}) &= 2 - 1 = 1 \\ \nu(e_{\sigma_b}) &= 3 - 1 = 2 \end{aligned}$	$\nu_{\text{эфф}} = \frac{16,0^4}{0 + 0 + 0 + \frac{13,6^4}{1} + \frac{4^4}{2}} = \frac{65536}{34338} = 1,9$
Расширенная неопределенность	$U(\sigma_b)$	$U(\sigma_b) = t_{0,95,\nu_{\text{эфф}}} \cdot u(\sigma_b)$	$t_{0,95,\nu_{\text{эфф}}} = 4,303$	$U(\sigma_b) = 4,303 \cdot 16,0 = 69 \text{ Н/мм}^2$

вторяемости. Рассмотрим каждую из составляющих отдельно.

Величина вклада от начального диаметра образца обусловлена величиной допуска на диаметр испытываемого образца, равного 0,10 мм согласно ГОСТ 1497–84. Данный вклад, в соответствии с JCGM 106:2012 [10], описывает глобальный риск для объекта (образца), выбранного случайно из производственного процесса. Решение об учете данного вклада следует принимать в зависимости от того идет ли речь о неопределенности для конкретного образца либо о неопределенности методики испытаний, реализованной на конкретном оборудовании в лаборатории.

Вклад от округления результата 10 Н/мм², предусмотренный в ГОСТ 1497-84, по-видимому, был обусловлен применением в прошлом разрывных машин с аналоговым сигналом, обладающих недостаточной чувствительностью к динамическим изменениям усилия в процессе испытания. В настоящее время использование разрывных машин с оцифрованным сигналом позволяет пренебречь данным вкладом.

Вклад от случайной составляющей измерений СО в условиях повторяемости описывает, как правило, качество работы оператора и случайные эффекты,

имеющие место при реализации методики испытаний в лаборатории на конкретном оборудовании, т. к. неоднородность материала уже учтена в метрологических характеристиках СО. В примере оценка величины вклада равна 4 Н/мм², предполагается, что необходимо оценивать случайную составляющую для каждой системы оператор-разрывная машина.

Вклад от прослеживаемости к СО включает в себя систематическую составляющую, связанную с реализацией методики испытаний в лаборатории, в том числе за счет алгоритмов программного обеспечения разрывной машины, и неоднородность материала СО. Основными влияющими факторами могут являться подготовительные операции перед началом испытаний (обнуление датчиков силы, датчиков деформации, способ закрепления образцов, величина предварительного нагружения), задаваемые условия испытания (скорость деформирования или скорость нагружения), ошибки в расчетах, в том числе в алгоритмах встроенного программного обеспечения [7]. Как правило, используемая на практике скорость испытания близка к максимальным величинам, допускаемым методикой испытаний, так как необходимо провести максимальное количество испытаний за рабочую смену оператора. Однако при этом

пренебрегают следующими неявными допущениями. Во-первых, ГОСТ 1497-84 является методом испытаний на статическое растяжение, т. е. достоверные результаты получаются при минимальной скорости испытаний. Во-вторых, проверка разрывных машин осуществляется в стационарном режиме, а испытания проводятся в динамическом режиме. Поэтому регистрируемые значения усилия и удлинения могут иметь систематическую погрешность, связанную со скоростью испытания. В примере оценка величины вклада за счет прослеживаемости равна $13,6 \text{ Н/мм}^2$, предполагается, что систематическую погрешность следует оценивать для каждой из имеющихся разрывных машин.

Расширенная неопределенность в примере имеет значение 69 Н/мм^2 , что обусловлено эффективным числом степеней свободы $\nu_{\text{эфф}} = 1,9$. Уменьшение эффективного числа степеней свободы возможно двумя путями. Первый состоит в уменьшении систематической составляющей за счет изменения скорости испытания. Второй путь будет реализован, если случайная составляющая окажется по величине не менее вклада от прослеживаемости к ГСО.

Выводы

Использование стандартного образца утвержденного типа как основы для сравнения является одним из основных инструментов обеспечения прослеживаемости и контроля точности результатов измерений механических свойств. Подход, основанный на составлении бюджета неопределенности для уравнения измерения (1), позволит лабораториям проводить надлежащую оценку неопределенности результатов измерений характеристик механических свойств с учетом совокупного эффекта от всех источников неопределенности, а также с учетом смещения, обусловленного прослеживаемостью.

Практическая значимость проведенного исследования заключается в возможности применения аккредитованными лабораториями модельного подхода теоретических принципов на основе ГОСТ 34100.3–2017/ISO/IEC Guide 98–3:2008 и алгоритмов расчетов ГОСТ Р ISO 21748–2021 (уравнение 1) при оценке неопределенности по п. 7.6 ГОСТ ISO/IEC17025–2019.

Благодарности: авторы выражают благодарность главному металлургу ОАО «Уралтурбо» Чеснокову Михаилу Александровичу за оказанную техническую помощь при испытаниях стандартного образца в целях

утверждения типа. Это исследование не получало финансовой поддержки в виде гранта от какой-либо организации государственного, коммерческого или некоммерческого сектора.

Acknowledgments: the authors express their gratitude to Mikhail A. Chesnokov, Chief Metallurgist of JSC «Uralturbo», for the technical assistance provided during testing of the reference material for the purpose of type approval. The research did not receive financial support in the form of a grant from any organization in the public, commercial or non-profit sector.

Вклад соавторов: Матвеева И. Н. – осуществление формального анализа, проведение исследовательских работ, создание визуальных материалов; Толмачев В. В. – разработка концепции исследования, осуществление формального анализа; Забелина А. А. – проведение исследовательских работ.

Contribution of the authors: Matveeva I. N. – implementation of formal analysis, research work, creation of visual materials; Tolmachev V. V. – development of the research concept, implementation of formal analysis; Zabelina A. A. – research work. A translated version of the article in English is planned for publication in the book Sobina E. P. Et al. (eds.). Reference Materials in Measurement and Technology. RMMT 2022. Switzerland: Springer, Cham.

Конфликт интересов: Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов. Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов. Материал статьи подготовлен на основе доклада, представленного на V Международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях» (Екатеринбург, 13–16 сентября 2022 г.). Переводная версия статьи на английском языке планируется к публикации в книге Sobina E. et al. (eds.). Reference Materials in Measurement and Technology. RMMT 2022. Switzerland: Springer, Cham.

Conflict of interest: The authors declare no conflict of interest. The material of the article was prepared on the basis of the report presented at the V International Scientific Conference «Reference Materials in Measurement and Technology» (Yekaterinburg, September 13–16, 2022). A translated version of the article in English is planned for publication in the book Sobina E. et al. (eds.). Reference Materials in Measurement and Technology. RMMT 2022. Switzerland: Springer, Cham.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Establishment of traceability in the measurement of the mechanical properties of materials / G. W. Bahng [et al.] // *Metrologia*. 2010. Vol. 47, № 2. P. 32–40. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/47/2/S04>
2. Metrological traceability of the measured values of properties of engineering materials / G. Roebben [et al.] // *Metrologia*. 2010. Vol. 47, № 2. P. 23–31. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/47/2/S03>
3. Bahng G. W., Cho S. J., Lee H. M. A technical approach to establish traceability in materials metrology // *Mapan – Journal of Metrology Society of India*. 2007. Vol. 22, № 3. P. 145–151.
4. Adamczak S., Bochnia J., Kundera C. Stress and strain measurements in static tensile tests // *Metrology and Measurement Systems*. 2012. Vol. 19, № 3, P. 531–540. <https://doi.org/10.2478/v10178-012-0046-3>
5. Czichos H., Saito T., Smith L. (Eds.) Springer handbook of metrology and testing. Springer: Berlin, 2011. 1229 p. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-16641-9>
6. Aydemir B., Cal B. Quality of material tensile test // Center for Quality: Collection of works 5th International Quality Conference, 20 May 2011. Kragujevac: Faculty of Mechanical Engineering, University of Kragujevac, 2011, P. 331–336.
7. Толмачев В. В., Матвеева И. Н. Современное состояние метрологического обеспечения испытаний на статическое растяжение // Эталоны. Стандартные образцы. 2022. Т. 18, № 1. С. 51–67. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-1-51-67>
8. JCGM 200:2012 International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM). 3rd ed. BIPM. 2012. 108 p. URL: https://www.bipm.org/documents/20126/2071204/JCGM_200_2012.pdf/f0e1ad45-d337-bbeb-53a6-15fe649d0ff1
9. Measurement uncertainty revisited: Alternative approaches to uncertainty evaluation: Technical report 2007. no. 1 Paris: EUROLAB, 2007. 62 p. URL: https://eurolab-d.de/files/measurement_uncertainty_revisited_-_alternative_approaches_to_uncertainty_evaluation.pdf
10. JCGM 106:2012 Evaluation of measurement data – The role of measurement uncertainty in conformity assessment. BIPM. 2012. 57 p. URL: https://www.bipm.org/documents/20126/2071204/JCGM_106_2012_E.pdf/fe9537d2-e7d7-e146-5abb-2649c3450b25

REFERENCES

1. Bahng G. W., Kim J. J., Lee H. M., Huh Y. H. Establishment of traceability in the measurement of the mechanical properties of materials. *Metrologia*. 2010;47(2):32–40. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/47/2/S04>
2. Roebben G., Linsinger T. P. J., Lamberty A., Emons H. Metrological traceability of the measured values of properties of engineering materials. *Metrologia*. 2010;47(2):23–31. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/47/2/S03>
3. Bahng G. W., Cho S. J., Lee H. M. A technical approach to establish traceability in materials metrology. *Mapan – Journal of Metrology Society of India*. 2007;22(3):145–151.
4. Adamczak S., Bochnia J., Kundera C. Stress and strain measurements in static tensile tests. *Metrology and Measurement Systems*. 2012;19(3):531–540. <https://doi.org/10.2478/v10178-012-0046-3>
5. Czichos H., Saito T., Smith L. (eds.) Springer handbook of metrology and testing. Springer: Berlin; 2011. 1229 p. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-16641-9>
6. Aydemir B., Cal B. Quality of material tensile test. In: *Center for Quality: Collection of works 5th International Quality Conference*, 20 May 2011. Kragujevac: Faculty of Mechanical Engineering, University of Kragujevac; 2011, p. 331–336.
7. Tolmachev V. V., Matveeva I. N. The current state of metrological support for static tension tests. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2022;18(1):51–67. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-1-51-67> (In Russ.).
8. JCGM 200:2012 International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM). 3rd ed. BIPM. 2012. 108 p. Available at: https://www.bipm.org/documents/20126/2071204/JCGM_200_2012.pdf/f0e1ad45-d337-bbeb-53a6-15fe649d0ff1
9. Measurement uncertainty revisited: Alternative approaches to uncertainty evaluation: Technical report 2007. no. 1 Paris: EUROLAB, 2007. 62 p. Available at: https://eurolab-d.de/files/measurement_uncertainty_revisited_-_alternative_approaches_to_uncertainty_evaluation.pdf
10. JCGM 106:2012 Evaluation of measurement data – The role of measurement uncertainty in conformity assessment. BIPM. 2012. 57 p. Available at: https://www.bipm.org/documents/20126/2071204/JCGM_106_2012_E.pdf/fe9537d2-e7d7-e146-5abb-2649c3450b25

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

ГСО 11854-2021 Стандартный образец утвержденного типа механических свойств стали марки 20 // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1395637>

ГОСТ 1050-2013 Металлопродукция из нелегированных конструкционных качественных и специальных сталей. Общие технические условия = Metal products from nonalloyed structural quality and special steels. General specification. Москва: Стандартинформ, 2014. 36 с.

ГОСТ 1497-84 Металлы. Методы испытаний на растяжение = Metals. Methods of tension test. Москва: Стандартинформ, 2008.

ГОСТ 2590-2006 Прокат сортовой стальной горячекатаный круглый. Сортамент = Round hot-rolled steel bars. Dimensions. Москва: Стандартинформ, 2010. 12 с.

ГОСТ 34100.3-2017/ISO/IEC Guide 98-3:2008 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения = Uncertainty of measurement. Part 3. Guide to the expression of uncertainty in measurement. Москва: Стандартинформ, 2018. 108 с.

ГОСТ Р ИСО 21748-2021 Статистические методы. Руководство по использованию оценок повторяемости, воспроизводимости и правильности при оценке неопределенности измерений = Statistical methods. Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty evaluation : издание официальное. Москва: Стандартинформ, 2014. 38 с.

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий = General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. Москва: Стандартинформ, 2021. 28 с.

Государственный рабочий эталон единицы силы первого разряда в диапазоне значений от 1 до 50 кН // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/11/items/415290>

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Матвеева Илона Николаевна – научный сотрудник лаборатории менеджмента риска и метрологического обеспечения безопасности технологических систем УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
Россия, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: sertif@uniim.ru

Толмачев Владимир Валерьянович – канд. физ.-мат. наук, заведующий отделом метрологии механических и геометрических величин и характеристик Уральского научно-исследовательского института метрологии – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
Россия, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: sertif@uniim.ru
<https://orcid.org/0000-0002-6122-1734>

Забелина Анастасия Андреевна – инженер лаборатории менеджмента риска и метрологического обеспечения безопасности технологических систем УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
Россия, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: sertif@uniim.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Ilona N. Matveeva – Researcher of the laboratory for risk management and metrological safety assurance of technological systems, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology
4 Krasnoarmeyskaya str., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: sertif@uniim.ru

Vladimir V. Tolmachev – Cand. Sci. (Phys.-Math.), Head of the Department of metrology of mechanical and geometric quantities and characteristics, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology
4 Krasnoarmeyskaya str., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: sertif@uniim.ru
<https://orcid.org/0000-0002-6122-1734>

Anastasia A. Zabelina – Engineer of the laboratory for risk management and metrological safety assurance of technological systems, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology
4 Krasnoarmeyskaya str., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: sertif@uniim.ru

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Научная статья

УДК 543.424.2

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-1-51-64>



Разработка мер для метрологического обеспечения спектроскопии комбинационного рассеяния

А. А. Юшина¹ , В. А. Асеев² , А. Д. Левин¹ 

¹ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений», г. Москва, Россия
[✉ yushina@vniiofi.ru](mailto:yushina@vniiofi.ru)

²ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский университет ИТМО», г. Санкт-Петербург, Россия

Аннотация: Для своевременного метрологического обеспечения технологических линий промышленного сектора в химической, медико-фармацевтической, пищевой, а также криминалистической и судебной экспертизы широко применяется метод спектроскопии комбинационного рассеяния (КР). Широкое применение метода спектроскопии КР требует использования специальных средств метрологического обеспечения, а именно: мер для калибровки спектрометров и микроскопов КР по форме спектров, т. е. по относительной спектральной чувствительности.

Цель настоящего исследования – разработка прототипов мер, предназначенных для калибровки спектрометров и микроскопов КР по шкале относительных интенсивностей, обеспеченных метрологической прослеживаемостью к основным единицам SI.

Прототипы мер изготовили из неорганических стекол на основе оксидной матрицы, каждое из стекол активировано ионами металла, выбранного для возбуждения широкой линии флуоресценции излучением на заданной длине волны: 532 нм (ионы марганца), 633 нм (ионы висмута) и 785 нм (ионы хрома). Для прототипов мер установлены метрологические характеристики, где аттестованной характеристикой является относительная интенсивность воспроизводимого излучения флуоресценции. Определена максимальная расширенная неопределенность измерения относительной интенсивности флуоресценции при коэффициенте охвата $k=2$, которая составляет 9,4 %, 5,2 % и 2,8 % для прототипов мер, предназначенных для воспроизведения относительной интенсивности флуоресценции при возбуждении на длинах волн 532 нм, 633 нм и 785 нм, соответственно.

Аттестация мер, произведенная на лазерном рамановском конфокальном микроскопе Confotec NR500, входящем в состав эталона ГЭТ 196–2015, позволит установить метрологическую прослеживаемость через шкалу относительных интенсивностей микроскопа ГЭТ 86–2017, обеспечивая прослеживаемость к единицам SI величины «поток энергии» (световой). Таким образом, для калибруемых приборов с помощью аттестованных мер возможно нахождение функции спектральной коррекции для определения спектров КР, прослеживаемых к государственному первичному эталону ГЭТ 196–2015.

Полученные результаты исследования позволяют расширить возможность установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики микроскопов и спектрометров комбинационного рассеяния, в частности, позволяют производить калибровку по шкале относительных интенсивностей.

Ключевые слова: стандартные образцы, спектроскопия КР, калибровка по относительной интенсивности, метрологическое обеспечение, меры, линия флуоресценции

Используемые сокращения: ГЭТ 86–2017 Государственный первичный эталон единиц радиометрических и спектрорадиометрических величин в диапазоне длин волн от 0,2 до 25,0 мкм, ГЭТ 196–15 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации

компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов, КР – спектрометров КР, СО – стандартные образцы

Ссылка при цитировании: Юшина А. А., Асеев В. А., Левин А. Д. Разработка мер для метрологического обеспечения спектроскопии комбинационного рассеяния // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 1. С. 51–64. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-1-51-64>

Статья поступила в редакцию 23.11.2022; одобрена после рецензирования 20.12.2022; принята к публикации 25.12.2022.

MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

Research Article

Development of measures for metrological support of Raman spectroscopy

Anna A. Yushina¹  , Vladimir A. Aseev² , Alexander D. Levin¹ 

¹All-Russian Research Institute for Optical and Physical Measurements, Moscow, Russia
 yushina@vniiofi.ru

²National Research University of Information Technologies, Mechanics and Optics (ITMO), St. Petersburg, Russia

Abstract: The method of Raman spectroscopy (RS) is widely used for timely metrological support of technological lines of the industrial sector in the chemical, medical and pharmaceutical, food, as well as criminalistics and forensic examinations. The wide application of the Raman spectroscopy method requires the use of specific metrological support tools, namely, measures for calibrating Raman spectrometers and microscopes according to the spectrum shape (i. e. relative spectral sensitivity).

The purpose of the research was to develop prototype measures designed to calibrate Raman spectrometers and microscopes on a scale of relative intensities provided with metrological traceability to the SI base units.

Prototype measures were made from inorganic glasses based on an oxide matrix, each of the glasses was activated with metal ions selected to excite a broad fluorescence line with radiation at a given wavelength: 532 nm (manganese ions), 633 nm (bismuth ions) and 785 nm (chromium ions). Metrological characteristics were established for prototype measures, where the certified characteristic is the relative intensity of the reproduced fluorescence radiation. The maximum expanded measurement uncertainty of the relative fluorescence intensity at a coverage factor $k=2$ was determined, which is 9.4%, 5.2% and 2.8% for prototype measures designed to reproduce the relative fluorescence intensity when excited at wavelengths of 532 nm, 633 nm and 785 nm, respectively.

Certification of measures performed on the laser Raman confocal microscope Confotec NR500, which is part of the GET 196-2015 standard, allows establishing metrological traceability through the scale of relative intensities of the GET 86-2017 microscope, providing traceability to SI units of the “(light) energy flux” value. Thus, it is possible to find the spectral correction function for determining the Raman spectra traceable to the State Primary Standard GET 196-2015 for calibrated devices using certified measures.

The practical significance of the results of the research makes it possible to expand the possibility of establishing and monitoring the stability of the calibration characteristics of microscopes and Raman spectrometers, namely, it allows calibration on a scale of relative intensities.

Keywords: reference material, Raman spectroscopy, relative intensity calibration, metrological support, measures, fluorescence line

Abbreviations used: GET 86–2017 State Primary Standard of Units of Radiometric Quantities and Units of Spectroradiometric Quantities in the Range of Wavelengths from 0.2 to 25.0 μm , GET 196–15 State Primary Standard of Units of Mass (Molar) Fraction and Mass (Molar) Concentration of Components in Liquid and Solid Substances and Materials Based on Spectral Methods, RM – reference material

For citation: Yushina A. A., Aseev V. A., Levin A. D. Development of measures for metrological support of Raman spectroscopy. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(1):51–64. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-1-51-64>

The article was submitted 23.11.2022; approved after reviewing 20.12.2022; accepted for publication 25.12.2022.

Введение

Спектроскопия комбинационного рассеяния (КР), или рамановская, является одной из разновидностей колебательной спектроскопии и быстро развивающимся методом анализа химического состава жидких, твердых и газообразных образцов естественного и искусственного происхождения, в том числе биологических проб. В последние годы метод получает все большее распространение благодаря совершенствованию оборудования, появлению достаточно компактных и недорогих устройств и возрастающему интересу к экспрессному определению веществ [1]. Основным направлением применения спектроскопии КР является идентификация веществ по спектрам, с этой целью данный метод широко применяется в таких сферах, как биологическая и медицинская диагностика [2–4], фармацевтика

и химическая промышленность [5–8], криминалистика и судебная экспертиза [9, 10], экологическая и пищевая безопасность [11–13].

Однако стоит отметить, что спектры КР, измеренные с помощью разных приборов, могут демонстрировать значительные различия в относительных интенсивностях пиков исследуемых соединений (рис. 1). Данное ограничение объясняется преимущественно особенностями конструкции приборов. На регистрируемую интенсивность спектра в совокупности оказывают влияние функции пропускания оптических элементов, дифракционная эффективность решетки и спектральная чувствительность фотоприемника, для каждого спектрометра вклад этих элементов будет разным. Кроме того, изменения отклика прибора, влияющие на форму спектров КР, могут возникать на одном и том же приборе

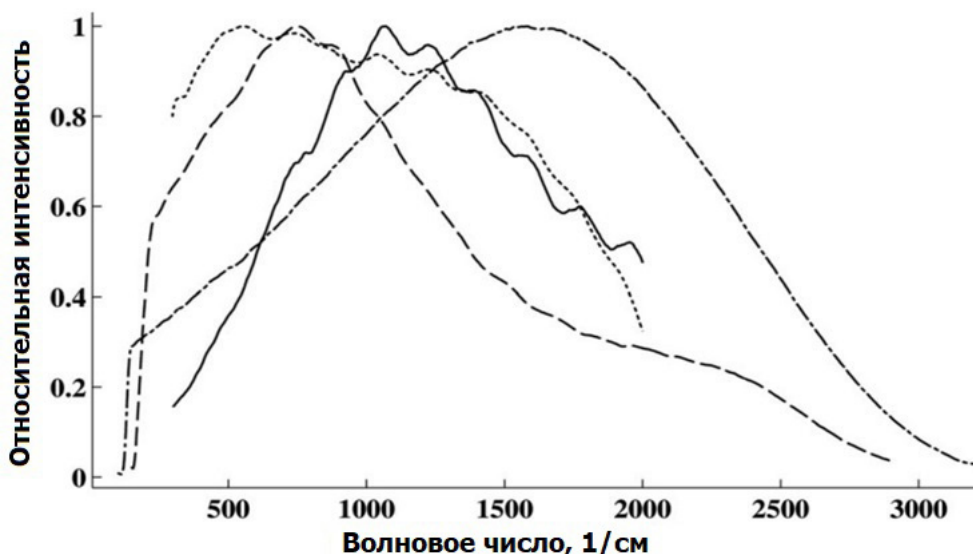


Рис. 1. Спектры флуоресценции стандартного образца NIST SRM 2241, полученные при измерениях на четырех рамановских спектрометрах с длиной волны возбуждения 785 нм (Источник: ASTM E2911–13. Standard Guide for Relative Intensity Correction of Raman Spectrometers)

Fig. 1. The fluorescence spectra of NIST SRM 2241 reference material obtained from measurements on four Raman spectrometers with an excitation wavelength of 785 nm (Source: ASTM E2911–13. Standard Guide for Relative Intensity Correction of Raman Spectrometers)

после замены компонента или выполнения работ по обслуживанию [14, 15].

Широкое применение метода спектроскопии КР требует измерения точных и аппаратно-независимых спектров. Эти критерии особенно важны при распознавании веществ путем сравнения экспериментальных спектров с библиотечными спектрами, измеренными на разных приборах. Для подобных целей требуется использование специальных средств метрологического обеспечения, а именно: мер для калибровки спектрометров и микроскопов КР по форме спектров, т. е. по относительной спектральной чувствительности.

В качестве примера таких мер для калибровки спектрометров и микроскопов КР по форме спектров можно назвать СО NIST SRM 2241–2246 (США) на основе стекол, активированных ионами различных металлов. СО предназначены для корректирования относительных интенсивностей спектров КР, полученных с помощью приборов, использующих лазерное возбуждение на следующих длинах волн: 488; 514,5; 532; 633; 785; 830; 1064 нм. Калибровка СО осуществляется на спектрометре, прослеживаемом к эталонным источникам света (радиометрическому эталону). Преимуществом таких СО на основе стекол (по сравнению с мерами на основе жидкостей и полимерных материалов) является устойчивость к тепловым, химическим и фотохимическим воздействиям и долгий срок годности.

До недавнего времени для метрологического обеспечения микроскопов и спектрометров комбинационного рассеяния в России использовались в основном упомянутые выше СО NIST. Поэтому для своевременного обеспечения технологических линий в промышленном секторе России, а также в связи с ограничениями в поставках востребованных промышленностью СО требуется активное импортозамещение и разработка новых систем, предназначенных для калибровки спектрометров и микроскопов КР. Кроме того, необходимость создания подобных систем связана с обеспечением метрологической прослеживаемости к единицам СИ величины «поток энергии» (световой).

В России средства измерений, воспроизводящие оптические характеристики образцов, такие как коэффициент пропускания, оптическая плотность, интенсивность флуоресценции и т. п., принято называть мерами, а не СО. Поэтому цель данного исследования заключалась в разработке прототипов мер, предназначенных для калибровки спектрометров и микроскопов КР по шкале относительных интенсивностей, обеспеченных метрологической прослеживаемостью к основным единицам СИ величины «поток энергии» (световой).

В задачи исследования входит следующее: разработать специальные стекла с заданными флуоресцентными свойствами; на основе этих стекол разработать прототип мер, предназначенных для калибровки спектрометров и микроскопов комбинационного рассеяния по шкале относительных интенсивностей при возбуждении на длинах волн 532 нм, 633 нм и 785 нм; установить метрологические характеристики подобных систем, обосновать метрологическую прослеживаемость системы к единицам СИ величины «поток энергии» (световой).

Материалы и методы

Материалы

В качестве основы для прототипов мер были приняты три типа специальных флуоресцентных стекол на основе оксидной матрицы, активированные ионами переходных металлов, разработанные Национальным исследовательским университетом ИТМО [16]. В качестве активирующего металла применяли марганец Mn_2O_3 , категории ос. ч, 1 вес. %; висмут Bi_2O_3 категории ос. ч, 1 вес. %; хром Cr_2O_3 0,02 вес. %. Для проведения синтеза применяли системы $42B_2O_3-27MgO-18Al_2O_3-13CaO$ (мол. %), $72,4P_2O_5-11,6ZnO-15,7Al_2O_3-0,3Bi_2O_3$ (мол. %) и $20K_2O-Al_2O_3-60B_2O_3$ (мол. %).

Приборы и посуда

Измерения проводили с помощью высокоточного, полностью автоматизированного 3D-сканирующего конфокального рамановского микроскопа Confotec NR500 (SOL Instruments, Беларусь). Лазерный микроскоп входит в состав Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов ГЭТ 196–2015.

Шкала относительных интенсивностей микроскопа прослеживается к Государственному первичному эталону единиц радиометрических и спектрорадиометрических величин в диапазоне длин волн от 0,2 до 25,0 мкм ГЭТ 86–2017. Для обеспечения прослеживаемости использовали в качестве компаратора источник излучения на основе галогеновой лампы накаливания 64250 HLX (OSRAM, Германия).

Методы

Синтез стекол

Стекла, предназначенные для воспроизведения относительной интенсивности флуоресценции при лазерном излучении на длине волны 532 нм, были активированы ионами марганца. Для стекол, предназначенных

для возбуждения флуоресценции излучением на длине волны 633 нм, в качестве активирующего металла был выбран висмут. Для активации стекол, созданных для воспроизведения относительной интенсивности флуоресценции при излучении на длине волны 785 нм, использовались ионы хрома.

Стекла, активированные марганцем, были синтезированы в системе $42\text{B}_2\text{O}_3\text{--}27\text{MgO--}18\text{Al}_2\text{O}_3\text{--}13\text{CaO}$ (мол. %). Синтез происходил в платиновом тигле с платиновой мешалкой при температуре 1300 °С в течение 1,5 часов. Стекло отливалось на металлическую пластину и отжигалось при 550 °С в течение 3 часов.

Активированные висмутом стекла были синтезированы в системе $72,4\text{P}_2\text{O}_5\text{--}11,6\text{ZnO--}15,7\text{Al}_2\text{O}_3\text{--}0,3\text{Bi}_2\text{O}_3$ (мол. %). Синтез происходил в кварцевом тигле с кварцевой мешалкой при температуре 1450 °С в течение 8 часов. Стекло отливалось на металлическую пластину и отжигалось при 600 °С в течение 4 часов.

Стекла, активированные хромом, синтезированы в системе $20\text{K}_2\text{O--Al}_2\text{O}_3\text{--}60\text{B}_2\text{O}_3$ (мол. %) при концентрации хрома Cr_2O_3 0,02 вес. %. Синтез происходил в платиновом тигле с платиновой мешалкой при температуре 1400 °С в течение 1,5 часов. Расплав отливался в металлическую форму и отжигался при 450 °С в течение 1 часа.

Прототипы мер представляли собой стеклянные пластины, технические характеристики которых указаны в табл. 1. Габаритные размеры образцов были обусловлены предназначением мер для использования на приборах с углом рассеивания 180 °С. Внешний вид прототипов мер представлен на рис. 2.

Определение метрологических характеристик и оценивание расширенной неопределенности

Метрологические характеристики прототипов мер устанавливали на основе результатов измерений,

проводимых на лазерном микроскопе, входящем в состав ГЭТ 196–2015. Шкала относительных интенсивностей микроскопа прослеживается к ГЭТ 86–2017. Для обеспечения прослеживаемости прототипов мер к основным единицам СИ величины «поток энергии» (световой) использовали в качестве компаратора источник излучения на основе галогеновой лампы накаливания.

Режимы и параметры работы микроскопа при измерении интенсивности излучения флуоресценции прототипов мер были тщательно подобраны опытным путем. Основным критерием при подборе параметров было соответствие диапазона чувствительности микроскопа интенсивности флуоресценции исследуемого образца, оптимальным является превышение верхней границы диапазона максимальной интенсивности флуоресценции на 20 %. В табл. 2. представлены основные характеристики режимов и параметров работы микроскопа.

Определение метрологических характеристик прототипов мер проводили в соответствии с ГОСТ 8.009.84 следующим образом.

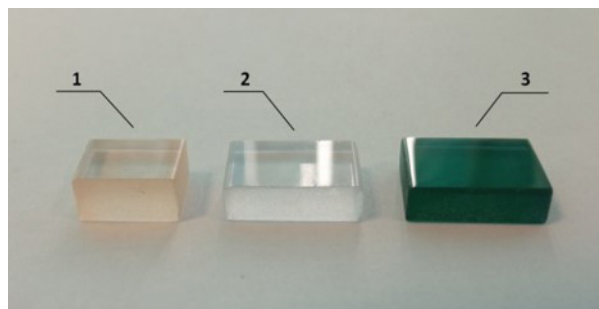


Рис. 2. Прототипы мер для метрологического обеспечения спектроскопии комбинационного рассеяния, где: 1 – стекла, активированные марганцем; 2 – стекла, активированные висмутом; 3 – стекла, активированные хромом.

Fig. 2. Prototype measures for metrological support of Raman spectroscopy, where: 1 – manganese-doped glasses; 2 – bismuth-doped glasses; 3 – chromium-doped glasses.

Таблица 1. Технические характеристики прототипов мер для обеспечения спектроскопии комбинационного рассеяния

Table 1. The technical characteristics of prototype measures for metrological support of Raman spectroscopy

Наименование параметра	Значение параметра		
	Стекла, активированные марганцем	Стекла, активированные висмутом	Стекла, активированные хромом
Характерная длина волны возбуждения, нм	532	633	785
Поперечное сечение, мм	10×10	10×10	10×10
Высота, мм	2,71	2,07	2,77
Квантовый выход флуоресценции	34	12	14

Таблица 2. Режимы и параметры работы рамановского микроскопа при измерении интенсивности излучения флуоресценции прототипов мер для метрологического обеспечения спектроскопии комбинационного рассеяния

Table 2. Operating modes and parameters of the raman microscope when measuring the intensity of fluorescence radiation of prototype measures for metrological support of Raman spectroscopy

Наименование параметра	Значение параметра
Дифракционная решетка, штрихов/мм	200
Тип зеркала	Ag
Тип детектора	CCD
Увеличение объектива рамановского микроскопа	5
Апертурная диафрагма, мм	100
Количество последовательных измерений спектров	10

Устанавливали образец на предметный стол микроскопа, задавали режимы и параметры работы микроскопа, указанные в табл. 2.

Проводили 10 измерений в условиях повторяемости зависимости сигналов интенсивности излучения флуоресценции меры от величины волнового числа ($F_{\text{изм. } n}(k_i)$, а.з.е.), где k_i – волновое число, i – порядковый номер волнового числа, n – номер спектра, измеренного в условиях повторяемости.

По результатам измерений вычисляли для каждого измеренного спектра относительную интенсивность излучения флуоресценции по отношению к максимуму в данном диапазоне волновых чисел по формуле:

$$F_{n_OTH.}(k_i) = \frac{F_{n_ИЗМ.}(k_i)}{F_{n_МАКС.}(k_i)}, \quad (1)$$

где $F_{n_OTH.}(k_i)$ – относительная интенсивность рамановского рассеяния по отношению к максимуму; n – номер измерения спектра в условиях повторяемости; i – номер волнового числа; k – значение волнового числа, см⁻¹; $F_{n_ИЗМ.}(k_i)$ – измеренное значение интенсивности рамановского рассеяния для n -го измерения, а.з.е.

Усредненную относительную интенсивность флуоресценции образца при его длине волны возбуждения рассеяния вычисляли по формуле:

$$\bar{F}_{OTH.}(k_i) = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N F_{n_OTH.}(k_i), \quad (2)$$

где $\bar{F}_{OTH.}(k_i)$ – усредненная относительная интенсивность излучения флуоресценции меры при рабочей длине волны возбуждения, отн. ед.; N – число измерений

спектров в условиях повторяемости (в данном случае $N=10$); $F_{n_OTH.}(k_i)$ – относительная интенсивность, определенная по результатам n -го измерения, рассчитанная по формуле (1).

Стандартную неопределенность по типу А $u_A(k_i)$ оценивали, как среднеквадратическое отклонение (СКО) среднего значения серии измерений. Оценка производилась по формуле:

$$u_A(k_i) = \sqrt{\frac{\sum_{n=1}^N [F_{n_OTH.}(k_i) - \bar{F}_{OTH.}(k_i)]^2}{N(N-1)}} \cdot \frac{1}{\bar{F}_{OTH.}(k_i)} \cdot 100. \quad (3)$$

Основной вклад в неопределенность по типу В вносит неточность калибровки шкалы относительных интенсивностей, зависящая от неопределенности измерения относительных интенсивностей микроскопом, которая оценивалась при калибровке этого микроскопа, обеспечивающей его прослеживаемость к ГЭТ 86–2017. При разработке прототипа меры была учтена только эта составляющая. Другими источниками неопределенности по типу В являются неоднородность меры, нестабильность калибровки микроскопа по шкале относительных интенсивностей, а также погрешность аппроксимации полиномом зависимости интенсивности флуоресценции от волнового числа. В дальнейшем при подготовке мер к испытаниям в целях утверждения типа планируется оценить вклад каждого из этих источников в неопределенность по типу В.

Стандартная неопределенность по типу В воспроизведения мерой относительной интенсивности флуоресценции оценивалась по формуле:

$$u_B = \frac{U_{con}}{2}, \quad (4)$$

где U_{con} – расширенная неопределенность измерения относительных интенсивностей на микроскопе, определяемая по результатам калибровки этого микроскопа в составе ГЭТ 196–15. При этой калибровке оценивается неопределенность передачи единицы от радиометрического эталона ГЭТ 86–2017 с помощью компаратора, представляющего собой упоминавшийся выше источник излучения на основе галогеновой лампы.

Суммарная стандартная неопределенность воспроизведения мерам относительной интенсивности излучения флуоресценции рассчитывалась по формуле:

$$u_c(k_i) = \sqrt{u_A^2(k_i) + u_B^2(k_i)}, \quad (5)$$

где $u_A(k_i)$ – стандартная неопределенность по типу А воспроизведения относительной интенсивности флуоресценции, $u_B(k_i)$ – стандартная неопределенность по типу В воспроизведения относительной интенсивности флуоресценции.

Расширенную неопределенность измерения относительной интенсивности рамановского рассеяния при коэффициенте охвата $k=2$ рассчитывали по формуле:

$$U_p(k_i) = 2 \cdot u_c(k_i), \quad (6)$$

Результаты и обсуждение

Для метрологического обеспечения спектроскопии КР были разработаны прототипы мер, предназначенных для калибровки спектрометров и микроскопов КР по шкале относительной интенсивности при возбуждении на заданных длинах волн в диапазонах волновых чисел, характеризующих сдвиг частоты излучения

флуоресценции относительно частоты возбуждающего излучения. Диапазон волновых чисел для меры, предназначенной для возбуждения излучения на длине волны 532 нм (образец № 1), составил 200–4000 см⁻¹, для меры, предназначенной для возбуждения излучения на длине волны 633 нм (образец № 2), составил 200–3500 см⁻¹, а для меры, предназначенной для возбуждения излучения на длине волны 785 нм (образец № 3), – 200–3000 см⁻¹.

Метрологическими характеристиками разработанных прототипов мер являются относительная интенсивность флуоресценции и зависящие от волнового числа значения расширенной неопределенности относительной интенсивности излучения при коэффициенте охвата $k=2$. Максимальные значения неопределенностей представлены в табл. 3.

Нормированный на единицу спектр флуоресценции прототипа меры № 1 с аппроксимацией двумя полиномами 7-й степени представлен на рис. 3. Погрешность при аппроксимации составляет менее 3%. Результаты измерения спектров флуоресценции прототипов мер № 2 и № 3 представлены на рис. 4 и 5, соответственно. Спектр прототипа меры № 2 аппроксимирован полиномом 8-й степени, для аппроксимации спектра прототипа меры № 3 использован полином 9-й степени.

Проводилась проверка независимости спектров разработанных прототипов мер от мощности лазерного излучения. На рис. 6а представлены спектры флуоресценции прототипа меры № 1, измеренные при разных мощностях лазера, на рисунке 6б – эти же спектры, нормированные на максимум. Как видно, нормированные на максимум спектры практически совпадают, что показывает независимость формы спектра прототипов мер от интенсивности лазерного излучения.

Таблица 3. Результаты характеристик неопределенности прототипов мер для метрологического обеспечения спектроскопии комбинационного рассеяния

Table 3. The results of uncertainty characteristics of prototype measures for metrological support of Raman spectroscopy

Характеристика неопределенности	Значение неопределенности, %		
	Образец № 1 Стекла, активированные марганцем	Образец № 2 Стекла, активированные висмутом	Образец № 3 Стекла, активированные хромом
Неопределенность по типу А	≤4,5	≤1,1	≤0,2
Неопределенность по типу Б	1,4	1,4	1,4
Суммарная стандартная неопределенность	≤4,7	≤2,6	≤1,4
Расширенная неопределенность при $k=2$	≤9,4	≤5,2	≤2,8

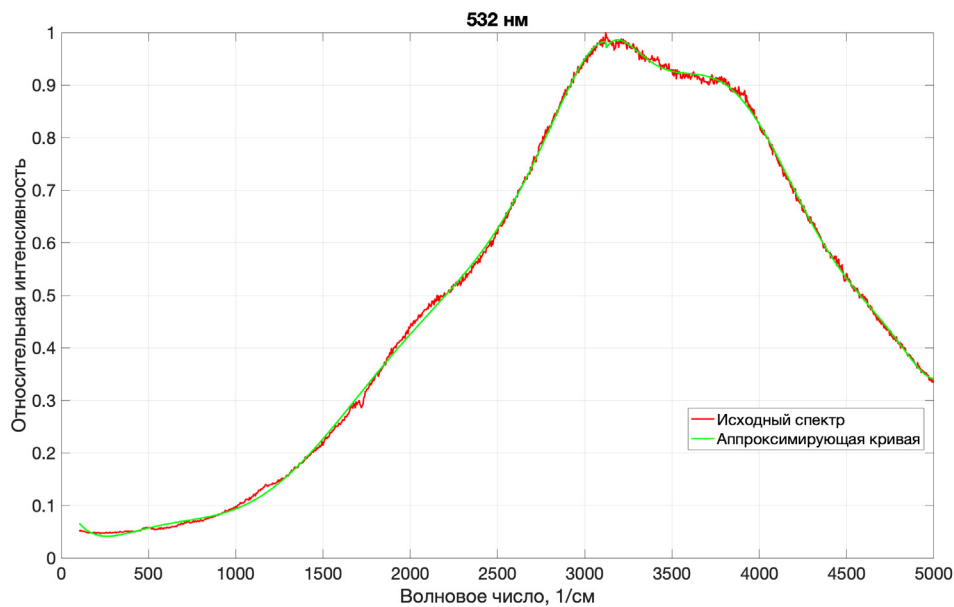


Рис. 3. Спектр флуоресценции прототипа меры № 1, нормированный на единицу и аппроксимированный полиномами 7-й степени

Fig. 3. The fluorescence spectrum of the prototype measure No. 1 normalized to unity and approximated by polynomials of the 7th degree

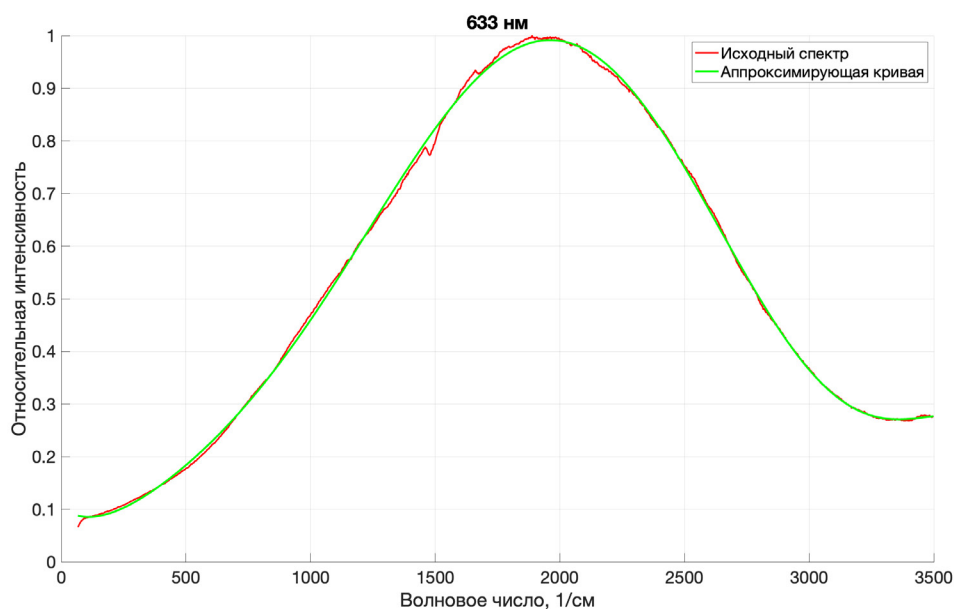


Рис. 4. Спектр флуоресценции прототипа меры № 2, нормированный на единицу и аппроксимированный полиномом 8-й степени

Fig. 4. The fluorescence spectrum of the prototype measure No. 2 normalized to unity and approximated by polynomials of the 8th degree

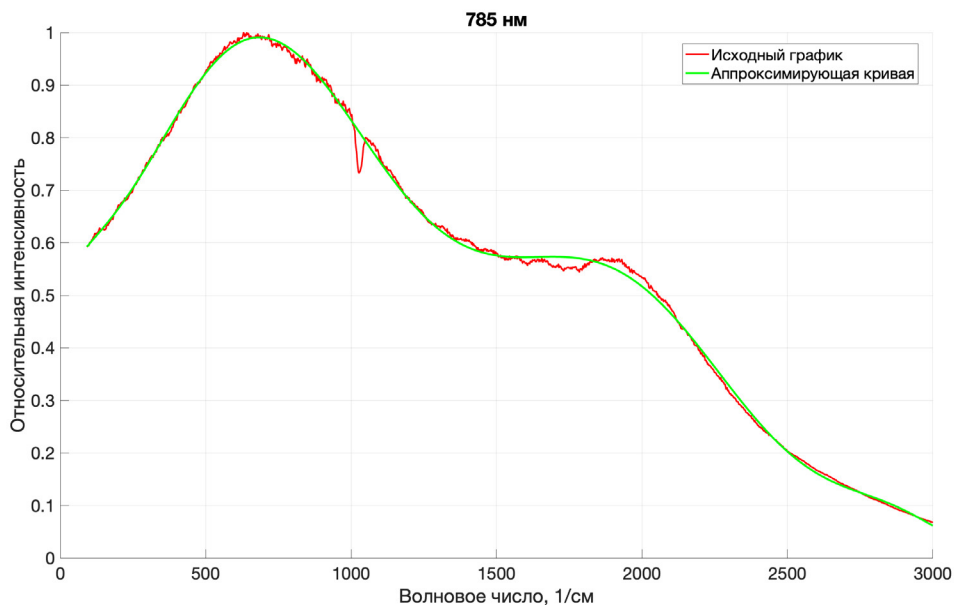


Рис. 5. Спектр флуоресценции прототипа меры № 3, нормированный на единицу и аппроксимированный полиномом 9-й степени

Fig. 5. The fluorescence spectrum of the prototype measure No. 3 normalized to unity and approximated by polynomials of the 9th degree

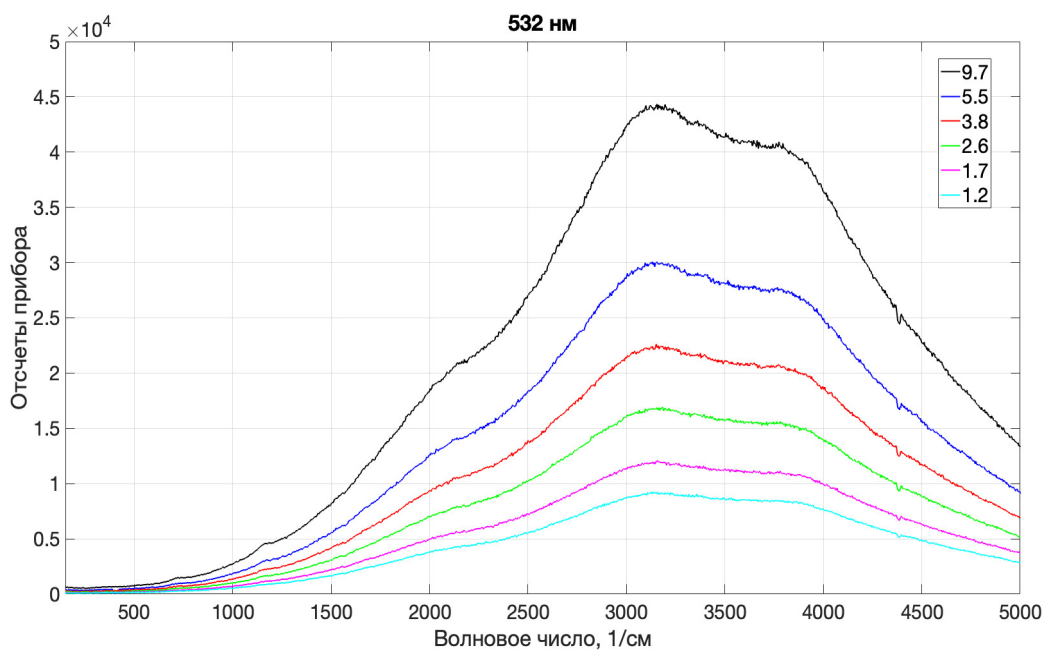


Рис. 6а. Спектры флуоресценции прототипа меры № 1, снятые при разных мощностях лазера (мВт)

Fig. 6a. Fluorescence spectra of the prototype measure No. 1 taken at different laser powers (mW)

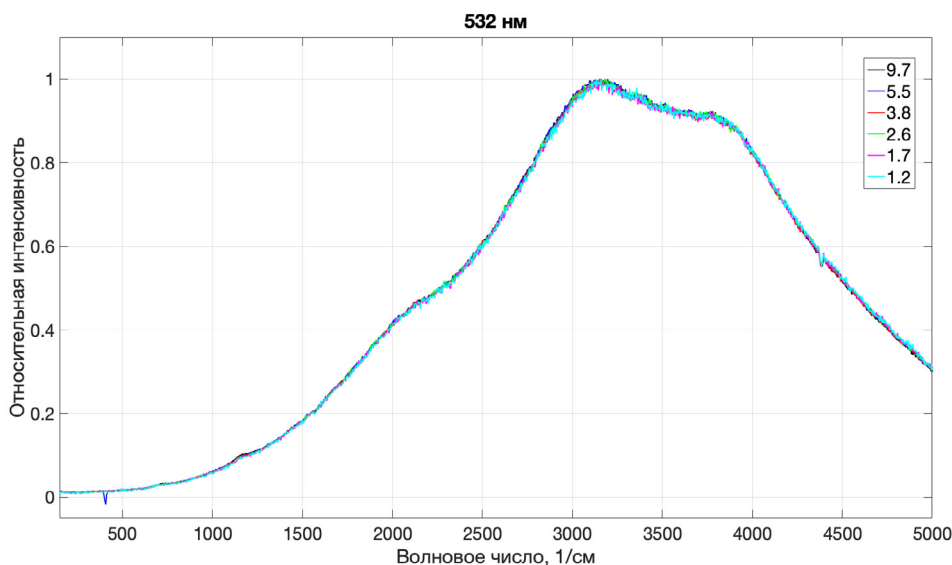


Рис. 6б. Спектры флуоресценции прототипа меры № 1, снятые при разных мощностях лазера (мВт) и нормированные на максимум

Fig. 6b. Fluorescence spectra of the prototype measure No. 1 taken at different laser powers (mW) and normalized to the maximum

Обеспечение аппаратной независимости спектров КР с помощью мер будет осуществляться за счет функции спектральной коррекции, которая представляет собой отношение паспортного спектра меры, приведенного в виде аппроксимированной функции, к спектру, измеренному на конкретном приборе, как показано в формуле:

$$Corr(\Delta\nu) = \frac{I_{\text{атт.меры}}(\Delta\nu)}{I_{\text{изм.меры}}(\Delta\nu)}, \quad (7)$$

где $Corr(\Delta\nu)$ – функция спектральной коррекции; $I_{\text{атт.меры}}(\Delta\nu)$ – аттестованный спектр меры, прослеживаемый к первичному радиометрическому эталону ГЭТ 86–2017; $I_{\text{изм.меры}}(\Delta\nu)$ – спектр меры, записанный на приборе.

Введение поправки на значение функции спектральной коррекции при дальнейшей работе с этим прибором позволит получить аппаратно-независимые спектры КР, как показано в формуле:

$$I_{\text{корр.обр.}}(\Delta\nu) = Corr(\Delta\nu) \cdot I_{\text{изм.обр.}}(\Delta\nu), \quad (8)$$

где $I_{\text{изм.обр.}}(\Delta\nu)$ – спектр образца, записанный на приборе; $I_{\text{корр.обр.}}(\Delta\nu)$ – скорректированный спектр образца.

Аттестация мер будет производиться на лазерном рамановском конфокальном микроскопе Confotec NR500, который вводится в состав эталона ГЭТ 196-15. Будет

обеспечена прослеживаемость шкалы интенсивностей этого микроскопа к ГЭТ 86–2017, для этого в качестве компаратора будет использоваться источник излучения на основе галогеновой лампы.

Таким образом, разработанные меры обеспечат потребности в метрологическом обеспечении спектроскопии КР и будут использованы для калибровки спектрометров и микроскопов КР по шкале относительных интенсивностей при лазерном возбуждении на длинах волн 532 нм, 633 нм и 785 нм в широком диапазоне волновых чисел.

Заключение

В ходе экспериментальных исследований разработаны прототипы мер, изготовленные из неорганических стекол на основе оксидной матрицы, активированной ионами различных металлов для возбуждения широкой линии флуоресценции при излучении на заданной длине волны: ионы марганца для 532 нм, ионы висмута для 633 нм и ионы хрома для 785 нм.

Для прототипов мер установлены метрологические характеристики, где аттестованной характеристикой является относительная интенсивность воспроизводимого излучения флуоресценции. Максимальная расширенная неопределенность измерения относительной интенсивности флуоресценции при коэффициенте охвата $k=2$ для прототипов мер, предназначенных

для воспроизведения относительной интенсивности флуоресценции при возбуждении на длинах волн 532 нм, 633 нм и 785 нм, составила 9,4 %, 5,2 % и 2,8 %, соответственно.

Аттестация мер, произведенная на лазерном рамановском конфокальном микроскопе Confotec NR500, входящем в состав эталона ГЭТ 196-2015, позволила установить метрологическую прослеживаемость через шкалу относительных интенсивностей микроскопа ГЭТ 86-2017, обеспечила прослеживаемость к единицам СИ величины «поток энергии» (световой).

Таким образом, разработанные меры позволяют устанавливать прослеживаемость спектров КР к ГЭТ 196–2015 с помощью функции спектральной коррекции, что расширяет возможность установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики микроскопов и спектрометров КР, а именно позволяет производить калибровку по шкале относительных интенсивностей, способствуя получению точных и аппаратно-независимых спектров КР.

Благодарности: Исследование выполнено по субсидии Росстандарта РФ в рамках совершенствования государственной эталонной базы в области фотоники.

Авторы выражают благодарность старшему научному сотруднику ФГУП «ВНИИОФИ», кандидату физико-математических наук Тарелкину Сергею Александровичу за помощь и содействие в организации работы на микроскопе.

Авторы выражают благодарность инженеру лаборатории аналитической спектроскопии и метрологии наночастиц ФГУП «ВНИИОФИ» Гойдиной Татьяне Александровне за помощь в обработке экспериментальных данных.

Разработка и синтез стекол осуществлены Национальным исследовательским университетом ИТМО. Все измерения проводились с использованием оборудования ФГУП «ВНИИОФИ».

Acknowledgments: The research was supported by Rosstandart of the Russian Federation as part of the improvement of the state standard base in the field of photonics.

The authors express their gratitude to Sergey A. Tarelkin, Candidate of Physical and Mathematical Sciences, Senior Researcher of the All-Russian Scientific Research Institute for Optical and Physical Measurements (VNIIOFI), for help and assistance in organizing work with the microscope.

The authors express their gratitude to Tatyana A. Goidina, Engineer of the laboratory of analytical spectroscopy and metrology of nanoparticles of the All-Russian Scientific Research Institute for Optical and Physical Measurements (VNIIOFI), for help in processing the experimental data.

The development and synthesis of glasses was carried out by the National Research University of Information Technologies, Mechanics and Optics (ITMO). All measurements were carried out using the equipment of the All-Russian Scientific Research Institute for Optical and Physical Measurements (VNIIOFI).

Вклад соавторов: Юшина А. А. – проведение исследовательских работ, осуществление формального анализа, написание чернового варианта статьи; Асеев В. А. – предоставление материалов для исследования; Левин А. Д. – разработка концепции исследования, осуществление формального анализа, контроль проведения исследований, создание визуальных материалов.

Contribution of the authors: Yushina A. A. – research work, implementation of formal analysis, writing a draft version of the article; Aseev V. A. – provision of materials for research; Levin A. D. – development of the concept of research, implementation of formal analysis, control of research, creation of visual materials.

Конфликт интересов: Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов. Материал статьи подготовлен на основе доклада, представленного на V Международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях» (Екатеринбург, 13–16 сентября 2022 г.). Переводная версия статьи на английском языке планируется к публикации в книге Sobina E. et al. (eds.). Reference Materials in Measurement and Technology. RMMT 2022. Switzerland: Springer, Cham.

Conflict of interest: The authors declare no conflict of interest. The material of the article was prepared on the basis of the report presented at the V International Scientific Conference «Reference Materials in Measurement and Technology» (Yekaterinburg, September 13–16, 2022). A translated version of the article in English is planned for publication in the book Sobina E. et al. (eds.). Reference Materials in Measurement and Technology. RMMT 2022 Switzerland: Springer, Cham.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Das R. S., Agrawal Y. K. Raman spectroscopy: recent advancements, techniques and applications // *Vibrational Spectroscopy*. 2011. Vol. 57, № 2. P. 163–176. <https://doi.org/10.1016/j.vibspec.2011.08.003>
2. Raman spectroscopy: A powerful technique for biochemical analysis and diagnosis / L. M. Moreira [et al.] // *Spectroscopy*. 2008. Vol. 22, № 1. P. 1–19. <https://doi.org/10.3233/SPE-2008-0326>
3. Перспективы применения метода спектроскопии комбинационного рассеяния света (рамановской спектроскопии) в кардиологии / В. В. Рафальский [и др.] // *Кардиоваскулярная терапия и профилактика*. 2020. Т. 19, № 1. С. 70–77. <https://doi.org/10.15829/1728-8800-2020-1-2394>
4. Рамановская спектроскопия-современная диагностическая технология для изучения и индикации возбудителей инфекций (обзор) / Б. Г. Андриюков [и др.] // *Современные технологии в медицине*. 2019. Т. 11, № 4. С. 161–174. <https://doi.org/10.17691/stm2019.11.4.19>
5. Löbenberg R., Bou-Chacra N. A. Raman spectroscopy for quantitative analysis in the pharmaceutical industry // *Journal of Pharmacy & Pharmaceutical Sciences*. 2020. Vol. 23. P. 24–46. <https://doi.org/10.18433/jpps30649>
6. Raman spectroscopy for process analytical technologies of pharmaceutical secondary manufacturing / B. Nagy [et al.] // *AAPS PharmSciTech*. 2019. Vol. 20. № 1. P. 1–16. <https://doi.org/10.1208/s12249-018-1201-2>
7. Hess C. New advances in using Raman spectroscopy for the characterization of catalysts and catalytic reactions // *Chemical Society Reviews*. 2021. Vol. 50. № 5. P. 3519–3564. <https://doi.org/10.1039/D0CS01059F>
8. Surface-enhanced Raman scattering on 2D nanomaterials: recent developments and applications / Zheng T. [et al.] // *Chinese Journal of Chemistry*. 2021. Vol. 39, № 3. P. 745–756. <https://doi.org/10.1002/cjoc.202000453>
9. Bloodstains, paintings, and drugs: Raman spectroscopy applications in forensic science / S. R. Khandasammy [et al.] // *Forensic Chemistry*. 2018. Vol. 8. P. 111–133. <https://doi.org/10.1016/j.forc.2018.02.002>
10. Forensics: evidence examination via Raman spectroscopy / M. A. Fikiet [et al.] // *Physical Sciences Reviews*. 2019. Vol. 4, № 2. <https://doi.org/10.1515/psr-2017-0049>
11. Raman spectroscopy as a tool for ecology and evolution / A. Germond [et al.] // *Journal of the Royal Society Interface*. 2017. Vol. 14, № 131. P. 20170174. <https://doi.org/10.1098/rsif.2017.0174>
12. Lin Z., He L. Recent advance in SERS techniques for food safety and quality analysis: a brief review // *Current Opinion in Food Science*. 2019. Vol. 28. P. 82–87. <https://doi.org/10.1016/j.cofs.2019.10.001>
13. Petersen M., Yu Z., Lu X. Application of raman spectroscopic methods in food safety: a review // *Biosensors*. 2021. Vol. 11, № 6. P. 187. <https://doi.org/10.3390/bios11060187>
14. Spectral standards based on glasses activated with rare-earth element ions for the calibration of fluorescence and Raman spectrometers / A. Yu. Sadagov [et al.] // *Optics and Spectroscopy*. 2020. Vol. 128, № 10. P. 1658–1666. <https://doi.org/10.1134/S0030400X20100215>
15. Relative intensity correction of Raman spectrometers: NIST SRMs 2241 through 2243 for 785 nm, 532 nm, and 488 nm/514.5 nm excitation / S. J. Choquette [et al.] // *Applied Spectroscopy*. 2007. Vol. 61, № 2. P. 117–129. <https://doi.org/10.1366/000370207779947585>
16. Luminescent properties of chromium-doped borate glass-ceramics for red radiation sources / Babkina A. [et al.] // *Fiber Lasers and Glass Photonics: Materials Through Applications II*. 2020. Vol. 11357. P. 46–53. <https://doi.org/10.1117/12.2555370>

REFERENCES

1. Das R. S., Agrawal Y. K. Raman spectroscopy: recent advancements, techniques and applications. *Vibrational Spectroscopy*. 2011;57(2):163–176. <https://doi.org/10.1016/j.vibspec.2011.08.003>
2. Moreira L. M., Silveira Jr L., Santos F. V., Lyon J. P., Rocha R., Zângaro R. A. et al. Raman spectroscopy: A powerful technique for biochemical analysis and diagnosis. *Spectroscopy*. 2008;22(1):1–19. <https://doi.org/10.3233/SPE-2008-0326>
3. Rafalsky V. V., Zyubin A. Yu., Moiseeva E. M., Samusev I. G. Prospects for Raman spectroscopy in cardiology. *Cardiovascular Therapy and Prevention*. 2020;19(1):70–77. (In Russ.). <https://doi.org/10.15829/1728-8800-2020-1-2394>
4. Andryukov B. G., Karpenko A. A., Matosova E. V., Lyapun I. N. Raman Spectroscopy as a Modern Diagnostic Technology for Study and Indication of Infectious Agents (Review). *Modern Technologies in Medicine*. 2019;11(4):161–174. (In Russ.). <https://doi.org/10.17691/stm2019.11.4.19>
5. Löbenberg R., Bou-Chacra N. A. Raman spectroscopy for quantitative analysis in the pharmaceutical industry. *Journal of Pharmacy & Pharmaceutical Sciences*. 2020;23:24–46. <https://doi.org/10.18433/jpps30649>
6. Nagy B., Farkas A., Borbás E., Vass P., Nagy Z. K., Marosi G. Raman spectroscopy for process analytical technologies of pharmaceutical secondary manufacturing. *AAPS PharmSciTech*. 2019;20(1):1–16. <https://doi.org/10.1208/s12249-018-1201-2>
7. Hess C. New advances in using Raman spectroscopy for the characterization of catalysts and catalytic reactions. *Chemical Society Reviews*. 2021;50(5):3519–3564. <https://doi.org/10.1039/D0CS01059F>
8. Zheng T., Zhou Y., Feng E., Tian Y. Surface-enhanced Raman scattering on 2D nanomaterials: recent developments and applications. *Chinese Journal of Chemistry*. 2021;39(3):745–756. <https://doi.org/10.1002/cjoc.202000453>
9. Khandasammy S. R., Fikiet M. A., Mistek E., Ahmed Y., Halámková L., Bueno J. et al. Bloodstains, paintings, and drugs: Raman spectroscopy applications in forensic science. *Forensic Chemistry*. 2018;(8):111–133. <https://doi.org/10.1016/j.forc.2018.02.002>

10. Fikiet M. A., Khandasammy S. R., Mistek E., Ahmed Y., Halámková L., Bueno J. et al. Forensics: evidence examination via Raman spectroscopy. *Physical Sciences Reviews*. 2019;4(2). <https://doi.org/10.1515/psr-2017-0049>
11. Germond A., Kumar V., Ichimura T., Moreau J., Furusawa C., Fujita H. et al. Raman spectroscopy as a tool for ecology and evolution. *Journal of the Royal Society Interface*. 2017;14(131):20170174. <https://doi.org/10.1098/rsif.2017.0174>
12. Lin Z., He L. Recent advance in SERS techniques for food safety and quality analysis: a brief review *Current Opinion in Food Science*. 2019;28:82–87. <https://doi.org/10.1016/j.cofs.2019.10.001>
13. Petersen M., Yu Z., Lu X. Application of raman spectroscopic methods in food safety: a review. *Biosensors*. 2021;11(6):187. <https://doi.org/10.3390/bios11060187>
14. Sadagov A. Y., Goidina T. A., Aseev V. A., Nikonov N. V., Fedorov Y. K., Chugunova M. M., Levin A. D. Spectral standards based on glasses activated with rare-earth element ions for the calibration of fluorescence and Raman spectrometers. *Optics and Spectroscopy*. 2020;128(10):1658–1666. <https://doi.org/10.1134/S0030400X20100215>
15. Choquette S. J., Etz E. S., Hurst W. S., Blackburn D. H., Leigh S. D. Relative intensity correction of Raman spectrometers: NIST SRMs 2241 through 2243 for 785 nm, 532 nm, and 488 nm/514.5 nm excitation. *Applied Spectroscopy*. 2007;61(2):117–129. <https://doi.org/10.1366/000370207779947585>
16. Babkina A., Valiev D., Zyryanova K., Osipova A., Aseev V., Kulpina E. et al. Luminescent properties of chromium-doped borate glass-ceramics for red radiation sources. *Fiber Lasers and Glass Photonics: Materials through Applications II*. 2020;11357:46–53. <https://doi.org/10.1117/12.2555370>

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

ASTM E2911-13 – Standard guide for relative intensity correction of Raman spectrometers // ASTM International. 2013.

Standard Reference Material 2241. Relative Intensity Correction Standard for Raman Spectroscopy: 785 nm Excitation // The National Institute of Standards and Technology (NIST). URL: <https://www-s.nist.gov/srmors/certificates/2241.pdf> (дата обращения: 31.10.2022).

Standard Reference Material 2242a. Relative Intensity Correction Standard for Raman Spectroscopy: 532 nm Excitation // The National Institute of Standards and Technology (NIST). URL: <https://www-s.nist.gov/srmors/certificates/2242a.pdf> (дата обращения: 31.10.2022).

(Standard Reference Material 2243. Relative Intensity Correction Standard for Raman Spectroscopy: 488 nm and 514.5 nm Excitation // The National Institute of Standards and Technology (NIST). URL: <https://www-s.nist.gov/srmors/certificates/archives/2243.pdf> (дата обращения: 31.10.2022).

Standard Reference Material 2244. Relative Intensity Correction Standard for Raman Spectroscopy: 1064 nm Excitation // The National Institute of Standards and Technology (NIST). URL: <https://www-s.nist.gov/srmors/certificates/2244.pdf> (дата обращения: 31.10.2022).

Standard Reference Material 2245. Relative Intensity Correction Standard for Raman Spectroscopy: 633 nm Excitation // The National Institute of Standards and Technology (NIST). URL: <https://www-s.nist.gov/srmors/certificates/archives/2245.pdf> (дата обращения: 31.10.2022).

Standard Reference Material 2246. Relative Intensity Correction Standard for Raman Spectroscopy: 830 nm Excitation // The National Institute of Standards and Technology (NIST). URL: <https://www-s.nist.gov/srmors/certificates/2246.pdf> (дата обращения: 31.10.2022).

ГЭТ196-2015 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов / институт хранитель ФГУП «ВНИИОФИ» // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397882> (дата обращения: 31.10.2022).

ГЭТ 86-2017 Государственный первичный эталон единиц радиометрических и спектрорадиометрических величин в диапазоне длин волн от 0,2 до 25,0 мкм / институт хранитель ФГУП «ВНИИОФИ» // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397958> (дата обращения: 31.10.2022).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Анна Андреевна Юшина – инженер лаборатории аналитической спектроскопии и метрологии наночастиц ФГУП «ВНИИОФИ»

Россия, 119361, г. Москва, ул. Озерная, 46

e-mail: yushina@vniiofi.ru

Researcher ID: ABP-6840-2022

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Anna A. Yushina – Engineer of the laboratory of analytical spectroscopy and metrology of nanoparticles, All-Russian Scientific Research Institute for Optical and Physical Measurements (VNIIOFI)

46 Ozernaya str., Moscow, 119361, Russia

e-mail: yushina@vniiofi.ru

Researcher ID: ABP-6840-2022

Владимир Анатольевич Асеев – канд. физ.-мат. наук, заведующий лабораторией факультета фотоники ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский университет ИТМО»

Россия, 197101, г. Санкт-Петербург, Кронверкский проспект, д. 49, литера А
e-mail: aseev@oi.ifmo.ru
<https://orcid.org/0000-0003-4098-2136>
Researcher ID: L-8309–2013

Александр Давидович Левин – д. техн. наук, ведущий научный сотрудник лаборатории аналитической спектроскопии и метрологии наночастиц ФГУП «ВНИИОФИ»

Россия, 119361, г. Москва, ул. Озерная, 46
e-mail: levin-ad@vniiofi.ru
<https://orcid.org/0000-0001-9087-952X>

Vladimir A. Aseev – Cand. Sci. (Phys.-Math.), Head of the laboratory of the faculty of photonics, National Research University of Information Technologies, Mechanics and Optics (ITMO)

49a Kronverksky ave., St. Petersburg, 197101, Russia
e-mail: aseev@oi.ifmo.ru
<https://orcid.org/0000-0003-4098-2136>
Researcher ID: L-8309–2013

Alexander D. Levin – Dr. Sci. (Eng.), Leading Researcher of the laboratory of analytical spectroscopy and metrology of nanoparticles, All-Russian Scientific Research Institute for Optical and Physical Measurements (VNIIOFI)

46 Ozernaya str., Moscow, 119361, Russia
e-mail: levin-ad@vniiofi.ru
<https://orcid.org/0000-0001-9087-952X>

■ 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. Суслова

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

В этом разделе продолжается публикация сведений о типах стандартных образцов, которые были утверждены Приказами Росстандарта на конец 2022 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 11969–2022

СО СОСТАВА АМИНОКАПРОНОВОЙ КИСЛОТЫ (МЗЗ-031)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли аминокaproновой кислоты 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 методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая доля аминокaproновой кислоты, %

СО представляет собой субстанцию аминокaproновой кислоты, бесцветные кристаллы или белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 100 мг до 200 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 11970–2022

СО СОСТАВА САЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТЫ (МЗЗ-045)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли салициловой кислоты 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 методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая доля салициловой кислоты, %

СО представляет собой субстанцию салициловой кислоты, белые или бесцветные мелкие игольчатые кристаллы или легкий кристаллический порошок от белого до почти белого цвета, расфасованный массой от 100 мг до 250 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 11971–2022

СО СОСТАВА ТРИГЕКСИФЕНИДИЛА ГИДРОХЛОРИДА (МЗЗ-046)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли тригексифенидила 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; калибровки средств измерений при условии соответствия требованиям методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая доля тригексифенидила гидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию тригексифенидила гидрохлорида, от белого до белого с кремоватым оттенком цвета кристаллический порошок, расфасованный массой от 200 мг до 500 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 11972–2022

СО СОСТАВА ЛОПЕРАМИДА (ЛОПЕРАМИДА ГИДРОХЛОРИДА) (МЗЗ-047)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли лоперамида 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; калибровки средств измерений при условии соответствия требованиям методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая доля лоперамида гидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию лоперамида гидрохлорида, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 200 мг до 500 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 11973–2022

СО СОСТАВА ПИЛОКАРПИНА ГИДРОХЛОРИДА (МЗЗ-048)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли пилокарпина 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; калибровки средств измерений при условии соответствия требованиям методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая доля пилокарпина гидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию пилокарпина гидрохлорида, бесцветные кристаллы или белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 100 мг до 250 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 11974–2022

СО СОСТАВА ТРОПИКАМИДА (МЗЗ-052)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли тропикамида 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 методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля тропикамида, %
СО представляет собой субстанцию тропикамида, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 200 мг до 250 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 11975-2022

СО СОСТАВА КСИЛОМЕТАЗОЛИНА ГИДРОХЛОРИДА (МЗЗ-053)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли ксилометазолина 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; калибровки средств измерений при условии соответствия требованиям методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая доля ксилометазолина гидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию ксилометазолина гидрохлорида, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 150 мг до 250 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 11976-2022

СО СОСТАВА ДИФЕНГИДРАМИНА (ДИФЕНГИДРАМИНА ГИДРОХЛОРИДА) (МЗЗ-056)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли дифенгидрамина 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; калибровки средств измерений при условии соответствия требованиям методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая доля дифенгидрамина гидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию дифенгидрамина гидрохлорида, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 200 мг до 250 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 11977-2022

СО СОСТАВА НАЛТРЕКСОНА (НАЛТРЕКСОНА ГИДРОХЛОРИДА) (МЗЗ-059)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли налтрексона 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; калибровки средств измерений при условии соответствия требованиям методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая доля налтрексона гидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию налтрексона гидрохлорида, белый или почти белый порошок, расфасованный массой от 100 мг до 200 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 11978-2022

СО СОСТАВА АМАНТАДИНА (АМАНТАДИНА ГИДРОХЛОРИДА) (МЗЗ-060)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли амантадина 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; калибровки средств измерений при условии соответствия требованиям методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая доля амантадина гидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию амантадина гидрохлорида, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 100 мг до 500 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 11979-2022

СО СОСТАВА БУПИВАКАИНА (БУПИВАКАИНА ГИДРОХЛОРИДА) (МЗЗ-061)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли бупивакаина 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; калибровки средств измерений при условии соответствия требованиям методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая доля бупивакаина гидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию бупивакаина гидрохлорида моногидрата, бесцветные кристаллы или белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 100 мг до 300 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 11980-2022

СО СОСТАВА МЕБЕНДАЗОЛА (МЗЗ-062)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли мебендазола 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 методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая доля мебендазола, %
СО представляет собой субстанцию мебендазола, белый или почти белый, или слегка желтоватый кристаллический порошок, расфасованный массой от 100 мг до 200 мг, по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³, с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 11981-2022

СО СОСТАВА ДЕКСЕТОПРОФЕНА (ДЕКСЕТОПРОФЕНА ТРОМЕТАМОЛА) (МЗЗ-063)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли декскетопрофена трометамола 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 методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая доля декскетопрофена трометамола, %

СО представляет собой субстанцию декскетопрофена трометамола, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 100 мг до 250 мг, по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 11982-2022

СО СОСТАВА ОФЛОКСАЦИНА (МЗЗ-066)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли офлоксацина 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 методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая доля офлоксацина, %
СО представляет собой субстанцию офлоксацина, кристаллический порошок от белого до желтоватом оттенком до светло-жёлтого цвета, расфасованный массой от 100 мг до 200 мг по требованию заказчика,

во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 11983-2022

СО СОСТАВА БИСАКОДИЛА (МЗЗ-067)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли бисакодила 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 методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая доля бисакодила, %
СО представляет собой субстанцию бисакодила, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 30 мг до 200 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 11984-2022

СО СОСТАВА АТЕНОЛОЛА (МЗЗ-068)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли атенолола 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 методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая доля атенолола, %
СО представляет собой субстанцию атенолола, белый или почти белый порошок, расфасованный массой от 100 мг до 200 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 11985-2022

СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ СУХОГО ОСТАТКА (МКСО-10-ЭК)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой концентрации сухого остатка в питьевых водах по ГОСТ 18164–72, в питьевых, природных и очищенных сточных водах по ПНД Ф 14.1:2.4.114–97, ПНД Ф 14.1:2.4.261–10.

Область применения: санэпиднадзор, охрана окружающей среды, гидрометеорология

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая концентрация сухого остатка, г/дм³

СО представляет собой водный раствор калия хлористого и натрия серноокислого, расфасованный объемом не менее 50 см³ в полимерные флаконы с завинчивающейся крышкой вместимостью не менее 50 см³ или объемом не менее 5 см³ в запаянные стеклянные ампулы вместимостью не менее 5 см³. На флаконы и ампулы наклеены этикетки.

ГСО 11986-2022**СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ СУХОГО ОСТАТКА (МКСО-30-ЭК)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой концентрации сухого остатка в питьевых водах по ГОСТ 18164-72, в питьевых, природных и очищенных сточных водах по ПНД Ф 14.1:2.4.114-97, ПНД Ф 14.1:2.4.261-10.

Область применения: санэпиднадзор, охрана окружающей среды, гидрометеорология

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая концентрация сухого остатка, г/дм³

СО представляет собой водный раствор калия хлористого и натрия сернокислого, расфасованный объемом не менее 50 см³ в полимерные флаконы с завинчивающейся крышкой вместимостью не менее 50 см³ или объемом не менее 5 см³ в запаянные стеклянные ампулы вместимостью не менее 5 см³. На флаконы и ампулы наклеены этикетки.

ГСО 11987-2022**СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ СУХОГО ОСТАТКА (МКСО-50-ЭК)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой концентрации сухого остатка в питьевых водах по ГОСТ 18164-72, в питьевых, природных и очищенных сточных водах по ПНД Ф 14.1:2.4.114-97, ПНД Ф 14.1:2.4.261-10.

Область применения: санэпиднадзор, охрана окружающей среды, гидрометеорология

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая концентрация сухого остатка, г/дм³

СО представляет собой водный раствор калия хлористого и натрия сернокислого, расфасованный объемом не менее 50 см³ в полимерные флаконы с завинчивающейся крышкой вместимостью не менее 50 см³ или объемом не менее 5 см³ в запаянные стеклянные ампулы вместимостью не менее 5 см³. На флаконы и ампулы наклеены этикетки.

ГСО 11988-2022**СО СОСТАВА БЕНЗОЛА (Бзл-ВНИИМ-ЭС)**

СО предназначен для хранения и передачи единицы массовой доли бензола от ГЭТ 208 вторичным и разрядным рабочим эталонам; поверки, калибровки и/или установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики газовых хроматографов и других средств измерений; испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; испытаний стандартных образцов, в том числе в целях утверждения типа; валидации, аттестации методик (методов) измерений (далее – МИ), разработки и аттестации первичных референтных методик измерений и референтных методик измерений; контроля точности результатов измерений массовой доли бензола в водных и воздушных средах, в т. ч. водных вытяжках из материалов различного состава, в биосредах и других объектах анализа; межлабораторные сличительные (сравнительные) испытания и другие виды метрологических работ.

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

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля бензола, %
Стандартный образец (далее – СО) представляет собой чистое органическое вещество – бензол, расфасованное по (2,0±0,5) см³ в стеклянные ампулы из прозрачного бесцветного стекла номинальным объемом 5 см³, снабженные этикеткой.

ГСО 11989-2022**СО СОСТАВА ГЛЮКОЗЫ (Гл-ВНИИМ-ЭС)**

СО предназначен для хранения и передачи единиц массовой доли глюкозы от ГЭТ 208 вторичным и разрядным рабочим эталонам; поверки, калибровки и/или установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений; испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; испытаний стандартных образцов, в том числе в целях утверждения типа; валидации, аттестации методик (методов) измерений (далее – МИ), разработки и аттестации первичных референтных методик измерений и референтных методик измерений; контроля точности результатов измерений массовой доли глюкозы в продуктах питания, фармацевтических препаратах и биологических материалах; межлабораторные сличительные (сравнительные) испытания и другие виды метрологических работ.

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

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля глюкозы, %
Стандартный образец (далее – СО) представляет собой чистое органическое вещество – глюкоза, расфасованное по (2,0±0,2) г во флаконы из темного прозрачного стекла номинальным объемом 4 см³, снабженные этикеткой.

ГСО 11990-2022**СО СОСТАВА ГАЛОПЕРИДОЛА ДЕКАНОАТА (МЗ3-033)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли галоперидола деканоата 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 галоперидола деканоата, %

СО представляет собой субстанцию галоперидола деканоата, белый или почти белый порошок, расфасованный массой от 100 мг до 250 мг, по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 11991-2022**СО СОСТАВА БУПРЕНОРФИНА ГИДРОХЛОРИДА (МЗ3-034)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли бупренорфина 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; 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 бупренорфина гидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию бупренорфина гидрохлорида, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 100 мг до 200 мг, по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 11992-2022

СО СОСТАВА НАЛОКСОНА ГИДРОХЛОРИДА (НАЛОКСОНА ГИДРОХЛОРИДА ДИГИДРАТА) (МЗЗ-036)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли налоксона 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; калибровки средств измерений при условии соответствия требованиям методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая доля налоксона гидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию налоксона гидрохлорида дигидрата, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 100 мг до 300 мг, по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 11993-2022

СО СОСТАВА НИТРАЗЕПАМА (МЗЗ-037)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли нитразепама 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 методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля нитразепама, %
СО представляет собой субстанцию нитразепама, белого или желтого цвета кристаллический порошок, расфасованный массой от 100 мг до 250 мг, по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 11994-2022

СО СОСТАВА ОКСИБУПРОКАИНА ГИДРОХЛОРИДА (МЗЗ-044)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли оксibuпрокаина 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; калибровки средств измерений при условии соответствия требованиям методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая доля оксibuпрокаина гидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию оксibuпрокаина гидрохлорида, кристаллический порошок белого или почти белого цвета или бесцветные кристаллы, расфасованные массой от 150 мг до 250 мг, по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 11995-2022/ГСО 11998-2022

СО МАССОВОЙ ДОЛИ ОБЩЕЙ РТУТИ В ПОРОШКАХ ПИЩЕВОЙ ПРОДУКЦИИ (набор СО Hg)

СО предназначены для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли общей ртути с применением анализаторов ртути «Юлия-5К» и «Юлия-5КМ».

СО может применяться для установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики анализаторов ртути «Юлия-5К» и «Юлия-5КМ».

Область применения: пищевая промышленность, федеральный государственный метрологический надзор, санэпиднадзор, сельское хозяйство, научные исследования

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая доля общей ртути, млн⁻¹ (мг/кг), аттестованное значение СО указано в пересчете на воздушно-сухое вещество по ГОСТ 27593-88

Материал СО представляет собой смесь мелкодисперсного порошка высушенной пищевой продукции: ГСО 11995-2022 мелкодисперсный порошок высушенного индивидуального вида зерна (семена) или продуктов его переработки от белого и желтого до светло-коричневого цвета; ГСО 11996-2022 мелкодисперсный порошок высушенных молочных продуктов от светло-бежевого до бежевого цвета; ГСО 11997-2022 мелкодисперсный порошок высушенных рыбных продуктов от темно-бежевого до светло-коричневого цвета; ГСО 11998-2022 мелкодисперсный порошок высушенных мясopодуKтов от темно-бежевого до светло-коричневого цвета. СО расфасован по 5 г в герметично закрывающиеся полиэтиленовые пакеты или в пробирки из полипропилена с защелкивающимся колпачком, с этикеткой. В наборе 4 типа СО.

ГСО 11999-2022

СО ОТНОШЕНИЯ СТАБИЛЬНЫХ ИЗОТОПОВ УГЛЕРОДА И КИСЛОРОДА В ВОЗДУХЕ (СИУК-ВНИИМ)

СО предназначен для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений и контроля точности результатов измерений отношений изотопов углерода, кислорода в газообразных, жидких и твердых средах, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами; проведения межлабораторных сравнительных (сличительных) испытаний.

Область применения: газовая, химическая, пищевая, нефтеперерабатывающая промышленность, здравоохранение, атмосферный мониторинг, научные исследования

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: дельта значение отношений изотопов,‰; молярная доля компонентов, %

Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь, состоящую из синтетического воздуха и диоксида углерода, имеющую в своем составе изотопологи ¹²C¹⁶O₂, ¹³C¹⁶O₂ и ¹²C¹⁸O¹⁶O. Исходные вещества, применяемые для изготовления СО, приведены в таблице 1 описания типа СО. В зависимости

от компонентного состава и содержания компонентов смесь находится под давлением от 0,1 МПа до 15 МПа в баллоне из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 94973, или баллоне из алюминиевого сплава по ТУ 1411-016-03455343-2004, или бесшовном баллоне из алюминиевого сплава AA6061 (Luxfer), вместимостью от 0,01 дм³ до 40 дм³, оборудованном запорным вентилем мембранного типа из нержавеющей стали моделей BC-16, BC-16Л, BC-16М или латунным вентилем моделей KB-1М, KB-1П, KBВ-53М, ВЛ-16, ВБМ-1 (исп. 43) или их аналогами.

ГСО 12000-2022

СО СОСТАВА ЛИЗИНОПРИЛА (ЛИЗИНОПРИЛА ДИГИДРАТА) (МЗ3-049)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли лизиноприла 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 методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля лизиноприла, % СО представляет собой субстанцию лизиноприла дигидрата, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 200 мг до 300 мг, по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³, с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12001-2022

СО СОСТАВА ОКСИКОДОНА ГИДРОХЛОРИДА (МЗ3-050)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли оксикодона 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; калибровки средств измерений при условии соответствия требованиям методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля оксикодона гидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию оксикодона гидрохлорида, белый или почти белый порошок, расфасованный массой от 100 мг до 250 мг, по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³, с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12002-2022

СО СОСТАВА КЛОНИДИНА ГИДРОХЛОРИДА (МЗ3-051)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли клонидина 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; калибровки средств измерений при условии соответствия требованиям методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля клонидина гидрохлорида, % СО представляет собой субстанцию клонидина гидрохлорида, белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 200 мг до 500 мг, по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³, с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12003-2022

СО СОСТАВА ЛОРАЗЕПАМА (МЗ3-054)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли лоразепама 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 методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля лоразепама, % СО представляет собой субстанцию лоразепама, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 100 мг до 250 мг, по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³, с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12004-2022

СО СОСТАВА БЕТАГИСТИНА (БЕТАГИСТИНА ДИГИДРОХЛОРИДА) (МЗ3-055)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли бетагистина дигидрохлорида 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 методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля бетагистина дигидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию бетагистина дигидрохлорида, кристаллический порошок от белого до светло-желтого цвета, расфасованный массой от 100 мг до 250 мг, по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³, с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12005-2022/ГСО 12007-2022

СО ТЕМПЕРАТУРЫ ФАЗОВЫХ ПЕРЕХОДОВ (набор СО ТК)

СО предназначены для калибровки установок и приборов термogrавиметрического анализа.

СО могут применяться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики установок и приборов термogrавиметрического анализа при соответствии метрологических характеристик стандартных образцов требованиям методик

измерений; поверки установок и приборов термогравиметрического анализа при условии их соответствия обязательным требованиям, установленным в методиках поверки; контроля метрологических характеристик установок и приборов термогравиметрического анализа при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

Область применения: метрологический надзор, электронная промышленность, научные исследования

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: температура фазового перехода, К (°C)

ГСО 12005-2022 диски диаметром 2,8 мм, толщиной 0,35 мм; ГСО 12006-2022 пластины 3,2×3,2 мм, толщиной 0,3 мм; ГСО 12007-2022 цилиндры диаметром 1,3 мм, толщиной 3,5 мм. Материал каждого экземпляра СО расфасован по 50 или 100 штук в виалы с завинчивающимися крышками. Количество типов СО в наборе – 3.

ГСО 12008-2022

СО СОСТАВА РАСТВОРА БАРИЯ (ИСП – СО Ва)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли и массовой концентрации бария в различных веществах и материалах методами атомной абсорбции (ААС), оптико-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-ОЭС) и масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС); поверки и (или) калибровки средств измерений, установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений; контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении испытаний, в том числе в целях утверждения типа.

СО может использоваться для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: химическая, металлургическая, пищевая промышленность, охрана окружающей среды, геология

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный

Аттестованная характеристика СО: массовая доля бария, мг/кг; массовая концентрация бария, мг/дм³

СО представляет собой раствор соединений бария в разбавленной азотной кислоте. Материал СО расфасован в банки из полиэтилена высокого давления (HDPE) с этикетками в комплекте с герметично закрывающейся винтовой крышкой номинальными объемами 4 см³, 8 см³, 15 см³, 30 см³, 60 см³ или 125 см³, с дополнительной упаковкой крышки в парафиновую ленту и вакуумную упаковку.

ГСО 12009-2022

СО СОСТАВА БИОЛОГИЧЕСКОЙ МАТРИЦЫ – СЫВОРОТКИ КРОВИ (МОЧЕВАЯ КИСЛОТА, С-МК-ВНИИМ)

СО предназначен для хранения и передачи единицы массовой (молярной) концентрации мочевой кислоты в сыворотке крови; валидации, аттестации методик измерений массовой (молярной) концентрации мочевой кислоты в сыворотке крови; оценки пригодности методик (методов) измерений, методик поверки, калибровки средств измерений; контроля правильности, оценка смещения результатов измерений массовой (молярной) концентрации мочевой кислоты в сыворотке крови, получаемых с использованием биохимических анализаторов всех типов; подтверждения степени эквивалентности результатов измерений двух или более лабораторий; оценки соответствия средств измерений, стандартных образцов установленным требованиям, испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; и других видов метрологических работ.

Область применения: медицинская лабораторная диагностика, научные исследования

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая концентрация мочевой кислоты, мг/дм³; молярная концентрация мочевой кислоты, ммоль/дм³

Стандартный образец (далее – СО) представляет собой сыворотку крови, расфасованную по 5 см³ во флаконы из темного прозрачного стекла номинальным объемом 10 см³ и лиофилизированную. Флаконы закрыты герметичными крышками и снабжены этикетками.

ГСО 12010-2022

СО СОСТАВА БИОЛОГИЧЕСКОЙ МАТРИЦЫ – СЫВОРОТКИ КРОВИ (МОЧЕВИНА, С-МЧ-ВНИИМ)

СО предназначен для хранения и передачи единицы массовой (молярной) концентрации мочевины в сыворотке крови; валидации, аттестации методик измерений массовой (молярной) концентрации мочевины в сыворотке крови; оценки пригодности методик (методов) измерений, методик поверки, калибровки средств измерений; контроля правильности, оценка смещения результатов измерений массовой (молярной) концентрации мочевины в сыворотке крови, получаемых с использованием биохимических анализаторов всех типов; подтверждения степени эквивалентности результатов измерений двух или более лабораторий; оценки соответствия средств измерений, стандартных образцов установленным требованиям, испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; и других видов метрологических работ.

Область применения: медицинская лабораторная диагностика, научные исследования

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая концентрация мочевины, мг/дм³; молярная концентрация мочевины, ммоль/дм³

Стандартный образец (далее – СО) представляет собой сыворотку крови, расфасованную по 5 см³ во флаконы из темного прозрачного стекла номинальным объемом 10 см³ и лиофилизированную. Флаконы закрыты герметичными крышками и снабжены этикетками.

ГСО 12011-2022

СО СОСТАВА РАСТВОРА ЗЕАРАЛЕНОНА В АЦЕТОНИТРИЛЕ (ЗОН-ВНИИМ)

СО предназначен для воспроизведения, хранения и передачи единицы массовой концентрации зеараленона 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; установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики жидкостных хроматографов и других средств измерений.

Область применения: охрана окружающей среды, здравоохранение, санэпиднадзор, ветеринарная служба, пищевая промышленность, сельское хозяйство, научные исследования

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный

Аттестованная характеристика СО: массовая концентрация зеараленона, мкг/см³

Стандартный образец (далее – СО) представляет собой раствор зеараленона в ацетонитриле, расфасованный по (2,0±0,2) см³ в ампулы из прозрачного стекла номинальным объемом 5 см³, снабженные этикетками.

ГСО 12012-2022

СО СОСТАВА БЕНЗОКАИНА (НЦСО-Бензокаин)

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

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 бензокаина, %
СО представляет собой субстанцию бензокаина (этиловый эфир 4-аминобензойной кислоты, $C_9H_{11}NO_2$), белый кристаллический порошок, расфасованный по 500 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12013-2022

СО СОСТАВА ДОБУТАМИНА (ДОБУТАМИНА ГИДРОХЛОРИДА) (МЗ3-082)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли добутина 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; калибровки средств измерений при условии соответствия требованиям методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая доля добутина гидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию добутина гидрохлорида, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 100 мг до 400 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12014-2022

СО СОСТАВА ДОПАМИНА (ДОПАМИНА ГИДРОХЛОРИДА) (МЗ3-083)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли допамина 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; калибровки средств измерений при условии соответствия требованиям методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая доля допамина гидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию допамина гидрохлорида, белый или почти белый кристаллический порошок или кристаллы, расфасованные массой от 100 мг до 250 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12015-2022

СО СОСТАВА ДОРЗОЛАМИДА ГИДРОХЛОРИДА (МЗ3-029)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли дорзоламида 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; калибровки средств измерений при условии соответствия требованиям методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая доля дорзоламида гидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию дорзоламида гидрохлорида, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованные массой от 100 мг до 250 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12016-2022

СО СОСТАВА ФЕНИЛЭФРИНА ГИДРОХЛОРИДА (МЗ3-041)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли фенилэфрина 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; калибровки средств измерений при условии соответствия требованиям методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая доля фенилэфрина гидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию фенилэфрина гидрохлорида, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 100 мг до 500 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками

ГСО 12017-2022

СО СОСТАВА КАРВЕДИЛОЛА (МЗ3-080)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли карведилола 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 методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая доля карведилола, %

СО представляет собой субстанцию карведилола, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 100 мг до 250 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12018-2022

СО СОСТАВА ТРИМЕТОПРИМА (МЗ3-077)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли триметоприма 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: фармацевтическая промышленность, ветеринарная промышленность, судебно-медицинская экспертиза, научные исследования

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля триметоприма, %
СО представляет собой субстанцию триметоприма, белый или желтовато-белый порошок, расфасованные массой от 100 мг до 300 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12019-2022

СО СОСТАВА АМИОДАРОНА (АМИОДАРОНА ГИДРОХЛОРИДА) (МЗЗ-065)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли амиодарона 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; калибровки средств измерений при условии соответствия требованиям методик калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля амиодарона гидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию амиодарона гидрохлорида, белый или почти белый мелкокристаллический порошок, расфасованный массой от 100 до 250 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12020-2022

СО СОСТАВА УРСОДЕЗОКСИХОЛЕВОЙ КИСЛОТЫ (МЗЗ-099)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли урсодезоксихолевой кислоты 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: фармацевтическая промышленность, ветеринарная промышленность, судебно-медицинская экспертиза, научные исследования

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля урсодезоксихолевой кислоты, %

СО представляет собой субстанцию урсодезоксихолевой кислоты, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 100 мг до 200 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12021-2022

СО СОСТАВА ЮВЕЛИРНОГО СПЛАВА НА ОСНОВЕ ЗОЛОТА (ЗлСрМ 375-100)

СО предназначен для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений,

аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли золота, серебра и меди в золото-серебряно-медных сплавах.

СО может быть использован для: поверки и калибровки средств измерений при условии соответствия его метрологических и технических характеристик требованиям, установленным в методиках поверки и методиках калибровки средств измерений; испытаний средств измерений и стандартных образцов в целях утверждения типа при условии соответствия его метрологических и технических характеристик требованиям, установленным в программах испытаний соответствующих средств измерений и стандартных образцов; других видов метрологического контроля, при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: цветная металлургия, ювелирная промышленность

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный

Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов, %

Материал СО изготовлен способом сплавления золота марки ЗлА-1 (ГОСТ 28058-2015), серебра марки Ср 99,99 (ГОСТ 6836-2002) и меди марки М00к (ГОСТ 859-2014). Экземпляр СО представляет собой диск диаметром (20,0±0,5) мм, толщиной (2,4±0,1) мм или ленту толщиной (0,30±0,05) мм, массой от 1 г до 100 г по требованию заказчика. Экземпляр СО упакован в бумажный пакет с этикеткой.

ГСО 12022-2022

СО СОСТАВА ЮВЕЛИРНОГО СПЛАВА НА ОСНОВЕ ЗОЛОТА (ЗлСрМ 585-80)

СО предназначен для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений, аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли золота, серебра и меди в золото-серебряно-медных сплавах.

СО может быть использован для: поверки и калибровки средств измерений при условии соответствия его метрологических и технических характеристик требованиям, установленным в методиках поверки и методиках калибровки средств измерений; испытаний средств измерений и стандартных образцов в целях утверждения типа при условии соответствия его метрологических и технических характеристик требованиям, установленным в программах испытаний соответствующих средств измерений и стандартных образцов; других видов метрологического контроля, при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: цветная металлургия, ювелирная промышленность

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный

Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов, %

Материал СО изготовлен способом сплавления золота марки ЗлА-1 (ГОСТ 28058-2015), серебра марки Ср 99,99 (ГОСТ 6836-2002) и меди марки М00к (ГОСТ 859-2014). Экземпляр СО представляет собой диск диаметром (20,0±0,5) мм, толщиной (2,4±0,1) мм или ленту толщиной (0,30±0,05) мм, массой от 1 г до 100 г по требованию заказчика. Экземпляр СО упакован в бумажный пакет с этикеткой.

ГСО 12023-2022

СО СОСТАВА ЮВЕЛИРНОГО СПЛАВА НА ОСНОВЕ ЗОЛОТА (ЗлСрМ 750-150)

СО предназначен для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений, аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли золота, серебра и меди в золото-серебряно-медных сплавах.

СО может быть использован для: поверки и калибровки средств измерений при условии соответствия его метрологических и технических характеристик требованиям, установленным в методиках поверки и методиках калибровки средств измерений; испытаний средств измерений и стандартных образцов в целях утверждения типа при условии соответствия его метрологических и технических характеристик требованиям, установленным в программах испытаний соответствующих средств измерений и стандартных образцов; других видов

метрологического контроля, при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: цветная металлургия, ювелирная промышленность

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный

Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов, %
Материал СО получен сплавлением золота марки ЗЛА-1 (ГОСТ 28058-2015), серебра марки Ср 99,99 (ГОСТ 6836-2002) и меди марки М00к (ГОСТ 859-2014). Экземпляр СО представляет собой диск диаметром $(20,0 \pm 0,5)$ мм, толщиной $(2,3 \pm 0,1)$ мм или ленту толщиной $(0,25 \pm 0,05)$ мм, массой от 1 г до 100 г по требованию заказчика. Экземпляр СО упакован в бумажный пакет с этикеткой.

ГСО 12024-2022

СО СОСТАВА ПЕСТИЦИДА 2,4-Д

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли 2,4-Д методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в веществах и материалах. СО может применяться для установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений.

Область применения: сельское хозяйство, охрана окружающей среды, производство минеральных удобрений, пищевая, химическая промышленности

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля 2,4-Д (2,4-дихлорфеноксиуксусная кислота), %

СО представляет собой белый мелкокристаллический порошок технического 2,4-Д (2,4-дихлорфеноксиуксусная кислота), расфасованный массой по 0,1 г; 0,25 г; 0,5 г; 1,0 г в запаянные ампулы или стеклянные флаконы с крышкой и этикеткой.

ГСО 12025-2022

СО СОСТАВА ПЕСТИЦИДА ДЕСМЕДИФАМА

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли десмедифама методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в веществах и материалах.

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

Область применения: сельское хозяйство, охрана окружающей среды, производство минеральных удобрений, пищевая, химическая промышленности

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля десмедифама (этил-3-фенилкарбамоилоксифенилкарбамат), %

СО представляет собой белый мелкокристаллический порошок технического десмедифама (этил-3-фенилкарбамоилоксифенилкарбамат), расфасованный массой по 0,1 г; 0,25 г; 0,5 г; 1,0 г в запаянные ампулы или стеклянные флаконы с крышкой и этикеткой.

ГСО 12026-2022

СО СОСТАВА ПЕСТИЦИДА ДИКАМБЫ

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли дикамбы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в веществах и материалах. СО может применяться для установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений.

Область применения: сельское хозяйство, охрана окружающей среды, производство минеральных удобрений, пищевая, химическая промышленности

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля дикамбы (3,6-дихлор-2-метоксибензойная кислота), %

СО представляет собой белый мелкокристаллический порошок технического дикамбы (3,6-дихлор-2-метоксибензойная кислота), расфасованный массой по 0,1 г; 0,25 г; 0,5 г; 1,0 г в запаянные ампулы или стеклянные флаконы с крышкой и этикеткой.

ГСО 12027-2022

СО СОСТАВА ПЕСТИЦИДА ИМАЗЕТАПИРА

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли имазетапира методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в веществах и материалах.

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

Область применения: сельское хозяйство, охрана окружающей среды, производство минеральных удобрений, пищевая, химическая промышленности

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля имазетапира ((RS)-5-этил-2-(4-изопропил-4-метил-5-оксо-2-имидозолин-2-ил) никотиновая кислота), %

СО собой белый мелкокристаллический порошок технического имазетапира [(RS)-5-этил-2-(4-изопропил-4-метил-5-оксо-2-имидозолин-2-ил) никотиновая кислота], расфасованный массой по 0,1 г; 0,25 г; 0,5 г; 1,0 г в запаянные ампулы или стеклянные флаконы с крышкой и этикеткой.

ГСО 12028-2022

СО СОСТАВА ПЕСТИЦИДА ИМИДАКЛОПРИДА

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли имидаклоприда методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в веществах и материалах.

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

Область применения: сельское хозяйство, охрана окружающей среды, производство минеральных удобрений, пищевая, химическая промышленности

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля имидаклоприда (4,5-дигидро-N-нитро-1-[(6-хлор-3-пиридил)-метил]-имидазолдин-2-ил-амин), %

СО представляет собой белый мелкокристаллический порошок технического имидаклоприда (4,5-дигидро-N-нитро-1-[(6-хлор-3-пиридил)-метил]-имидазолдин-2-ил-амин), расфасованный массой по 0,1 г; 0,25 г; 0,5 г; 1,0 г в запаянные ампулы или стеклянные флаконы с крышкой и этикеткой.

ГСО 12029-2022

СО СОСТАВА ПЕСТИЦИДА КАРБЕНДАЗИМА

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли карбендазима методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в веществах и материалах.

СО может применяться для установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики при соответствии метрологических и технических характеристик

Область применения: сельское хозяйство, охрана окружающей среды, производство минеральных удобрений, пищевая, химическая промышленности

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля карбендазима [N-(Бензимидазолил-2)-О-метилкарбамат], %
СО представляет собой белый мелкокристаллический порошок технического карбендазима [N-(Бензимидазолил-2)-О-метилкарбамат], расфасованный массой по 0,1 г; 0,25 г; 0,5 г; 1,0 г в запаянные ампулы или стеклянные флаконы с крышкой и этикеткой.

ГСО 12030–2022

СО СОСТАВА ПЕСТИЦИДА КЛОТИАНИДИНА

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли клотианидина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в веществах и материалах.

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

Область применения: сельское хозяйство, охрана окружающей среды, производство минеральных удобрений, пищевая, химическая промышленности.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля клотианидина (N-(2-хлортиазол-5-илметил)-N'-метил-N'-нитрогуанидин), %
СО представляет собой белый мелкокристаллический порошок технического клотианидина (N-(2-хлортиазол-5-илметил)-N'-метил-N'-нитрогуанидин), расфасованный массой по 0,1 г; 0,25 г; 0,5 г; 1,0 г в запаянные ампулы или стеклянные флаконы с крышкой и этикеткой.

ГСО 12031–2022

СО СОСТАВА ПЕСТИЦИДА ЛИНДАНА (гамма-ГХЦГ)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли линдана (гамма-ГХЦГ) методом газовой хроматографии в веществах и материалах.

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

Область применения: сельское хозяйство, охрана окружающей среды, производство минеральных удобрений, пищевая, химическая промышленности

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля линдана (гамма-изомера гексахлорциклопексана), %

СО представляет собой белый мелкокристаллический порошок технического линдана (гамма-изомера гексахлорциклопексана), расфасованный массой по 0,1 г; 0,25 г; 0,5 г; 1,0 г в запаянные ампулы или стеклянные флаконы с крышкой и этикеткой.

ГСО 12032–2022

СО СОСТАВА ПЕСТИЦИДА МЕТРИБУЗИНА

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли метрибузина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.

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

Область применения: сельское хозяйство, охрана окружающей среды, производство минеральных удобрений, пищевая, химическая промышленности

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля метрибузина (4-амино-6-трет-бутил-3-метилтио-1,2,4-триазин-5(4Н)-он), %
СО представляет собой белый мелкокристаллический порошок технического метрибузина (4-амино-6-трет-бутил-3-метилтио-1,2,4-триазин-5(4Н)-он), расфасованный массой по 0,1 г; 0,25 г; 0,5 г; 1,0 г в запаянные ампулы или стеклянные флаконы с крышкой и этикеткой.

ГСО 12033–2022

СО СОСТАВА ПЕСТИЦИДА МЕТСУЛЬФУРОН-МЕТИЛА

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли метсульфурон-метила методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в веществах и материалах.

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

Область применения: сельское хозяйство, охрана окружающей среды, производство минеральных удобрений, пищевая, химическая промышленности

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля метсульфурон-метила (2-[(6-метил-4-метокси-1,3,5-триазин-2-илкарбамоил)-сульфамойл] – бензойной кислоты метилового эфира), %

СО представляет собой белый мелкокристаллический порошок технического метсульфурон-метила (2-[(6-метил-4-метокси-1,3,5-триазин-2-илкарбамоил)-сульфамойл] – бензойной кислоты метилового эфира), расфасованный массой по 0,1 г; 0,25 г; 0,5 г; 1,0 г в запаянные ампулы или стеклянные флаконы с крышкой и этикеткой.

ГСО 12034–2022

СО СОСТАВА ПЕСТИЦИДА ФЕНМЕДИФАМА

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли фенмедифама методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в веществах и материалах.

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

Область применения: сельское хозяйство, охрана окружающей среды, производство минеральных удобрений, пищевая, химическая промышленности

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля фенмедифама (метил-3-(3-метилкарбанилокси)-карбанилата), %

СО представляет собой белый мелкокристаллический порошок технического фенмедифама (метил-3-(3-метилкарбанилокси)-карбанилата), расфасованный массой по 0,1 г; 0,25 г; 0,5 г; 1,0 г в запаянные ампулы или стеклянные флаконы с крышкой и этикеткой.

ГСО 12035–2022/ГСО 12038–2022

СО СОСТАВА ЗОЛОТА АФФИНИРОВАННОГО (набор СО НБ)

СО предназначены для установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений (СИ), применяемых при определении состава золота; аттестации методик измерений, применяемых при определении состава золота.

СО могут быть использованы: для контроля точности результатов измерений, выполненных по методикам измерений при определении состава золота, при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в методиках измерений; для поверки средств измерений, 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 элементов, млн⁻¹ (г/т, ppm)

Материалы СО представляют собой сплавы золота аффинированного марки ЗЛА-1 (ГОСТ 28058-2015) и 27 элементов. СО изготовлен в виде пластин размером не менее (75х75) мм, толщиной от 0,4 до 0,8 мм и стружки размером частиц не более 1 мм. СО в виде пластин упакованы в полиэтиленовые пакеты, на которые наклеены этикетки. СО в виде стружки расфасованы в полиэтиленовые банки с завинчивающимися крышками, на которые наклеены этикетки. Количество типов СО в наборе – 4.

ГСО 12039-2022

СО КОЭРЦИТИВНОЙ СИЛЫ (СТАЛЬ) (комплект СОКС-2)

СО предназначены аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений коэрцитивной силы; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартных образцов требованиям методик калибровки; установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений при соответствии метрологических и технических характеристик стандартных образцов требованиям методик измерений.

Стандартные образцы (СО) могут применяться для: поверки средств измерений при условии их соответствия обязательным требованиям, установленным в методиках поверки средств измерений; контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа, при соответствии метрологических и технических характеристик стандартных образцов требованиям программ испытаний.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: коэрцитивная сила по намагниченности Н_{см}, А/м

СО представляют собой комплект из 11 образцов в форме прямоугольных параллелепипедов размерами: длина (58,0±0,5) мм; ширина (35,0±0,5) мм; высота (8,0±0,1) мм, изготовленных из стали марок 10, 20, 35, 45 по ГОСТ 1050-2013, ШХ15СГ по ГОСТ 801-78, 95Х18 по ГОСТ 5949-2018. На каждом образце комплекта нанесена маркировка (индекс образца в комплекте) методом гравировки. Комплект упакован в футляр из немагнитного материала с этикеткой. Упаковка обеспечивает защиту от ударов и механических повреждений каждого экземпляра.

ГСО 12040-2022/ГСО 12047-2022

СО СОСТАВА БАББИТОВ ОЛОВЯННЫХ (набор VSB83.2)

СО предназначены для установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений; аттестации методик измерений, применяемых при определении состава баббитов оловянных марок Б88, Б83, Б83С (ГОСТ 1320-74) спектральными и химическими методами анализа и контроля точности результатов измерений при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в методиках измерений.

Стандартные образцы (СО) могут применяться: для поверки средств измерений при условии соответствия СО обязательным требованиям, установленным в методиках поверки средств 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 (ГОСТ 860-75), свинца марки С1 (ГОСТ 3778-98), сурьмы марки Су000 (ГОСТ 1089-82) и меди марки М00 (ГОСТ 859-2014) с введением примесей в виде двойных лигатур на основе олова. СО представляет собой диски диаметром (40–50) 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 – 8.

ГСО 12048-2022/ГСО 12052-2022

СО ПОРИСТОСТИ ГОРНЫХ ПОРОД (ИМИТАТОРЫ) (набор СО ЯМР ПОР)

СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений пористости с использованием анализаторов пористости «ЯМР-КЕРН»; калибровки анализаторов пористости «ЯМР-КЕРН».

СО может использоваться для: поверки анализаторов пористости «ЯМР-КЕРН» при соответствии метрологических характеристик требованиям методики поверки; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа при соответствии метрологических характеристик требованиям программ испытаний.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: пористость, %

СО представляют собой полые цилиндры из органического стекла диаметром (100±1) мм и высотой (60±1) мм, заполненные диэлектрической жидкостью MIDEЛ 7131. Торцы полых цилиндров ограничены крышками из органического стекла диаметром (100±1) мм и высотой (10±1) мм. Внутри полости каждого образца размещена вставка в виде цилиндра из органического стекла меньшего диаметра и высотой, равной высоте полого цилиндра. Образцы с индексами ЯМР ПОР-20 и ЯМР ПОР-35 имеют две полости, образованные вставкой и еще одним полым цилиндром меньшего диаметра. Образцы имеют геометрические параметры согласно таблице 1 описания типа СО. Каждый экземпляр стандартного образца помещается в металлический, пластиковый или деревянный кейс с этикеткой. На каждый экземпляр нанесен номер по ФИФ ОЕИ, индекс СО в наборе и номер экземпляра. В наборе пять типов СО.

ГСО 12053-2022

СО СОСТАВА ГАНЦИКЛОВИРА (МЭЗ-075)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли ганцикловира 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 методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая доля ганцикловира, %
 СО представляет собой субстанцию ганцикловира, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 100 мг до 200 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12054-2022

СО СОСТАВА ВЕРАПАМИЛА (ВЕРАПАМИЛА ГИДРОХЛОРИДА) (МЗЗ-081)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли верапамила 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; калибровки средств измерений при условии соответствия требованиям методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая доля верапамила гидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию верапамила гидрохлорида, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 100 мг до 200 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12055-2022

СО СОСТАВА МЕСАЛАЗИНА (МЗЗ-072)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли месалазина 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 методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля месалазина, %
 СО представляет собой субстанцию месалазина, почти белый или светло-серый, или светло-розовый порошок или кристаллы, расфасованные массой от 50 мг до 200 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12056-2022

СО СОСТАВА НИМОДИПИНА (МЗЗ-076)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли нимодипина 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 методики калибровки.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: массовая доля нимодипина, %
 СО представляет собой субстанцию нимодипина, светло-желтый или желтый кристаллический порошок, расфасованный массой от 50 мг до 150 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12057-2022

СО СОСТАВА 2-(3-БЕНЗОИЛФЕНИЛА)УКСУСНОЙ КИСЛОТЫ (Примесь В кетопрофена) (НЦСО-Примесь В кетопрофена)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли 2-(3-бензоилфенила)уксусной кислоты в субстанции кетопрофена, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит кетопрофен.
 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 2-(3-бензоилфенила)уксусной кислоты, %

СО представляет собой субстанцию 2-(3-бензоилфенила)уксусной кислоты (примеси В кетопрофена), 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 и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12058-2022

СО СОСТАВА 1-(3-БЕНЗОИЛФЕНИЛ)ЭТАН-1-ОНА (Примесь А кетопрофена) (НЦСО-Примесь А кетопрофена)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли 1-(3-бензоилфенил)этан-1-она в субстанции кетопрофена, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит кетопрофен.

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 1-(3-бензоилфенил)этан-1-она, %

СО представляет собой субстанцию 1-(3-бензоилфенил)этан-1-она (примеси А кетопрофена), 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 и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12059-2022

СО СОСТАВА АНТРАЦЕНА (Ант-ВНИИМ-ЗС)

СО предназначен для передачи единицы массовой доли антрацена от ГЭТ 208 вторичным и разрядным рабочим эталонам; поверки, калибровки и/или установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики газовых хроматографов и других средств измерений; испытаний средств измерений, в том

числе в целях утверждения типа; испытаний стандартных образцов, в том числе в целях утверждения типа; валидации, аттестации методик (методов) измерений (далее – МИ), разработки и аттестации первичных референтных методик измерений и референтных методик измерений; контроля точности результатов измерений массовой доли антрацена в продукции химических производств, объектах окружающей среды и т. д.; межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний и других видов метрологических работ.

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

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля антрацена, % стандартный образец (СО) представляет собой чистое вещество – антрацен, расфасованное по (100 ± 10) мг во флакон из темного стекла номинальным объемом (4 ± 1) см³, снабженный этикеткой.

ГСО 12060-2022

СО СОСТАВА КОФЕИНА (Кфн-ВНИИМ-ЭС)

СО предназначен для передачи единиц массовой доли кофеина от ГЭТ 208 вторичным и разрядным рабочим эталонам; поверки, калибровки и/или установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики газовых хроматографов и других средств измерений; испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; испытаний стандартных образцов, в том числе в целях утверждения типа; валидации, аттестации методик (методов) измерений (далее – МИ), разработки и аттестации первичных референтных методик измерений и референтных методик измерений; контроля точности результатов измерений массовой доли кофеина в продукции химических производств и др.; межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний и других видов метрологических работ.

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

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля кофеина, % стандартный образец (СО) представляет собой чистое вещество – кофеин, расфасованное по (100 ± 10) мг во флакон из темного стекла номинальным объемом (4 ± 1) см³ и снабженный этикеткой.

ГСО 12061-2022

СО СОСТАВА РЕЗЕРПИНА (Рзп-ВНИИМ-ЭС)

СО предназначен для передачи единицы массовой доли резерпина от ГЭТ 208 вторичным и разрядным рабочим эталонам; поверки, калибровки и/или установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики газовых хроматографов и других средств измерений; испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; испытаний стандартных образцов, в том числе в целях утверждения типа; валидации, аттестации методик (методов) измерений (далее – МИ), разработки и аттестации первичных референтных методик измерений и референтных методик измерений; контроля точности результатов измерений массовой доли резерпина в продукции химических производств и др.; межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний и других видов метрологических работ.

Область применения: нефтехимическая промышленность, охрана окружающей среды, производство химической и других типов промышленной продукции, выполнение работ по обеспечению

безопасных условий и охраны труда на предприятиях основных отраслей экономики, научные исследования

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля резерпина, % стандартный образец (СО) представляет собой чистое вещество – резерпин, расфасованное по (100 ± 10) мг во флакон из темного стекла номинальным объемом (4 ± 1) см³, снабженный этикеткой.

ГСО 12062-2022

СО СОСТАВА n-ГЕПТАНА (Гп-ВНИИМ-ЭС)

СО предназначен для передачи единицы массовой доли n-гептана от ГЭТ 208 вторичным и разрядным рабочим эталонам; поверки, калибровки и/или установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики газовых хроматографов и других средств измерений; испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; испытаний стандартных образцов, в том числе в целях утверждения типа; валидации, аттестации методик (методов) измерений (далее – МИ), разработки и аттестации первичных референтных методик измерений и референтных методик измерений; контроля точности результатов измерений массовой доли n-гептана в водных и воздушных средах, биологических и других материалах и объектах анализа; межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний и других видов метрологических работ.

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

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля n-гептана, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой чистое органическое вещество – n-гептан, расфасованное по $(2,0 \pm 0,5)$ см³ в стеклянные ампулы из прозрачного бесцветного стекла номинальным объемом 5 см³, снабженные этикеткой.

ГСО 12063-2022/ГСО 12065-2022

СО СОСТАВА СУБСТАНЦИЙ ИНСУЛИНОВ (набор СО ИНС)

СО предназначены для контроля точности результатов измерений и аттестации (валидации) методик измерений массовой доли инсулина в составе биологических объектов, фармацевтических субстанций и препаратов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии; установления градуировочной (калибровочной) характеристики жидкостных хроматографов, при условии соответствия метрологических характеристик стандартных образцов требованиям, установленным в методиках измерений.

СО могут применяться для: калибровки средств измерений при условии соответствия их метрологических характеристик требованиям, установленным в методиках калибровки; испытаний стандартных образцов; других видов метрологического контроля, при условии соответствия метрологических характеристик стандартных образцов требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: фармацевтическая промышленность, медицина, медицинская промышленность, химическая промышленность, научные исследования

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля инсулина, 10⁻¹ % (мг/г)

СО представляют собой субстанции инсулина человеческого, инсулина аспарта и инсулина гларгина (лиофилизаты), в виде белых или почти белых порошков, расфасованные по 150 мг в стеклянные флаконы с навинчивающимися крышками и этикетками, помещённые

в картонные коробки, или запаянные во влагонепроницаемые пакеты из полиэтилена. Количество типов СО в наборе – 3.

ГСО 12066–2022

СО СОСТАВА (2RS)-2-[3-(4-МЕТИЛБЕНЗОИЛ)ФЕНИЛ]ПРОПАНОВОЙ КИСЛОТЫ (Примесь D кетопрофена) (НЦСО-Примесь D кетопрофена)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли (2RS)-2-[3-(4-метилбензоил)фенил]пропановой кислоты в субстанции кетопрофена, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит кетопрофен.

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 (2RS)-2-[3-(4-метилбензоил)фенил]пропановой кислоты, %

СО представляет собой субстанцию (2RS)-2-[3-(4-метилбензоил)фенил]пропановой кислоты (примеси D кетопрофена), 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 и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12067–2022

СО СОСТАВА ВИНПОЦЕТИНА (НЦСО-Винпоцетин)

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

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 винпоцетина, %
СО представляет собой субстанцию винпоцетина, белый или желтоватый кристаллический порошок, расфасованный по 100 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12068–2022

СО СОСТАВА ГЛИБЕНКЛАМИДА (НЦСО-Глибенкламид)

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

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 глибенкламида, %
СО представляет собой субстанцию глибенкламида, 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 12069–2022

СО СОСТАВА КАЛЬЦИЯ ГЛЮКОНАТА (КАЛЬЦИЯ ГЛЮКОНАТА МОНОГИДРАТА) (ГИЛС – Кальция глюконат)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли основного вещества в субстанции кальция глюконата моногидрата, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит кальция глюконата 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 кальция глюконата моногидрата, %

СО представляет собой субстанцию кальция глюконата моногидрата ($C_{12}H_{22}CaO_{14} \cdot H_2O$), 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 12070–2022

СО СОСТАВА МАГНИЯ СУЛЬФАТА (МАГНИЯ СУЛЬФАТА ГЕПТАГИДРАТА) (ГИЛС – Магния сульфат)

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

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 магния сульфата гептагидрата, %

СО представляет собой субстанцию магния сульфата гептагидрата ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$), белый кристаллический порошок, расфасованный по 1 г во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12071-2022**СО СОСТАВА ФАМОТИДИНА (МЗ3-071)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли фамотидина 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: фармацевтическая промышленность, ветеринарная промышленность, судебно-медицинская экспертиза, научные исследования

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля фамотидина, % СО представляет собой субстанцию фамотидина белый или белый с желтоватым оттенком кристаллический порошок или кристаллы, расфасованные массой от 100 мг до 250 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12072-2022**СО СОСТАВА ЗОПИКЛОНА (МЗ3-084)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли зопиклона 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: фармацевтическая промышленность, ветеринарная промышленность, судебно-медицинская экспертиза, научные исследования

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля зопиклона, % СО представляет собой субстанцию зопиклона, белый или слегка желтоватый порошок, расфасованные массой от 50 мг до 250 мг по требованию заказчика, во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12073-2022**СО МАССОВОЙ ДОЛИ СЕРОВОДОРОДА В НЕФТЕПРОДУКТАХ (СО СВН-ПА)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли сероводорода в нефтепродуктах (жидких нефтяных топливах, в том числе судовых остаточных топливах, мазутах и дистиллятах) по ГОСТ Р 53716-2009, ГОСТ 32505-2013, ГОСТ 33198-2014, ASTM D7621-16(2021).

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.

Область применения: нефтехимическая и нефтеперерабатывающая промышленности

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений

Аттестованная характеристика СО: массовая доля сероводорода, млн⁻¹, (мг/кг)

СО представляет собой стабилизированное нефтяное топливо с введенными добавками серосодержащего вещества, разлитое в ампулу

или виалу с этикеткой, объем материала в ампуле или виале составляет от 1 см³ до 5 см³.

ГСО 12074-2022**СО СОСТАВА СТЕРИЛИЗОВАННОГО МЯСА КУР (МП-3-3 СО Gallus gallus)**

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

Стандартный образец (СО) может применяться: при установлении достоверности, предела обнаружения методик определения видовой принадлежности мясных ингредиентов; при установлении показателей точности методик измерений массовой доли мясного ингредиента кур в готовой продукции и мясе, прошедших термическую обработку (стерилизацию); для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: пищевая и сельскохозяйственная промышленность, осуществление мероприятий государственного надзора (контроля), научные исследования

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля азота, белка, % (коэффициент пересчета массовой доли азота на массовую долю белка – 6,25)

СО представляет собой сухой лиофилизированный порошок, приготовленный из мяса кур по таблице 1, прошедшего термическую обработку с достигнутой величиной стерилизующего эффекта (F-эффект) от 22 до 24 условных минут, который расфасован массой от 7 до 70 мг в виалы с герметичными кримповыми крышками. (Масса одного экземпляра СО эквивалентна 100 мг исходного продукта, прошедшего термическую обработку с достигнутой величиной стерилизующего эффекта (F-эффект) от 22 до 24 условных минут). Виала снабжается этикеткой и упаковывается в полиэтиленовый пакет с ZIP Lock-замком или герметично запаянный полиэтиленовый пакет.

ГСО 12075-2022/ГСО 12080-2022**СО СОСТАВА ИРИДИЯ (набор СОИр-23)**

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

СО могут быть использованы: для поверки средств измерений при условии их соответствия обязательным требованиям, установленным в методиках поверки средств измерений; для калибровки средств измерений при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках калибровки средств измерений; испытаний стандартных образцов, в том числе, в целях утверждения типа при условии соответствия их метрологических и технических характеристик требованиям, установленным в программах испытаний соответствующих стандартных образцов; других видов метрологического контроля, при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

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

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный

Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов, % Материал СО представляет собой порошок иридия, в который введены аттестуемые элементы в виде растворов или порошков контролируемой крупности с последующей термической обработкой в водородной среде. В процессе приготовления материалы подвергали измельчению и гомогенизации. Материал СО расфасован порциями по 50,0 г в герметически закрытые полипропиленовые емкости, закрываемые навинчивающимися пластиковыми крышками. Каждая емкость

промаркирована с указанием индекса образца в наборе. Набор, состоящий из шести СО, упакован в коробку с этикеткой.

ГСО 12081–2022/ГСО 12087–2022

СО СОСТАВА СПЛАВОВ АЛЮМИНИЕВЫХ ЛИТЕЙНЫХ ГРУППЫ IV И СПЛАВОВ АЛЮМИНИЕВЫХ ДЕФОРМИРУЕМЫХ СИСТЕМЫ АЛЮМИНИЙ-МАГНИЙ (набор VSAC4.2)

СО предназначены для установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений (СИ); контроля точности результатов измерений при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в методиках измерений и аттестация методик измерений, применяемых при определении состава: сплавов алюминиевых литейных марок АМг4К1,5М (АМг4К1,5М1), АМг5К (АЛ13), АМг5Мц (АЛ28), АМг6л (АЛ23), АМг6лч (АЛ23–1), АМг10 (АЛ27), АМг10ч (АЛ27–1), АМг11 (АЛ22), АМг7 (АЛ29) (ГОСТ 1583–93); сплавов алюминиевых деформируемых системы алюминий-магний марок АМг1,5, АМг3 (1530), 1531, АМг4 (1540), 1541, 1541пч, 1542, 1543, 1544, АМг5 (1550), АПБА-1 (1551), АМг6 (1560), АМг61 (1561), АW-АI Mg5Cr (АW-5056) (ГОСТ 4784–2019); сплавов, предназначенных для изготовления проволоки для холодной высадки марок АМг5П (1557) и сплавов, предназначенных для изготовления сварочной проволоки марки СвАМг3, СвАМг5, СвАМг6, СвАМг61 (ГОСТ 4784–2019) спектральными и химическими методами анализа.

Стандартные образцы (СО) могут применяться: для поверки средств измерений при условии соответствия стандартных образцов обязательным требованиям, установленным в методиках поверки средств 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 алюминия марки А85 (ГОСТ 11069–2019) с введением примесей в виде двойных лигатур на основе алюминия. СО представляют собой цилиндры диаметром (40–60) мм, высотой (10–50) мм или стружку толщиной (0,1–0,5) мм. СО в виде цилиндров упакованы в полиэтиленовые пакеты или коробки, снабженные этикеткой и обеспечивающие сохранность при транспортировке. На нерабочей поверхности каждого цилиндра 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 – 7.

ГСО 12088–2022

СО ПОРИСТОСТИ (ОБЪЕМНОЙ ВОДОНАСЫЩЕННОЙ) КАРБОНАТНЫХ ГОРНЫХ ПОРОД (комплект СО – НК)

СО предназначены для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики скважинной аппаратуры нейтронного каротажа, при условии соответствия метрологических характеристик СО требованиям, установленным в методиках измерений; оценки соответствия скважинной аппаратуры нейтронного каротажа установленным требованиям.

СО могут применяться для: валидации и аттестации методик измерений пористости (объемной водонасыщенной) карбонатных горных пород; других видов метрологического контроля, при условии соответствия метрологических характеристик стандартных образцов требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: геология, геофизика, научные исследования

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный

Аттестованная характеристика СО: пористость (объемная водонасыщенная), %

Комплект состоит из трех стационарных стандартных образцов, выполненных в виде моделей пластов водонасыщенных карбонатных горных пород, пересеченных скважиной. Экземпляр СО-НК-1 изготовлен из пятнадцати пришлифованных монолитных блоков из белого мрамора Козлгинского месторождения, в виде прямоугольного параллелепипеда длиной 3000 мм, шириной 5000 мм, высотой 2300 мм. В центральном ряду из пяти блоков пробурены три отверстия глубиной 2200 мм, диаметром 146, 196, 244 мм, имитирующие скважины. Экземпляры СО-НК-2 и СО-НК-3 изготовлены с применением гранул белого мрамора Козлгинского месторождения: для СО-НК-2 использована крупная фракция (25–35) мм и мелкая фракция (0,3–0,5) мм; для СО-НК-3 использована крупная фракция (25–35) мм. Гранулы засыпаны в корпус, представляющий собой герметичную бетонную емкость цилиндрической формы диаметром 1700 мм, высотой 2900 мм. По оси корпуса вмонтированы трубы из листовой стали марки 12х18н10т, толщиной стенки 1 мм, диаметром 146, 196, 244 мм, имитирующие скважины. Пространство между гранулами заполнено водой.

ГСО 12089–2022

СО СОСТАВА ПЕНТОКСИФИЛЛИНА (ГИЛС – Пентоксифиллин)

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

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 пентоксифиллина, %

СО представляет собой субстанцию пентоксифиллина (3,7-Диметил-1-(5-оксогексил)-1Н-пурин-2,6(3Н,7Н)-дион, $C_{13}H_{18}N_4O_3$), белый кристаллический порошок, расфасованный по 200 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой, оформленной согласно требованиям ГОСТ Р 8.691–2010 и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12090–2022

СО СОСТАВА МИКРОБНОЙ ТРАНСГЛУТАМИНАЗЫ (СО МТГ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой концентрации микробной транслугутиназы в пищевом сырье и продуктах, пищевых добавках. СО может использоваться для: установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик измерений; идентификации микробной транслугутиназы, присутствующей в составе пищевого сырья и продуктов, пищевых добавках.

Область применения: пищевая промышленность, химическая промышленность, научные исследования

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

Аттестованная характеристика СО: массовая концентрация микробной транслугутиназы, мг/см³

СО представляет собой лиофилизированный порошок белого или желтовато-белого цвета, содержащий микробную транслугутиназу,

расфасованный по $(0,5 \pm 0,1)$ мг в стеклянные флаконы вместимостью 3 см³, упоренные герметичными крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и запаивается во влагонепроницаемый пакет из полиэтилена.

ГСО 12091-2022/ГСО 12096-2022

СО УДЕЛЬНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ ГОРНЫХ ПОРОД (ИМИТАТОРЫ) (набор СО УЭС УНИИМ-КОРТЕХ)

СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений удельного электрического сопротивления.

СО может применяться для калибровки, поверки средств измерений удельного электрического сопротивления, испытаний средств измерений и стандартных образцов в целях утверждения типа, а также для различных видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО установленным требованиям.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений
Аттестованная характеристика СО: удельное электрическое сопротивление, Ом*м

СО представляют собой цилиндры диаметром (30 ± 1) мм и высотой (54 ± 1) мм, во внутреннюю часть каждого вмонтирован резистор сопротивления с соответствующим номинальным значением сопротивления. Цилиндры изготовлены из оргстекла, торцы цилиндров изготовлены из латуни марки ЛС-59 по ГОСТ 5632-2014. Каждый экземпляр стандартного образца помещается в металлический, пластиковый или деревянный футляр с этикеткой. На каждый экземпляр нанесен номер по ФИФ ОЕИ, индекс СО в наборе и номер экземпляра. В наборе шесть типов СО.

ГСО 12097-2022

СО СОСТАВА СТЕКЛА МАРКИ ЗТ-1 (ЗТ-1 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 стандартного образца требованиям методики измерений; аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений массовой доли оксидов в стекле рентгенофлуоресцентным методом.

Область применения: химическая промышленность, охрана окружающей среды, металлургия, горнодобывающая промышленность, научные исследования, испытания и контроль качества продукции
Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля компонентов, %
экземпляр СО представляет собой диск силикатного стекла марки ЗТ-1 зелёного цвета, диаметром от 30 до 40 мм и толщиной от 8 до 11 мм. СО поставляются в пластиковых прозрачных футлярах, содержащих по 1 экземпляру СО. Каждый экземпляр промаркирован. Каждый футляр снабжён этикеткой и помещён в полиэтиленовый пакет с ZIP-Lock замком.

ГСО 12098-2022

СО МАССОВОЙ ДОЛИ ИОНОЛА (АГИДОЛА-1) В ТРАНСФОРМАТОРНОМ МАСЛЕ (комплект И-Тр-Эл)

СО предназначены для установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик газовых и жидкостных хроматографов; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли ионола в трансформаторных маслах, при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в методиках измерений. Стандартные образцы (СО) могут применяться: для поверки газовых и жидкостных хроматографов при условии соответствия СО

обязательным требованиям, установленным в методиках поверки газовых и жидкостных хроматографов; для других видов метрологического контроля, при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: энергетическая промышленность

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный

Аттестованная характеристика СО: массовая доля ионола, %
Материалы СО представляют собой растворы ионола в трансформаторном масле марки ГК (ТУ 38.1011025–85). СО расфасованы по 25 см³ во флаконы из темного стекла вместимостью 25 см³ с этикеткой, закрытые полиэтиленовой пробкой и винтовой крышкой. Количество СО в комплекте – 3.

ГСО 12099-2022

СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ ИНЕРТНЫХ, ПОСТОЯННЫХ И УГЛЕВОДОРОДНЫХ ГАЗОВ (ИПУ-ИК-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, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

Область применения: контроль технологических процессов и промышленных выбросов.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: объемная доля компонентов, %
Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь в газе-разбавителе азоте (N₂), аргоне (Ar), водороде (H₂), кислороде (O₂) или воздухе. Определяемые компоненты – метан (CH₄), пропан (C₃H₈), диоксид углерода (CO₂), оксид углерода (CO), водород (H₂), азот (N₂), аргон (Ar), кислород (O₂), воздух. Смесь находится под давлением (1–10) МПа в баллонах вместимостью (1–50) дм³ с вентилями в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011. Исходные вещества, применяемые для приготовления СО, приведены в таблице 1 описания типа СО.

ГСО 12100-2022

СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ ИНЕРТНЫХ, ПОСТОЯННЫХ И УГЛЕВОДОРОДНЫХ ГАЗОВ (ИПУ-ИК-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, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

Область применения: контроль технологических процессов и промышленных выбросов

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: объемная доля компонентов, %
стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь в газе разбавителе азоте (N₂), аргоне (Ar), водороде (H₂), кислороде (O₂) или воздухе. Определяемые компоненты – метан (CH₄), пропан (C₃H₈), диоксид углерода (CO₂), оксид углерода (CO), водород (H₂), азот (N₂), аргон (Ar), кислород (O₂), воздух. Смесь находится под давлением (1–10) МПа в баллонах вместимостью (1–50) дм³ с вентилями в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011. Исходные вещества, применяемые для приготовления СО, приведены в таблице 1 описания типа СО.

ГСО 12101-2022

СО СОСТАВА ГЕКСАХЛОРБЕНЗОЛА (ГХБ-ВНИИМ-ЗС)

СО предназначен для хранения и передачи единицы массовой доли гексахлорбензола от ГЭТ 208 вторичным и разрядным рабочим эталонам; поверки, калибровки и/или установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики хромато-масс-спектрометров и других средств измерений; испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; испытаний стандартных образцов, в том числе в целях утверждения типа; валидации, аттестации методик (методов) измерений, разработки и аттестации первичных референтных методик измерений и референтных методик измерений; контроля точности результатов измерений массовой доли гексахлорбензола в различных типах вод, почв и воздушных сред, пищевом сырье и пищевых продуктах, других объектах анализа; межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний и другие виды метрологических работ.

Область применения: нефтехимическая и химическая промышленность, охрана окружающей среды, выполнение работ по обеспечению безопасных условий и охраны труда на предприятиях основных отраслей экономики, научные исследования

Способ аттестации – использование государственных эталонов единицы величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля гексахлорбензола, %

Стандартный образец (далее – СО) представляет собой чистое вещество – гексахлорбензол, расфасованный по (100 ± 10) мг в герметично укупоренный стеклянный флакон номинальным объемом $(4-5)$ см³, снабженный этикеткой.

ГСО 12102-2022

СО СОСТАВА ГАММА-ГЕКСАХЛОРЦИКЛО-ГЕКСАНА (ЛИНДАНА) (Лнд-ВНИИМ-ЗС)

СО предназначен для хранения и передачи единицы массовой доли гамма-гексахлорциклогексана (линдана) от ГЭТ 208 вторичным и разрядным рабочим эталонам; поверки, калибровки и/или установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики хромато-масс-спектрометров и других средств измерений; испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; испытаний стандартных образцов, в том числе в целях утверждения типа; валидации, аттестации методик (методов) измерений, разработки и аттестации первичных референтных методик измерений и референтных методик измерений; контроля точности результатов измерений массовой доли гамма-гексахлорциклогексана (линдана) в различных типах вод, почв и воздушных сред, пищевом сырье и пищевых продуктах, других объектах анализа; межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний и другие виды метрологических работ.

Область применения: пищевая и химическая промышленность, охрана окружающей среды, выполнение работ по обеспечению безопасных условий и охраны труда на предприятиях основных отраслей экономики, выполнение работ по контролю качества пищевого сырья и пищевой продукции, аграрно-промышленный комплекс, научные исследования

Способ аттестации – использование государственных эталонов единицы величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля гамма-гексахлорциклогексана (линдана), %

Стандартный образец (далее – СО) представляет собой чистое вещество – гамма-гексахлорциклогексан (линдан), расфасованное по (50 ± 5) мг в герметично укупоренный стеклянный флакон номинальным объемом $(2-4)$ см³, снабженный этикеткой.

ГСО 12103-2022

СО СОСТАВА БИСФЕНОЛА А (БФА-ВНИИМ)

СО предназначен для хранения и передачи единицы массовой доли бисфенола А от ГЭТ 208 вторичным и рабочим эталонам, контроля метрологических характеристик при проведении испытаний средств измерений, испытаний стандартных образцов в том числе в целях утверждения типа; поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики жидкостных хроматографов и других средств измерений; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли бисфенола А, 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; и другие виды метрологических работ.

Область применения: экология, производство полимерных материалов, научные исследования

Способ аттестации – использование государственных эталонов единицы величин

Аттестованная характеристика СО: массовая доля бисфенола А, %
Стандартный образец (далее – СО) представляет собой чистое вещество – бисфенол А (4-[2-(4-гидроксифенил)пропан-2-ил]фенол), расфасованное по $(1,0 \pm 0,1)$ г во флаконы из темного прозрачного стекла номинальным объемом 4 см³, снабженные этикетками.

ГСО 12104-2022

СО МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ МАГНИТОТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ СПЛАВА ЮНДК (комплект МТМ-1)

СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений магнитных свойств магнитотвердых материалов.

Стандартные образцы (СО) могут применяться для: поверки и калибровки средств измерений магнитных свойств магнитотвердых материалов при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик поверки (калибровки); испытаний средств измерений магнитных свойств магнитотвердых материалов, в том числе в целях утверждения типа.

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

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

Аттестованная характеристика СО: магнитная индукция (остаточная), Вг, Тл; остаточная намагниченность, Мг, кА/м; коэрцитивная сила по индукции, НсВ, кА/м; энергетическое произведение (максимальное), (ВН)max, кДж/м³

СО представляют собой комплект из четырех экземпляров СО, изготовленных из магнитотвердого материала на основе сплава ЮНДК по ГОСТ 17809-72. Форма и размеры СО приведены в таблице 1 описания типа СО. Комплект упакован в футляр, из немагнитного материала, на который наклеена этикетка. На каждом экземпляре образца из комплекта нанесена маркировка с индексом СО.

ИНФОРМАЦИЯ ДЛЯ АВТОРОВ И ЧИТАТЕЛЕЙ

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

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

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

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

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

ОСНОВНЫЕ РАЗДЕЛЫ ЖУРНАЛА:

Передовая статья

- Научно-методические подходы, концепции

Оригинальные статьи

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

Методические материалы. Нормативы. Стандарты. Международные стандарты.

Переводы

Материалы конференций

Информация. Новости. События

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

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

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

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

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

Статьи, содержащие результаты диссертационных работ, публикуются вне очереди.

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

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

Журнал входит:
в Перечень российских рецензируемых научных журналов, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученых степеней доктора и кандидата наук по группе специальностей 05.11.00 – приборостроение, метрология и информационно-измерительные приборы и системы;
Международный справочник научных изданий Ulrichsweb Global Serials Directory;
Базы данных Всероссийского института научной и технической информации Российской академии наук (ВИНИТИ РАН)

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

Журнал является членом Cross Ref.

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



INFORMATION FOR AUTHORS AND READERS OF THE JOURNAL

Journal «Measurement standards. Reference materials» until 2020 was published under the name «Reference materials».

«Measurement standards. Reference materials» has a thematic focus and publishes results of basic and applied research of specialists working in the sphere of metrology and interdisciplinary sciences related to the issues of reference materials on the territory of the Russian Federation and abroad.

Priority tasks and areas of the journal consist in creating an open platform for the exchange of scientific information reflecting scientific views, results and achievements of basic and applied research of specialists working in the sphere of metrology and interdisciplinary sciences related to the issues of reference materials, as well as promotion of issues related to reference materials as a technical, regulatory and guidance base necessary for assuring uniformity and accuracy of measurements, related to issues of development and implementation of new standards for units of physical quantities, as well as issues related to standard samples of the composition and properties of substances and materials in the Russian Federation and abroad.

The published materials correspond to the group of specialties:

05.11.00 – instrument making, metrology and information-measuring instruments and systems;

on the following topics:

- methods of chemical analysis (chemical and physico-chemical methods, atomic and molecular spectroscopy, chromatography, x-ray spectroscopy, mass spectrometry, nuclear-physical methods of analysis, etc.);
- analytical instruments;
- mathematical support for chemical analysis;
- metrological assurance of chemical analysis;
- creating new scientific, technical, regulatory and guidance solutions ensuring enhancement of product quality;
- conducting basic scientific research into discovery and use of new physical effects in order to create new and perfect existing measurement methods and instruments of the highest accuracy;
- perfecting the system of measurement uniformity assurance in the country;
- developing and implementing new state measurement standards of measurement units allowing to increase uniformity and accuracy of measurements considerably.

The journal accepts for publication editorials and original articles, analytical, scientific and research, scientific and methodological materials, as well as materials intended for consultation and information; translations of published articles from foreign journals (with the consent of the right holder for the translation and publication); reviews; commentaries and event reports.

Any author who submits a manuscript that has not been published before and that is not intended for simultaneous publication in other periodicals can be published in the journal irrespective of the author's place of residence, nationality and having an academic degree or not. Reception of articles for publication in the journal is implemented on an ongoing basis.

SECTIONS:

Editorial

- Scientific and methodological approaches, concepts

Original papers

- Development, production of reference materials
- Use of reference materials

- Measurement standards
- Comparisons of reference materials
- Modern methods of analyzing substances and materials

Guidance papers

Norms. Standards

International standards

Translations

Conference proceedings

Info. News. Events

For complex expert evaluation, all manuscripts undergo «double-blind» review.

All reviewers are acknowledged experts in areas they are responsible for. Reviews are stored in the publishing house and the editorial office for 5 years.

The editorial staff sends the authors of the submitted materials copies of reviews or a substantiated refusal.

The editorial staff of the journal forwards copies of reviews to the Ministry of Education and Science of the Russian Federation by request.

The journal follows the standards of editorial ethics in line with the international practice of editing, reviewing, publishing, authorship of scientific publications and recommendations of the Committee on Publication Ethics.

Papers containing results of thesis works are published on a priority basis.

There is no publication or royalty fee.

An author who submitted a paper gets a printed version of the journal and an extra electronic version of the paper.

Authors and advertisers bear responsibility for the reliability of information in the published papers and advertising materials, as well as for the absence of data in the materials that are not subject to open publication.

The opinions expressed by authors in the journal do not necessarily reflect those of the editorial staff.

The journal is a part of the list of Russian reviewed scientific journals in which main scientific results of doctorate and candidate thesis works should be published.

International directory of scientific publications

Ulrichsweb Global Serials Directory;

The database of the All-Russian Institute for Scientific and Technical Information of the Russian Academy of Sciences (VINITI RAS)

The journal is indexed and archived in:

the Russian State Library

Russian Science Citation Index (RSCI)

electronic library «CyberLeninka»

The journal is a member of Cross Ref

The materials of the journal are available under
Creative Commons «Attribution» 4.0 license.



ПРАВИЛА ДЛЯ АВТОРОВ

С целью повышения качества рукописей, публикуемых в журнале, и их соответствия международным требованиям, предъявляемым к научным публикациям, редакционная коллегия журнала просит авторов соблюдать правила, представленные ниже.

В журнале «Эталоны. Стандартные образцы» публикуются передовые и оригинальные статьи, материалы аналитического, научно-исследовательского, научно-методического, консультативного и информационного характера; переводы статей, опубликованных в зарубежных журналах (при согласии правообладателя на перевод и публикацию); обзоры; комментарии и отчеты о мероприятиях.

Не допускается направление в редакцию уже опубликованных статей или статей, отправленных на публикацию в другие журналы.

Мониторинг несанкционированного цитирования осуществляется с помощью системы «Антиплагиат».

Журнал приветствует статьи, имеющие потенциально высокий импакт-фактор и/или содержащие материал о значительных достижениях в указанных направлениях.

Условия опубликования статьи:

- представляемая для публикации статья должна быть ранее нигде не опубликованной, актуальной, обладать новизной, содержать постановку задач (проблем), описание основных результатов исследования, полученных автором, выводы;
- соответствовать правилам оформления, представленным ниже (а также на сайте журнала);
- с авторов плата за публикацию не взимается, авторское вознаграждение не выплачивается;
- статьи, содержащие результаты диссертационных работ, публикуются вне очереди.

Правила предоставления статьи

- статья направляется в редакцию журнала по адресу: 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4, УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им Д.И. Менделеева», главному редактору и на e-mail: uniim@uniim.ru;
- статья представляется в бумажном виде и на электронном носителе (по e-mail или на диске) в формате Microsoft Word. Бумажный вариант должен полностью соответствовать электронному;
- текст статьи тщательно вычитывается и подписывается автором(ами), который(е) несет(ут) ответственность за научно-теоретический уровень публикуемого материала;
- при подаче статьи в редакцию автор соглашается с положениями лицензионного договора, размещенного на сайте журнала.

Правила оформления статьи

При наборе статьи рекомендуется учитывать следующее:

1. Шрифт – Times New Roman, размер – 12 пт, межстрочный интервал – одинарный, форматирование – по ширине; все поля – по 20 мм, нумерация страниц обязательна. Объем статьи – до 20 страниц формата А4 (если статья превышает этот объем, то редакция вправе опубликовать статью частями,

в 2 номерах). Особое внимание следует уделить качеству перевода метаданных статьи на английский язык. Желательно, чтобы перевод был выполнен носителем английского языка.

2. Необходимо указать УДК (<http://www.udk-codes.net>).

3. Заголовок статьи лаконично (не более 10 слов) и точно отражает содержание статьи, тематику и результаты проведенного научного исследования.

Приводится на русском и английском языках.

4. Аффiliation авторов. И.О.Ф. автора; полное наименование организации (сокращенное наименование организации), г. Город, Российская Федерация; ORCID; e-mail.

Очередность упоминания авторов напрямую зависит от их вклада в выполненную работу. Первым указывается автор, внесший наибольший вклад. При формировании перечня авторов необходимо соблюдать этические нормы соавторства, разработанные COPE (Committee on Publishing Ethics, <http://publicationethics.org>) (см. главу 4).

5. Аннотация на русском языке: выполняет функцию расширенного названия статьи и представляет ее содержание. Включает в себя основные разделы: Введение; Материалы и методы; Результаты исследования; Обсуждение и заключение.

Аннотация на английском языке, Abstract, информирует читателя об основных положениях статьи. Кратко обобщает исходные данные, цель, методы, результаты, выводы и область применения результатов всей работы. Abstract состоит из 200–250 слов. Abstract четко обозначает следующие составные части: Introduction; materials and methods; results; Discussion and Conclusion.

6. Ключевые слова (8–12 слов / фраз) являются поисковым образом научной статьи. В связи с этим они отражают основные положения, достижения, результаты, терминологию научного исследования. Приводятся на русском и английском языках.

7. Благодарности. В этом разделе упоминаются люди, помогавшие автору подготовить настоящую статью; организации,

оказавшие финансовую поддержку. Хорошим тоном считается выражение благодарности анонимным рецензентам. Приводятся на русском и английском языках.

8. Основной текст статьи излагается на русском или английском языках и содержит следующие обязательные разделы:

1) Введение – постановка научной проблемы, ее актуальность, связь с важнейшими задачами, которые необходимо решить, значение для развития определенной отрасли науки или практической деятельности.

2) Обзор литературы. Описываются основные (последние по времени) исследования и публикации, на которые опирается автор; современные взгляды на проблему; трудности при разработке данной темы; выделение нерешенных вопросов в пределах общей проблемы, которым посвящена статья.

3) Материалы и методы. В данном разделе описываются процесс организации эксперимента, примененные методики, использованная аппаратура; даются подробные сведения об объекте исследования; указывается последовательность выполнения исследования и обосновывается выбор используемых методов (наблюдение, опрос, тестирование, эксперимент, лабораторный опыт и т. д.).

4) Результаты исследования. Это основной раздел, цель которого при помощи анализа, обобщения и разъяснения данных доказать рабочую гипотезу (гипотезы). Результаты исследования излагаются кратко, но при этом содержат достаточно информации для оценки сделанных выводов. Также обосновывается, почему для анализа были выбраны именно эти данные. Все названия, подписи и структурные элементы графиков, таблиц, схем и т. д. оформляются на русском и английском языках.

5) Обсуждение и заключение. В заключении суммируются результаты осмысления темы, делаются выводы, обобщения и рекомендации, вытекающие из работы, подчеркивается их практическая значимость, а также определяются основные направления для дальнейшего исследования в этой области.

6) Благодарности. В этом разделе упоминаются люди, помогавшие автору подготовить настоящую статью; организации, оказавшие финансовую поддержку. Хорошим тоном считается выражение благодарности анонимным рецензентам. Приводятся на русском и английском языках.

7) Вклад соавторов. В конце рукописи рекомендуется включить примечание, в котором разъясняется фактический вклад каждого соавтора в выполненную работу. Приводится на русском и английском языках.

9. Библиографическое описание документов оформляется в соответствии с требованиями ГОСТ Р 7.0.5–2008. Ссылаться нужно в первую очередь на оригинальные источники из научных журналов, включенных в глобальные индексы цитирования. Желательно использовать 20–40 источников. Из них за последние 3 года – не менее 50 %, иностранных – не менее

пяти источников, самоцитирование – не более трех источников. Следует указать DOI или адрес доступа в сети «Интернет». Оформляется на русском и английском языках.

10. Аффiliation авторов. Ф.И.О. (полное), ученое звание, должность, организация(-и), адрес организации(-й) (требуется указать все места работы автора, в которых выполнялись исследования (постоянное место, место выполнения проекта и др.)), ORCID, электронная почта, телефон, почтовый адрес для отправки авторского экземпляра. Приводится на русском и английском языках.

Правила рецензирования статьи

В журнале «Эталон. Стандартные образцы» принято «двойное слепое» (рецензент и автор не знают имен друг друга) рецензирование статей. Рецензент на основании анализа статьи принимает решение рекомендовать статью к публикации (без доработки или с доработкой) или статью отклонить. В случае несогласия автора статьи с замечаниями рецензента его мотивированное заявление рассматривается редакционной коллегией.

Политика редакции

Политика редакционной коллегии журнала базируется на современных юридических требованиях в отношении клеветы, авторского права, законности и плагиата, поддерживает Кодекс этики научных публикаций, сформулированный Комитетом по этике научных публикаций, и строится с учетом этических норм работы редакторов и издателей, закрепленных в Кодексе поведения и руководящих принципах наилучшей практики для редактора журнала и Кодексе поведения для издателя журнала, разработанных Комитетом по публикационной этике (COPE).

Допускается свободное воспроизведение материалов журнала в личных целях и свободное использование в информационных, научных, учебных и культурных целях в соответствии со ст. 1273 и 1274 гл. 70 ч. IV Гражданского кодекса РФ и лицензией Creative Commons CC BY 4.0. Иные виды использования возможны только после заключения соответствующих письменных соглашений с правообладателем.

Электронные версии статей размещаются на сайтах: журнала «Эталон. Стандартные образцы», Российской государственной библиотеки, Научной электронной библиотеки eLIBRARY.RU, электронной библиотеки «КиберЛенинка».

Журнал распространяется платно по подписке в редакции или через подписные агентства.

Технический секретарь: Тараева Наталия Сергеевна, тел.: +7 (343) 350-72-42,

e-mail: taraeva@uniim.ru, uniim@uniim.ru

www.rmjournal.ru

© «Эталон. Стандартные образцы», 2023

INFORMATION FOR AUTHORS

In order to improve the quality of manuscripts published in the journal and their compliance to the international requirements set for scientific publications, the editorial board of the journal asks the authors to observe the rules provided below.

The journal «Measurement standards. Reference materials» publishes editorials and original articles, analytical, scientific and research, scientific and methodological materials, as well as materials intended for consultation and information; translations of published articles from foreign journals (with the consent of the right holder for the translation and publication); reviews; commentaries and event reports.

Submission of a paper that has been previously published or submitted for publication to other journals is not permitted.

Monitoring of unauthorized citations is provided by «Anti-plagiarism» service.

The journal gives preference to the articles with potentially high impact factor and/or containing significant advances in the indicated areas of science.

Conditions for paper publication

- the paper submitted for publication must not have been previously published, must be relevant, have a new element, a problem statement, description of main results of the study, obtained by the author, conclusions;
- the paper submitted for publication must comply with the rules of formatting given below or on the website of the journal;
- there is no publication or royalty fee;
- papers containing results of thesis works are published on a priority basis.

Paper submission rules

- the paper is submitted to the editorial office of the journal to the address: for Chief Editor «UNIIM – Affiliated Branch of the D.I. Mendeleev Institute for Metrology», 4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg, 620075, the Russian Federation, or for Executive Secretary by e-mail: taraeva@uniim.ru;
- the paper is submitted in paper form and on electronic media (via e-mail or on disc) Microsoft Word format. The paper version must fully match the electronic version;
- the text of the paper must be proofread thoroughly and signed by the author(s) who is(are) responsible for the scientific and theoretical level of the material being published;
- upon submission of the paper to the editorial staff, the author accepts provisions of the license contract posted on the website of the journal.

Paper formatting rules

The following points should be taken into consideration when typing the paper:

1. Font – Times New Roman, 12-point font size, line spacing – single line, indenting – justified; all margins – 20 mm each, page numbering is required. The paper shouldn't exceed the volume of 20 A4 pages (if the paper exceeds this limit, the editorial staff has the right to divide the paper for publication in two issues).

2. The title of the paper should be short (not more than 10 words) and informative and should cover the paper contents, the subject-matter and results of the conducted scientific study. The title is to be provided in Russian and English.

3. Affiliation of authors. Full name of the author; full name of the organization (abbreviation for the organization), town/city, the Russian Federation; ORCID; e-mail.

4. The order in which authors are mentioned depends directly on their contribution to the performed work. The first to be indicated is the author who has made the largest contribution. When making a list of authors, it is necessary to comply with ethical standards pertaining to co-authorship norms established by COPE (the Committee on Publication Ethics, <http://publicationethics.org>) (see Chapter 4).

5. The Abstract in English (hereinafter referred to as Abstract) informs the reader about main provisions of the article. The abstract states briefly the input data, the aim, methods, results, conclusions and the field of application for the results of the whole work. The Abstract consists of 200–250 words. It consists of 4 distinct parts: *Introduction; materials and methods; results; Discussion and Conclusions*.

6. Keywords (8–12 words/phrases) constitute the searchcase of a scientific paper. For this reason, they should reflect basic statements, achievements, results and terminology of the study. They are to be provided in Russian and English.

7. Acknowledgements. This section should contain a reference to people who helped the author to prepare the present paper, or organizations that provided financial support. It is considered good form to express gratitude to anonymous reviewers. The acknowledgements are to be provided in Russian and English.

8. The main body of the article should be presented in Russian or in English and contains the following compulsory sections:

1) Introduction is a definition of the scientific problem, its relevance, its connection with the chief tasks to be solved, its importance for the development of a definite area of science or for practical activities.

2) Literature review. It is necessary to describe the principal (most recent) studies and publications relied upon by the author; modern views on the issue; difficulties in the development of the subject; the allotment of the outstanding issues within the general problem of the article.

3) Materials and methods. This section describes the process of the experiment, procedures and equipment used; provides detailed information about the object of research; indicates the sequence of conducting research and justifies the choice of the methods used (observation, survey, test, experiment, laboratory test, etc.).

4) Results. This is the main section, which aims to prove a working hypothesis (or hypotheses) by analysis, synthesis and data clarification. The study results should be presented briefly, but at the same time contain enough information for the evaluation of conclusions made by the author. The choice of these data should be justified as well. All titles, signatures, and structural elements of graphs, tables, charts etc. should be in Russian and in English.

5) Discussion and conclusion. The conclusion contains results of reflection on the given topic, generalizations and recommendations resulting from the work, their practical significance is emphasized. Also, main directions for further research in this area are indicated.

6) Acknowledgements. This section should contain a reference to people who helped the author to prepare the present paper, organizations that provided financial support. It is considered good form to express gratitude to anonymous reviewers. The acknowledgements are to be provided in Russian and English.

7) Authors' contributions. At the end of the manuscript, authors should explain in the notes the actual contribution of each co-author to the work performed. It is to be provided in Russian and English.

1. Bibliography entries for documents should be drawn up according to GOST R 7.0.5–2008.

One should primarily refer to original sources from scientific journals included into global citation indexes.

It is advisable to refer to 20–40 sources. Out of them: not less than 50% must be published within the past 3 years, not less than 5 sources should be foreign and not more than 5 sources should be self-citations. DOI or URL should be indicated. The bibliography is to be provided in Russian and English.

2. Affiliation of authors. Full name, academic title, position held, the name of the organization(s), the address of the organization(s)

(all the places where the author's study was conducted are to be indicated (permanent place, place where the project took place, etc.)), ORCID ID, e-mail, phone number, postal address for delivery of the author's copy. This information is to be provided in Russian and English.

Paper review rules

The journal «Measurement standards. Reference Materials» uses double-blind review (the reviewer and the author do not know each other's names).

A reviewer analyses an article and decides whether to recommend it for publication (after revision of without it), or to refuse it. In case of noncompliance of the author with the comment of the reviewer, his motivated statement is considered by the editorial board.

Editorial Staff policy

The Editorial Staff's policy is based on modern legal requirements concerning libel, copyright, legitimacy, plagiarism and supports Academic Periodicals Ethical Codex stated by the Committee on Publication Ethics and it is formed taking into account standards of ethics of editors' and publishers' work established by Code of Conduct and Best Practice Guidelines for Journal Editors and Code of Conduct for Journal Publishers, developed by the Committee on Publication Ethics (COPE).

Free recall of journal's material is allowed for personal purposes. Free use is permitted for informational, academic, educational and cultural purposes in compliance with paragraphs 1273 and 1274 of chapter 70, part IV of Civil Codex of Russia and license Creative Commons CC BY 4.0. Other types of use are possible only after making agreements in writing with the copyright holder.

Electronic versions of papers are posted on the websites of the journal «Measurement standards. Reference materials»; the Russian State Library; the Scientific Electronic Library eLIBRARY.RU; the Electronic Library CyberLeninka.

The journal is distributed by paid subscription at the editorial office or through subscription agencies.

Executive Secretary – Natalia S. Taraeva,
tel.: +7 (343) 350-72-42,
e-mail: taraeva@uniim.ru, uniim@uniim.ru
www.rmjournal.ru

© «Measurement standards. Reference materials», 2023

