

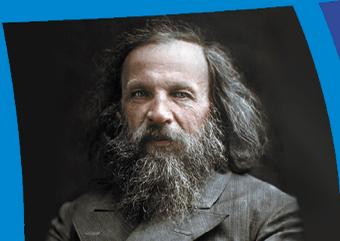
ISSN 2687-0886

ЭТАЛОНЫ СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Том Vol. **19**

№ **4**

2023



**Measurement standards
Reference materials**

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

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

Все права на наименование, авторские права на публикацию защищены. За достоверность информации, опубликованной в статьях и рекламных материалах, а также за то, что в материалах не содержится данных, не подлежащих открытой публикации, ответственность несут авторы и редакторы. Мнение редакции не всегда совпадает с точкой зрения авторов статей.

РЕДАКЦИОННЫЙ СОВЕТ

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

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

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

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

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

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

Слаев Валерий Абдуллоевич
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
д-р. 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
Уханова Маргарита Дмитриевна

ВЕРСТКА, ЦВЕТКОРРЕКЦИЯ

Таскаев Владислав Васильевич

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

Перепечатка материалов полностью или частично, предпринимаемая в образовательных или исследовательских целях, возможна только со ссылкой на выходные данные журнала с обязательным указанием правообладателя и имен авторов статей. Материалы журнала доступны по лицензии Creative Commons "Attribution" («Атрибуция») 4.0 Всемирная. Знаком информационной продукции не маркируется.

Подписано в печать 20.09.2023.
Дата выхода в свет 25.09.2023.
Формат 60×90 1/8. Печать офсетная.
Бумага ВХИ. Усл. печ. л. 22,79.
Тираж 200 экз. Заказ № 17685.

Свободная цена.

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

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

FOUNDER:

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

EDITORIAL OFFICE & PUBLISHER

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

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

EDITOR-IN-CHIEF

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

DEPUTY CHIEF EDITOR

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

EDITORIAL TEAM

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

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

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

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

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

EDITORIAL BOARD

- Anna G. Chunovkina**
Dr. Sci. (Eng.), D.I. Mendeleev Institute for Metrology,
Saint Petersburg, Russia
- Aleksandr S. Katkov**
Dr. Sci. (Eng.), D.I. Mendeleev Institute for Metrology,
Saint Petersburg, Russia
- Leonid A. Konopelko**
Dr. Sci. (Eng.), D.I. Mendeleev Institute for Metrology,
Saint Petersburg, Russia
- Anatoliy I. Krylov**
Dr. Sci. (Chem.), D.I. Mendeleev Institute for Metrology,
Saint Petersburg, Russia
- Boris Ya. Litvinov**
Dr. Sci. (Eng.), D.I. Mendeleev Institute for Metrology,
Saint Petersburg, Russia
- Elena V. Osintseva**
Cand. Sci. (Chem.), Yugra-PGS, Surgut, Russia
- Anatoliy I. Pokhodun**
Dr. Sci. (Eng.), D.I. Mendeleev Institute for Metrology,
Saint Petersburg, Russia
- Valeriy A. Slayev**
Dr. Sci. (Eng.), D.I. Mendeleev Institute for Metrology,
Saint Petersburg, Russia
- Valeriy V. Stepanovskikh**
Cand. Sci. (Eng.), Institute for Reference Materials,
Yekaterinburg, Russia
- Vladimir A. Syasko**
Dr. Sci. (Eng.), Saint-Petersburg Mining University,
Saint Petersburg, Russia
- Natalya V. Shelekhova**
Dr. Sci. (Eng.), Russian Scientific Research Institute of Food Biotechnology,
Moscow, Russia
- Aleksei V. Shchelchikov**
Dr. Sci. (Eng.), assistant professor, VNIIR – Affiliated Branch of the
D.I. Mendeleev Institute for Metrology, Kazan, Russia
- Anatoly B. Yakovlev**
Cand. Sci. (Eng.), assistant professor, VNIIR – Affiliated Branch of the
D.I. Mendeleev Institute for Metrology, Kazan, Russia

EXECUTIVE SECRETARY

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

TECHNICAL SECRETARY

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

PROOF-READER

Alena V. Bortnikova
Margarita D. Uhanova

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: 20.09.2023.
Date of publication: 25.09.2023.
Sheet size 60×90 1/8. Offset printing.
Royal paper. Conventional printed sheets 22,79.
Number of copies 200. Order No 17685.

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

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



ЭТАЛОНЫ

- Ю. А. Сильд **7** Обеспечение единства измерений в области радиационной термометрии на основе нового определения единицы температуры

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

- Е. В. Кулябина, А. Е. Щекотихин, А. Н. Тевяшова, Т. В. Кулябина, В. В. Морозова **17** Стандартные образцы состава фармацевтических субстанций противомикробных препаратов
- Е. В. Кулябина, Т. В. Кулябина, Т. В. Гребенникова, В. В. Морозова, В. Ю. Морозов **27** Вириноподобные частицы: свойства и характеристики стандартных образцов
- А. М. Непомилуев, А. П. Шипицын, А. Е. Тюрнина **35** Исследование стандартных образцов температуры и удельной энтальпии фазовых переходов металлов и солей металлов
- Я. К. Чубченко **51** Разработка стандартных образцов изотопного состава диоксида углерода для ¹³C-урезного дыхательного теста
- В. П. Тенишев **63** Стандартные образцы поглощенной дозы: расширение динамического диапазона и улучшение точности измерений
- С. В. Сердюков, Т. И. Маслова, И. С. Цай, Е. А. Волегова **73** Разработка стандартных образцов динамических магнитных свойств стали электротехнической холоднокатаной изотропной

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

- А. С. Сергеева, А. В. Касильонас, Е. Г. Парфенова, С. В. Медведевских **83** Первичные референтные методики измерений в пищевой промышленности: опыт применения и перспективы развития
- О. Б. Пономарева, Ю. В. Канаева, М. В. Гайко **99** Методики измерений показателей состава воздушных сред: разработка и применение
- А. Ю. Шимолин **115** Количественное определение кофеина методом высокоточного кулонометрического титрования

В. М. Зыскин, А. В. Собина **129** **Определение висмута методом прямой кулонометрии с контролируемым потенциалом: разработка высокоточной методики с применением ГЭТ 176**

Ю. С. Ченцова, В. В. Толмачев, **143** **Оценивание неопределенности при испытаниях на ударный изгиб**
А. А. Забелина **с использованием стандартного образца**

МЕТОДИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ. НОРМАТИВЫ. СТАНДАРТЫ. МЕЖДУНАРОДНЫЕ СТАНДАРТЫ

Н. Г. Оганян, **151** **Сравнительный анализ документов МОЗМ и российских правил**
В. И. Добровольский **по использованию стандартных образцов**

РЕЕСТР УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ, ПРЕДСТАВЛЕННЫХ В ФЕДЕРАЛЬНОМ ИНФОРМАЦИОННОМ ФОНДЕ

В. В. Сулова **161** **Сведения о новых типах стандартных образцов**

В. В. Сулова **179** **Сведения о стандартных образцах утвержденных типов, в которые**
были внесены изменения в части срока действия утвержденного типа
стандартного образца



MEASUREMENT STANDARDS

- Iu. A. Sild **7** Ensuring the Uniformity of Measurements in the Field of Radiation Thermometry on the Basis of a New Definition of the Unit of Temperature

REFERENCE MATERIALS

- E. V. Kulyabina,
A. E. Shchekotikhin,
A. N. Tevyashova, T. V. Kulyabina,
V. V. Morozova **17** Reference Materials for the Composition of Antimicrobial Substances

- E. V. Kulyabina, T. V. Kulyabina,
T. V. Grebennikova,
V. V. Morozova, V. Yu. Morozov **27** Virus-like Particles: Properties and Characteristics of Reference Materials

- A. M. Nepomiluev, A. P. Shipitsyn,
A. E. Tyurnina **35** Study of Certified Reference Materials for Temperature and Specific Enthalpy of Phase Transitions of Metals and Metal Salts

- I. K. Chubchenko **51** Development of Isotopic Reference Materials for ¹³C-Urea Breath Tests

- V. P. Tennishev **63** Reference Materials of Absorbed Dose: Expanding Dynamic Range and Improving Measurement Accuracy

- S. V. Serdjukov, T. I. Maslova,
I. S. Tsay, E. A. Volegova **73** Development of Reference Materials for AC Magnetic Properties of Cold-rolled Non-oriented Electrical Steel

MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

- A. S. Sergeeva, A. V. Kasilyunas,
E. G. Parfenova,
S. V. Medvedevskikh **83** Primary Reference Measurement Procedures in the Food Industry: Usage Experience and Development Prospects

- O. B. Ponomareva, Yu. V. Kanaeva,
M. V. Gaiko **99** Measurement Techniques for the Composition of Air Environments: Development and Application

- A. Yu. Shimolin **115** Caffeine Quantification Via High-Precision Coulometric Titration



V. M. Zyskin, A. V. Sobina **129** **Bismuth Determination by Controlled-Potential Coulometry: Developing a Highly Accurate Procedure based on GET 176**

I. S. Chentsova, V. V. Tolmachev, **143** **Estimation of Uncertainty in Charpy Pendulum Impact Test Using**
A. A. Zabelina **the Reference Material**

GUIDANCE PAPERS. NORMS. STANDARDS. INTERNATIONAL STANDARDS

N. G. Oganyan, V. I. Dobrovolskiy **151** **A Comparative Analysis of OIML Documents and Russian Rules
on the Use of Reference Materials**

ASPECTS OF MAINTAINING THE STATE REGISTER OF TYPE APPROVED REFERENCE MATERIALS

V. V. Suslova **161** **Data on new Reference Materials Approved**

V. V. Suslova **179** **Data on Type Approved Reference Materials the Validity Period
of Which Has Been Extended**



ЭТАЛОНЫ

Научная статья

УДК 536.5.081.3//535.241.34

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-7-15>



Обеспечение единства измерений в области радиационной термометрии на основе нового определения единицы температуры

Ю. А. Сильд  

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

Аннотация: Обеспечение единства измерений (ОЕИ) в области температурных измерений, в частности – радиационной термометрии, – одна из основных задач метрологии, решаемых на государственном уровне. Система метрологического обеспечения (МО) средств радиационной термометрии нуждается в непрерывном поддержании на уровне, отвечающем современным требованиям науки, техники, промышленности. С целью развития и совершенствования системы ОЕИ в радиационной термометрии в последние годы проведен ряд мероприятий, а именно: разработана новая эталонная база, в том числе – создан государственный первичный эталон (ГПЭ) единицы температуры в диапазоне от 0 °С до 3200 °С, реализующий новое определение кельвина; разработана новая государственная поверочная схема (ГПС), регламентирующая передачу единицы температуры рабочим средствам от ГПЭ.

Для снижения нагрузки на ГПЭ, уменьшения потери точности при передаче единицы термодинамической температуры и удовлетворения возросших требований по МО средств измерений создан и исследован вторичный эталон (ВЭТ) единицы температуры в соответствии с новым определением кельвина. В его состав вошли высокотемпературные излучатели на основе реперных точек чистых металлов и эвтектик, излучатель АЧТ и компараторы, обеспечивающие передачу единицы температуры в диапазоне от 961,78 °С до 3200 °С.

По результатам исследований созданный Государственный вторичный эталон (эталон-копия) единицы температуры в диапазоне значений от 961,78 °С до 3200 °С утвержден приказом Росстандарта от 21.11.2022 № 2931 и полностью удовлетворяет требованиям в соответствии с ГПС для СИ температуры.

Ключевые слова: обеспечение единства измерений, термодинамическая температура, эталон, излучатели АЧТ, реперные точки, компаратор

Используемые сокращения: АЧТ – абсолютно черное тело; ВТРТ – излучатели на основе реперных точек; ВЭТ – вторичный эталон; ГПС – государственная поверочная схема; ГПЭ – государственный первичный эталон; ККТ – Консультативный комитет по термометрии; МКМВ – Международный комитет мер и весов; МО – метрологическое обеспечение; ОЕИ – обеспечение единства измерений; РЭ – рабочий эталон; СИ – средства измерений.

Ссылка при цитировании: Сильд Ю. А. Обеспечение единства измерений в области радиационной термометрии на основе нового определения единицы температуры // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 4. С. 7–15. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-7-15>

Статья поступила в редакцию 01.08.2023; одобрена после рецензирования 25.08.2023; принята к публикации 25.09.2023.

MEASUREMENT STANDARDS

Research Article

Ensuring the Uniformity of Measurements in the Field of Radiation Thermometry on the Basis of a New Definition of the Unit of Temperature

Iurii A. Sild  

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

 y. a.sild@vniim.ru

Abstract: Ensuring the uniformity of measurements (EUM) in the field of temperature measurements, in particular radiation thermometry is one of the main tasks of metrology solved at the state level. The system of metrological support (MS) of radiation thermometry means requires continuous maintenance at the level that meets modern requirements of science, technology, and industry. In order to develop and improve the EUM system in radiation thermometry, a number of measures have been taken in recent years, namely: a new standard base has been developed, including the creation of the State primary standard (SPS) of a temperature unit in the range from 0 °C to 3200 °C, implementing a new definition of kelvin; a new State verification schedule (SVS) has been developed, which regulates the transfer of the temperature unit to working means from the SPS. To reduce the load on the SPS, decrease the loss of accuracy in the transfer of a unit of thermodynamic temperature and meet the increased requirements for metrological support of measuring instruments, a secondary standard (SS) of a temperature unit was created and studied in accordance with the new definition of kelvin. It included high-temperature blackbody based on fixed points of pure metals and eutectics, a blackbody and comparators that ensure the transfer of a temperature unit in the range from 961.78 °C to 3200 °C. Based on the results of the research, the created State secondary standard (reference standard) of the temperature unit in the range from 961.78 °C to 3200 °C was approved by the order of Rosstandart dated November 21, 2022 No. 2931 and fully meets the requirements in accordance with the SVS for temperature MI.

Keywords: ensuring the uniformity of measurements, thermodynamic temperature, standard, blackbody, fixed points, comparator

Abbreviations used in the article: ABB – absolute blackbody; HFTP – high temperature fixed point; SS – secondary standard; SVS – State verification schedule; SPS – State primary standard; CCT – Consultative Committee for Thermometry; CIPM – International Committee on Weights and Measures; MS – metrological support; EUM – ensuring the uniformity of measurements; WS – working standard; MI – measuring instruments.

For citation: Sild I. A. Ensuring the uniformity of measurements in the field of radiation thermometry on the basis of a new definition of the unit of temperature. *Measurement Standards. Reference Materials.* 2023;19(4):7–15. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-7-15>

The article was submitted 01.08.2023; approved after reviewing 25.08.2023; accepted for publication 25.09.2023.

Введение

Обеспечение единства измерений в области температурных измерений, как и в любой другой области, является значимой государственной задачей, реализация которой в соответствии с Федеральным законом РФ от 26.06.2008 № 102-ФЗ обеспечивается государственной системой, включающей в себя [1]:

– комплекс законодательных актов и межотраслевых нормативных документов, регламентирующих общие правила и нормы в метрологии;

– организационно-функциональную структуру, обеспечивающую функции по оказанию государственных услуг;

– технические средства, обеспечивающие воспроизведение и передачу единицы от первичных эталонов рабочим средствам измерений.

Система, действующая в области температурных измерений на протяжении десятилетий, показала свою высокую эффективность. Однако растущие требования науки и промышленности к точности и диапазону измерений температуры, необходимость обеспечения

эквивалентности отечественных государственных первичных эталонов единицы температуры лучшим национальным эталонам зарубежных стран, развитие фундаментальных положений в основе определения физической единицы – температуры – как при воспроизведении единицы, так и при ее передаче требует ее постоянно совершенствования и развития [2, 3].

В последние три года область ОЕИ температуры претерпела значительные изменения в следствие совершенствования, а фактически – создания новых государственных первичных эталонов единицы температуры: ГЭТ 35-2021¹ [4–6] и ГЭТ 34-2020² [7, 8], реализующих новое определение кельвина [3, 9]. В конце 2022 года в результате длительных обсуждений специалистами ведущих организаций, занимающихся как производством СИ температуры, так их МО принята новая государственная поверочная схема для средств измерений температуры.

Перечисленные выше обстоятельства серьезно отразились на метрологическом обеспечении в области радиационной термометрии. Необходимо также принять во внимание события глобального масштаба, определившие современное состояние воспроизведения и передачи единицы температуры.

Консультативный комитет по термометрии (ККТ) Международного комитета мер и весов (МКМВ) в течение длительного времени вел работу, направленную на переопределение единицы кельвина через фундаментальную физическую константу – постоянную Больцмана с целью исключения зависимости воспроизведения единицы температуры от свойств каких-либо артефактов или материалов [10–13]. В документе «*Mise en Pratique*» ККТ МКМВ изложены два метода воспроизведения термодинамической температуры в высокотемпературной области, которые могут быть использованы для воспроизведения единицы температуры в соответствии с ее новым определением:

– прямой метод измерения с использованием абсолютного радиометра [14, 15]. Указанный метод

чрезвычайно трудоемок и требует больших финансовых и временных затрат для его создания. Он фактически реализован в первичных эталонах единиц температуры ведущих национальных метрологических институтов, включая Россию;

– относительно прямые методы, основанные на применении фиксированных значений температуры, приспаванных ВТРТ, и интерполяции между точками [16–18]. Т. е. в основе относительно прямых методов лежит реализация фазовых переходов ВТРТ и применение между точками интерполяционного прибора [19–25]. Реализация этих методов, обладающих немного большей погрешностью, чем прямой метод, позволяет решать задачу по воспроизведению и хранению единицы как на уровне ГПЭ, так и ВЭТ и передавать ее нижестоящим рабочим эталонам (РЭ).

Два этих метода в полной мере реализованы в ГПЭ единицы температуры в диапазоне от 0 °С до 3200 °С, утвержденном приказом Росстандарта от 23.12.2020 № 2198.

ГПЭ единицы температуры в диапазоне от 0 °С до 3200 °С реализует единицу в соответствии с ее новым определением, возглавляет ГПС для средств измерений радиационной температуры и лежит в основе в системе ОЕИ в современном периоде.

В конце 2022 года была разработана ГПС на основе опыта работы в области ОЕИ. ГПС устанавливает основные метрологические характеристики и порядок передачи единиц температуры от ГПЭ при помощи ВЭТ и РЭ средствам измерений с указанием погрешности и основных методов передачи единицы. В ГПС определен состав вторичных эталонов единицы температуры, обеспечивающих передачу единицы температуры в соответствии с новым определением кельвина, также на перспективу определена структура передачи единицы новым средствам измерений температуры – первичные радиационные термометры.

На момент разработки ГПС в России отсутствовали вторичные эталоны единицы температуры в области радиационной термометрии, что сильно увеличивало нагрузку на ГПЭ и могло привести к снижению ресурса и преждевременному выходу его из строя. Кроме того, работы по МО РЭ и прецизионных СИ радиационной термометрии проводились за счет ресурсов, предназначенных для научных исследований по поддержанию самого высокого уровня измерений в области термометрии.

Целью данного исследования является совершенствование метрологических характеристик средств передачи единицы температуры, включая повышение точности ее передачи в области радиационной термометрии

¹ ГЭТ 35-2021 Государственный первичный эталон единицы температуры – кельвина в диапазоне от 0,3 К до 273,16 К жидкости / институт–хранитель ФГУП «ВНИИФТРИ» // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/1387036>

² ГЭТ 34-2020 Государственный первичный эталон единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С / институт–хранитель ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/1385580>

посредством создания Государственного вторичного эталона (эталона-копии) единицы температуры в диапазоне значений от 961,78 °С до 3200 °С.

В задачи исследования входит определение состава ВЭТ (эталона-копии) и установление порядка передачи единиц температуры от ГПЭ при помощи ВЭТ и РЭ средствам измерений с указанием погрешности и основных методов передачи единицы.

Состав ВЭТ (эталона-копии)

В состав эталона (рис. 1) входят излучатели ВТРТ на основе чистых металлов и эвтектических сплавов металл-углерод, реализующие в соответствии с рекомендациями ККТ ВТРТ температурной шкалы. Кроме излучателей ВТРТ, в состав эталона включен комплект температурных ламп (вакуумные и газонаполненные). А также компаратор (компаратор яркостей [26] и монохроматический пирометр [27]), обеспечивающий интерполяцию и экстраполяцию температуры и высокую точность передачи единицы температуры выше точки затвердевания серебра.

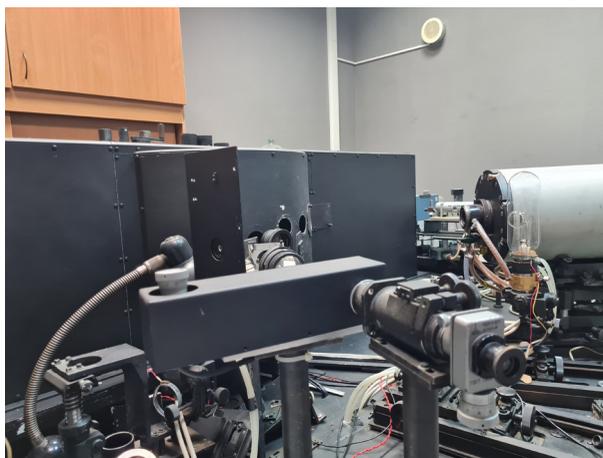


Рис. 1. Внешний вид вторичного эталона (эталон-копия) единицы температуры в диапазоне значений от 961,78 °С до 3200 °С

Fig. 1. Appearance of the secondary standard (reference standard) of the temperature unit in the range from 961.78 °С to 3200 °С

Материалы и методы

При изготовлении ампул ВТРТ использованы высокочистые металлы серебро, медь, рений, кобальт, молибден:

- серебро и медь имели чистоту не хуже 99,9999 %;
- рений по сведениям, представленным производителем, имел чистоту не хуже 99,995 %;
- заявляемые производителем примеси кобальта и молибдена находились на уровне менее чем 10 ppm.

Номинальная чистота используемого графитового порошка составила не менее 99,9999 %.

Для создания ВТРТ применялись ампулы, выполненные из графита и имеющие следующие параметры:

- диаметр ампулы не более 24 мм;
- длина ампулы не более 50 мм;
- диаметр выходной диафрагмы излучающей полости не менее 3 мм;
- излучательная способность ампулы не менее 0,9996.

Заполнение ампул ВТРТ серебра и меди осуществлялось в вертикально размещенном излучателе капельным методом [28, 29], эвтектик Co-C, Re-C и δ MoC-C с использованием метода финишной заправки [29, 30] с целью устранения появления возможных каверн, пустот в ампуле ВТРТ.

Исследования заполненных ампул ВТРТ на основе эвтектических сплавов (Co-C, Re-C и δ MoC-C), а также ампул ВТРТ на основе высокочистых металлов серебра и меди проводились на аппаратуре высокотемпературного комплекса ГПЭ единицы температуры в диапазоне от 0 °С до 3200 °С.

Исследования излучателей ВТРТ включали определение температуры фазового перехода, соответствующей поправки к номинальному значению температуры, воспроизводимому излучателями на основе реперных точек, и определение их воспроизводимости, долговременной стабильности.

Метрологические характеристики для вакуумных температурных ламп определяли при следующих значениях воспроизводимой температуры ГПЭ: 961,78 °С и 1500 °С, для газонаполненных – 1400 °С и 2100 °С. Исследование метрологических характеристик компаратора проводилось с применением излучателя «черное тело» и высокотемпературного излучателя «черное тело» из состава ГЭТ 34–2020.

Все исследования метрологических характеристик и обработка результатов измерений проводили согласно документу «Правила содержания и применения государственного первичного эталона единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С ГЭТ 34–2020. Часть 2. Комплекс аппаратуры для воспроизведения и передачи единицы температуры в диапазоне от 961,78 до 3200 °С», а также с учетом международных рекомендаций [31, 32].

Результаты и обсуждение

Результаты

Значения метрологических характеристик, полученных в рамках исследований составных частей ВЭТ (ВТРТ, температурных ламп, компаратора), приведены в табл. 1.

Таблица 1. Результаты исследований метрологических характеристик составных частей вторичного эталона (эталон-копия) единицы температуры в диапазоне значений от 961,78 °С до 3200 °С
 Table 1. The results of studies of the metrological characteristics of the parts of the secondary standard (reference standard) of the temperature unit in the range from 961.78 °C to 3200 °C

Характеристика	Значение
Поправки к значению температуры, воспроизводимого излучателями на основе реперных точек, °С	
– излучатель на основе реперной точки Ag	-0,04
– излучатель на основе реперной точки Cu	+0,02
– излучатель на основе реперной точки эвтектики Co-C	+0,03
– излучатель на основе реперной точки эвтектики Re-C	+0,07
– излучатель на основе реперной точки эвтектики δMoC-C	-0,20
Суммарное СКО результата сличений излучателей на основе реперных точек с ГПЭ единицы температуры, °С	
– излучатель на основе реперной точки Ag	0,09
– излучатель на основе реперной точки Cu	0,13
– излучатель на основе реперной точки эвтектики Co-C	0,20
– излучатель на основе реперной точки эвтектики Re-C	0,55
– излучатель на основе реперной точки эвтектики δMoC-C	0,59
Суммарное СКО результата сличений с ГПЭ единицы температуры с температурными лампами, в диапазоне температур от 961,78 °С до 2100 °С, °С	от 0,13 до 0,49
Погрешность передачи единицы температуры при помощи компаратора, °С	от 0,1 до 0,19

Обсуждение

Проведенные исследования показали высокие метрологические характеристики ВТРТ, температурных ламп, компаратора и возможность применения их в качестве вторичных эталонов единицы температуры в соответствии с требованиями ГПС.

В соответствии с требованиями постановления Правительства РФ от 21 октября 2019 г. № 1355 и во исполнении приказа Минпромторга России от 11.02.2020 № 456 разработан комплект документов для регистрации и включения в реестр эталонов со следующими характеристиками:

диапазон значений единицы температуры, в котором воспроизводится, хранится и передается единица, составляет от 961,78 °С до 3200 °С;

суммарное среднее квадратическое отклонение результатов сличений эталона с государственным первичным эталоном единицы температуры в диапазоне от 961,78 °С до 3200 °С составляет 0,12 °С до 2,0 °С;

номинальные значения температуры, воспроизводимые излучателями на основе реперных точек, °С:

- излучатель на основе реперной точки Ag 961,78
- излучатель на основе реперной точки Cu 1084,62
- излучатель на основе реперной точки эвтектики Co-C 1324,24

– излучатель на основе реперной точки эвтектики Re-C 2474,69

– излучатель на основе реперной точки эвтектики δMoC-C 2583,00;

поправки к номинальному значению температуры, воспроизводимого излучателями на основе реперных точек, °С, не более:

- излучатель на основе реперной точки Ag ±0,05
 - излучатель на основе реперной точки Cu ±0,06
 - излучатель на основе реперной точки эвтектики Co-C ±0,11
 - излучатель на основе реперной точки эвтектики Re-C ±0,34
 - излучатель на основе реперной точки эвтектики δMoC-C ±0,43;
- суммарное СКО передачи единицы температуры при помощи компаратора: от 0,1 °С до 0,4 °С.

Заключение

В рамках совершенствования системы ОЕИ в области радиационной термометрии проведено совершенствование и создание ГПЭ единицы температуры от 961,78 °С до 3200 °С, реализующего новое определение кельвина.

Выполнена разработка ГПС для средств измерений температуры, которая в соответствии с приказом

Росстандарта от 23.12.2022 № 3253 введена в действие с 1 февраля 2023 г.

Новая ГПС установила порядок передачи единицы температуры от ГПЭ СИ с помощью ВЭТ и РЭ, с указанием основных методов аттестации/поверки и погрешности, а также определила возможный состав эталонов. Указанная ГПС решает задачу по ОЕИ температуры в соответствии с современными требованиями науки и производства, перспектив развития СИ термометрии, а также с учетом переопределения кельвина.

В ходе исследования разработан и изучен ВЭТ – Государственный вторичный эталон (эталон-копия) единицы температуры в диапазоне значений от 961,78 °С до 3 200 °С, который позволяет устранить пробел в МО СИ радиационной термометрии. Созданный государственный вторичный эталон обеспечивает передачу единицы температуры от Государственного первичного эталона единицы температуры в диапазоне от 961,78 °С до 3 200 °С в соответствии с ее новым определением и полностью удовлетворяет требованиям ГПС для СИ температуры.

Применение эталона-копии позволяет снизить погрешность передачи единицы, снизить нагрузку на ГПЭ, а также заложить основы для обеспечения единства

измерений в области радиационной термометрии на основе нового определения кельвина выше 961,78 °С и удовлетворить перспективные требования науки и промышленности в метрологическом обеспечении средств измерений радиационной термометрии.

Благодарности: Часть исследований выполнена в ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» в рамках опытно-конструкторской работы «Совершенствование эталонов единицы температуры в соответствии с новым определением кельвина в диапазоне от 4,2 К до 3473 К» (2017–2019 гг.). Измерения были выполнены на оборудовании ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Acknowledgments: Part of the research was carried out at VNIIM as part of the development work «Improvement of temperature unit standards in accordance with the new definition of kelvin in the range from 4.2 K to 3473 K» (2017–2019). The measurements were performed on the equipment of VNIIM.

Конфликт интересов: Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Conflict of interest: The authors declare no conflict of interest.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Походун А. И. О стратегии развития метрологического обеспечения измерений температуры и теплофизических величин в России // Приборы. 2015. № 8 (182). С. 1–6.
2. State and direction of development of the secondary standard of the unit of radiance and unit of infrared radiation temperature / K. A. Sharganov [et al.] // Measurement Techniques. 2015. Vol. 57. P. 1273–1275. <https://doi.org/10.1007/s11018-015-0618-1>
3. Походун А. И. Переопределение кельвина и перспективы совершенствования государственного первичного эталона единицы температуры в диапазоне от 0 до 3000 °С ГЭТ 34–2007 // Измерительная техника. 2017. № 12. С. 32–36.
4. Deviation of temperature determined by ITS-90 temperature scale from thermodynamic temperature measured by acoustic gas thermometry at 79.0000 K and at 83.8058 K / V. G. Kytin [et al.] // International Journal of Thermophysics. 2020. Vol. 41, Is. 6. P. 88. <https://doi.org/10.1007/s10765-020-02663-2>
5. Installation of relative acoustic gas thermometry in the low temperature range from 4.2 to 80 K / V. G. Kytin [et al.] // Measurement Techniques. 2020. Vol. 63, Is. 1. P. 45–52. <https://doi.org/10.1007/s11018-020-01748-6>
6. Realization of a new definition of kelvin on state primary standard of temperature unit GET 35–2021 in the temperature range from 0.3 to 273.16 K / V. G. Kytin [et al.] // Measurement Techniques. 2021. Vol. 64. P. 613–621. <https://doi.org/10.1007/s11018-021-01980-8>
7. Methods for the realization of ITS-90 fixed points: necessity of improvement / A. G. Ivanova [et al.] // Measurement Techniques. 2021. Vol. 64. P. 573–579. <https://doi.org/10.1007/s11018-021-01973-7>
8. State primary standard of temperature unit in the range 0–3200 °С GET 34–2020: Practical implementation of the new definition of kelvin / A. I. Pokhodun [et al.] // Measurement Techniques. 2021. Vol. 64. P. 541–549. <https://doi.org/10.1007/s11018-021-01970-w>
9. Походун А. И., Осадчий С. М. Переопределение кельвина и его последствия в практике измерений температуры // Законодательная и прикладная метрология. 2019. № 3 (160). С. 3–7.
10. Preparative steps towards the new definition of the kelvin in terms of the boltzmann constant / J. Fischer [et al.] // International Journal of Thermophysics. 2007. Vol. 28. P. 1753–1765. <https://doi.org/10.1007/s10765-007-0253-4>
11. The roles of the Mise en pratique for the definition of the kelvin / D. C. Ripple [et al.] // International Journal of Thermophysics. 2010. Vol. 31. P. 1975–1808. <https://doi.org/10.1007/s10765-010-0837-2>
12. Practical implementation of the mise en pratique for the definition of the kelvin above the silver point / G. Machin [et al.] // International Journal of Thermophysics. 2010. Vol. 31. P. 1779–1788. <https://doi.org/10.1007/s10765-010-0834-5>
13. Primary radiometry for the mise-en-pratique for the definition of the kelvin: the hybrid method / E. R. Woolliams [et al.] // International Journal of Thermophysics. 2011. Vol. 32. P. 1–11. <https://doi.org/10.1007/s10765-011-0924-z>

14. Absolute radiometry for the MeP-K: the irradiance measurement method / *J. Hartmann* [et al.] // *International Journal of Thermophysics*. 2011. Vol. 32. P. 1707–1718. <https://doi.org/10.1007/s10765-011-1018-7>
15. Thermodynamic radiation thermometry using radiometers calibrated for radiance responsivity / *H. W. Yoon* [et al.] // *International Journal of Thermophysics*. 2011. Vol. 32. P. 2217–2229. <https://doi.org/10.1007/s10765-011-1056-1>
16. Radiometric observation of melting and freezing plateaus for a series of metal-carbon eutectic points in the range 1330 °C to 1950 °C / *Y. Yamada* [et al.] // *Metrologia*. 1999. Vol. 36, Is. 3. P. 207–209. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/36/3/6>
17. High-temperature fixed points in the range 1150 °C to 2500 °C using metal-carbon eutectics / *Y. Yamada* [et al.] // *Metrologia*. 2001. Vol. 38, Is. 3. P. 213–221. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/38/3/3>
18. Realizing fixed points above the copper point up to 2500 °C using metal-graphite eutectics / *Y. Yamada* [et al.] // *AIST Bulletin of Metrology*. 2002. Vol. 1, Is. 3. P. 533–540.
19. *Yamada Y., Bloembergen P.* On the properties of hyper-eutectic metal-carbon fixed points // *AIST Bulletin of Metrology*. 2006. Vol. 5. P. 157–162.
20. Experience of construction and study of Pt-C eutectic in VNIIM and cooperation with LNE-INM / *M. S. Matveyev* [et al.] // *International Journal of Thermophysics*. 2009. Vol. 30, Is. 1. P. 47–58. <https://doi.org/10.1007/s10765-008-0431-z>
21. Comparison of pyrometric Co-C and Re-C eutectic-point cells between VNIIM and LNE-CNAM / *M. Sadli* [et al.] // *International Journal of Thermophysics*. 2011. Vol. 32, Is. 11–12. P. 2657–2670. <https://doi.org/10.1007/s10765-011-1079-7>
22. Comparative investigations of cobalt-carbon eutectic high-temperature fixed point cells constructed at the VNIIM and VNIIOFI / *B. B. Khlevnoy* [et al.] // *Measurement Techniques*. 2013. Vol. 56. P. 72–78. <https://doi.org/10.1007/s11018-013-0161-x>
23. Thermodynamic temperature assignment to the point of inflection of the melting curve of high temperature fixed points / *E. Woolliams* [et al.] // *Philosophical Transactions of the Royal Society A*. 2016. Vol. 374. P. 20150044. <http://dx.doi.org/10.1098/rsta.2015.0044>
24. *Saunders P., White D. R.* Saunders P. Interpolation errors for radiation thermometry // *Metrologia*. 2004. Vol. 41. P. 41–46. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/41/1/006>
25. *Saunders P., White D. R.* Physical basis of interpolation equations for radiation thermometry // *Metrologia*. 2003. Vol. 40, Is. 4. P. 195–203. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/40/4/309>
26. Фотоэлектрический спектрокомпаратор нового поколения для прецизионных измерений в области радиационной термометрии / *М. С. Матвеев* [и др.] // *Приборы*. 2008. № 10. С. 30–38.
27. The Reference monochromatic thermometer for the HTFPs investigation / *Yu. A. Sild* [et al.] // *TEMPMEKO 2016: abstracts XIII international symposium on temperature and thermal measurements in industry and science, Zakopane, Poland, 26.06.–1.07.2016*. 2016. P. 116–117.
28. *Khlevnoy B., Grigoryeva I., Ibragimov N.* New method of filling of HTFP cells // *High Temperature Fixed Points Solutions for Research and Industry (HTFP 2008): Int. Workshop, KRIS, Daejeon, Korea*. 2008. P. 16.
29. *Sild Y. A.* Methods of filling high-temperature fixed-point cells based on eutectic alloys // *Measurement Techniques*. 2012. Vol. 55. P. 936–940. <https://doi.org/10.1007/s11018-012-0064-2>
30. *Khlevnoy B. B., Grigoryeva I. A., Ibragimov N. A.* New method of filling of high-temperature fixed-point cells based on metal-carbon eutectics / *Peritectics* // *International Journal of Thermophysics*. 2011. Vol. 32. P. 1763–1772. <https://doi.org/10.1007/s10765-011-0998-7>
31. CCT-WG5 on radiation thermometry, uncertainty budgets for realisation of scales by radiation thermometry / *J. Fischer* [et al.] // *CCT Working document CCT/03–03*. BIPM, Sèvres Cedex. 2003.
32. Uncertainty budgets for realization of ITS-90 by radiation thermometry / *J. Fischer* [et al.] // *Temperature Its Measurement and Control in Science and Industry: AIP Conference Proceedings, Chicago*. 2003. Vol. 7. P. 631–638.

REFERENCES

1. Pokhodun A. I. On the strategy for the development of metrological support for measuring temperature and thermophysical quantities in Russia. *Pribory*. 2015;(8):1–6. (In Russ.).
2. Sharganov K. A., Shkurkin A. P., Sil'd Yu. A., Vizulainen E. V. State and direction of development of the secondary standard of the unit of radiance and unit of infrared radiation temperature. *Measurement Techniques*. 2015;57:1273–1275. <https://doi.org/10.1007/s11018-015-0618-1>
3. Pokhodun A. I. Redefinition of the kelvin and future improvements in state primary standard of the unit of temperature in the range from 0 to 3000 °C GET 34–2007. *Measurement Techniques*. 2018;60(12):1205–1210. <https://doi.org/10.1007/s11018-018-1340-6>
4. Kytin V. G., Kytin G. A., Ghavalyan M. Yu., Potapov B. G., Aslanyan E. G., Schipunov A. N. Deviation of temperature determined by ITS-90 temperature scale from thermodynamic temperature measured by acoustic gas thermometry at 79.0000 K and at 83.8058 K. *International Journal of Thermophysics*. 2020;41(6):88. <https://doi.org/10.1007/s10765-020-02663-2>
5. Kytin V. G., Ghavalyan M. Yu., Potapov B. G., Aslanyan E. G., Shchipunov A. N. Installation of relative acoustic gas thermometry in the low temperature range from 4.2 to 80 K. *Measurement Techniques*. 2020;63(1):45–52. <https://doi.org/10.1007/s11018-020-01748-6>
6. Kytin V. G., Ghavalyan M. Yu., Petukhov A. A., Potapov B. G., Razhba Ya. E., Aslanyan E. G. et al. Realization of a new definition of kelvin on state primary standard of temperature unit GET 35–2021 in the temperature range from 0.3 to 273.16 K. *Measurement Techniques*. 2021;64:613–621. <https://doi.org/10.1007/s11018-021-01980-8>

7. Ivanova A. G., Gerasimov S. F., Pokhodun A. I., Fuksov V. M. Methods for the realization of ITS-90 fixed points: necessity of improvement. *Measurement Techniques*. 2021;64:573–579. <https://doi.org/10.1007/s11018-021-01973-7>
8. Pokhodun A. I., Fuksov V. M., Sild Y. A., Mazanov M. A., Matveev M. S. State primary standard of temperature unit in the range 0–3200 °C GET 34–2020: Practical implementation of the new definition of kelvin. *Measurement Techniques*. 2021;64:541–549. <https://doi.org/10.1007/s11018-021-01970-w>
9. Pokhodun A. I., Osadchii S. M. Redefinition of the kelvin and its practical consequences for temperature measurements. *Legislative and applied metrology*. 2019;3(160):3–7. (In Russ.).
10. Fischer J., Gerasimov S., Hill K. D., Machin G., Moldover M. R., Pitre L. et al. Preparative steps towards the new definition of the kelvin in terms of the boltzmann constant International Journal of Thermophysics. 2007;28:1753–1765. <https://doi.org/10.1007/s10765-007-0253-4>
11. Ripple D. C., Davis R., Fellmuth B., Fischer J., Machin G., Quinn T. et al. The roles of the mise en pratique for the definition of the kelvin. *International Journal of Thermophysics*. 2010;31:1975–1808. <https://doi.org/10.1007/s10765-010-0837-2>
12. Machin G., Bloembergen P., Anhalt K., Hartmann J., Sadli M., Saunders P., Woolliams E., Yamada Y., Yoon H. et al. Practical implementation of the mise en pratique for the definition of the kelvin above the silver point. *International Journal of Thermophysics*. 2010;31:1779–1788. <https://doi.org/10.1007/s10765-010-0834-5>
13. Woolliams E. R., Dury M. R., Burnitt T. A., Alexander P. E. R., Winkler R., Hartree W. S., Salim S. G. R. et al. Primary radiometry for the mise-en-pratique for the definition of the kelvin: the hybrid method. *International Journal of Thermophysics*. 2011;32:1–11. <https://doi.org/10.1007/s10765-011-0924-z>
14. Hartmann J., Anhalt K., Taubert D. R., Hollandt J. Absolute radiometry for the MeP-K: the irradiance measurement method. *International Journal of Thermophysics*. 2011;32:1707–1718. <https://doi.org/10.1007/s10765-011-1018-7>
15. Yoon H. W., Gibson C. E., Eppeldauer G. P., Smith A. W., Brown S. W., Lykke K. R. Thermodynamic radiation thermometry using radiometers calibrated for radiance responsivity. *International Journal of Thermophysics*. 2011;32:2217–2229. <https://doi.org/10.1007/s10765-011-1056-1>
16. Yamada Y., Sakate H., Sakuma F., Ono A. Radiometric observation of melting and freezing plateaus for a series of metal-carbon eutectic points in the range 1330 °C to 1950 °C. *Metrologia*. 1999;36:207–209. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/36/3/6>
17. Yamada Y., Sakate H., Sakuma F., Ono A. High-temperature fixed points in the range 1150 °C to 2500 °C using metal-carbon eutectics. *Metrologia*. 2001;38:213–221. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/38/3/3>
18. Yamada Y., Sakate H., Sakuma F., Ono A. Realizing fixed points above the copper point up to 2500 °C using metal-graphite eutectics. *AIST Bulletin of Metrology*. 2002;1(3):533–540.
19. Yamada Y., Bloembergen P. On the properties of hyper-eutectic metal-carbon fixed points. *AIST Bulletin of Metrology*. 2006;5:157–162.
20. Matveyev M. S., Sild Yu. A., Pokhodun A. I., Sadli M., Bourson F. Experience of construction and study of Pt-C eutectic in VNIIM and cooperation with LNE-INM. *International Journal of Thermophysics*. 2009;30(1):47–58. <https://doi.org/10.1007/s10765-008-0431-z>
21. Sadli M., Bourson F., Matveyev M., Fuksov V., Sild Y. A., Pokhodun A. I. Comparison of pyrometric Co-C and Re-C eutectic-point cells between VNIIM and LNE-CNAM. *International Journal of Thermophysics*. 2011;32(11–12):2657–2670. <https://doi.org/10.1007/s10765-011-1079-7>
22. Khlevnoy B. B., Sil'd Yu. A., Matveev M. S., Grigorieva I. A., Fuksov V. M. Comparative investigations of cobalt-carbon eutectic high-temperature fixed point cells constructed at the VNIIM and VNIIOFI. *Measurement Techniques*. 2013;56:72–78. <https://doi.org/10.1007/s11018-013-0161-x>
23. Woolliams E. R., Anhalt K., Ballico M., Bloembergen P., Bourson F., Briaudeau S. et al. Thermodynamic temperature assignment to the point of inflection of the melting curve of high temperature fixed points. *Philosophical Transactions of the Royal Society A*. 2016;374:20150044. <http://dx.doi.org/10.1098/rsta.2015.0044>
24. Saunders P., White D. R. Interpolation errors for radiation thermometry. *Metrologia*. 2004;41:41–46. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/41/1/006>
25. Saunders P., White D. R. Physical basis of interpolation equations for radiation thermometry. *Metrologia*. 2003;40:95–203. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/40/4/309>
26. Matveev M. S., Pokhodun A. I., Sild Yu. A., Fuksov V. M., Tsorin V. G., Nikitin Yu. V. Photoelectric spectrocomparator of a new generation for precision measurements in the field of radiation thermometry. *Pribory*. 2008;10:30–38. (In Russ.).
27. Sild Yu. A., Pokhodun A. I., Matveyev M. S., Vizulainen E. V., Verhovskaya O. V., Fuksov V. M. et al. The Reference monochromatic thermometer for the HTFPs investigation. In: *ТЕМПЕКО 2016: abstracts XIII international symposium on temperature and thermal measurements in industry and science, Zakopane, Poland, 26.06.–1.07.2016*. 2016. p. 116–117.
28. Khlevnoy B., Grigoryeva I., Ibragimov N. New method of filling of HTFP cells/ In: *High Temperature Fixed Points Solutions for Research and Industry* (HTFP 2008): Int. Workshop, KRISS, Daejeon, Korea. 2008. p. 16.
29. Sild Y. A. Methods of filling high-temperature fixed-point cells based on eutectic alloys. *Measurement Techniques*. 2012;55:936–940. <https://doi.org/10.1007/s11018-012-0064-2>
30. Khlevnoy B. B., Grigoryeva I. A., Ibragimov N. A. New method of filling of high-temperature fixed-point cells based on metal-carbon eutectics / peritectics. *International Journal of Thermophysics*. 2011;32:1763–1772. <https://doi.org/10.1007/s10765-011-0998-7>
31. Fischer J., Battuello M., Sadli M., Ballico M., Park S. N., Saunders P. CCT-WG5 on radiation thermometry, uncertainty budgets for realisation of scales by radiation thermometry. In: *CCT Working document CCT/03–03.BIPM, Sèvres Cedex*. 2003.

32. Fischer J., Sadli M., Ballico M., Battuello M., Park S. N., Saunders P. Uncertainty budgets for realization of ITS-90 by radiation thermometry. *Temperature Its Measurement and Control in Science and Industry: AIP Conference Proceedings*, Chicago. 2003;7:631–638.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

Mise en pratique for the definition of the kelvin (2019) / Practical realization of the definition of some important units // BIPM [website]. URL: <https://www.bipm.org/en/publications/mises-en-pratique> (дата обращения: 17.04.2020).

Государственная поверочная схема для средств измерения температуры: Приказ Росстандарта от 23 декабря 2022 г. № 3253 // Росстандарт : официальный сайт. URL: <https://www.gost.ru/portal/gost/home/activity/documents/orders#/order/394724> (дата обращения: 09.01.2023).

О внесении изменений в положение об эталонах единиц величин, используемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений: Постановление правительства РФ от 21 октября 2019 г. № 1355 // КонсультантПлюс: справ. правовая система [сайт]. URL: <https://rulaws.ru/government/Postanovlenie-Pravitelstva-RF-ot-21.10.2019-N-1355/> (дата обращения: 17.10.2021).

Об обеспечении единства измерений: Федер. закон Рос. Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 11 июня 2008 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 18 июня 2008 г. (в редакции от 11 июня 2021 г. № 170-ФЗ) // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. URL: <http://pravo.gov.ru/proxy/ips/?docbody=&firstDoc=1&lastDoc=1&nd=102122832> (дата обращения: 25.07.2023).

Об утверждении Государственного первичного эталона единицы температуры – кельвина в диапазоне от 0,3 до 273,16 К: Приказ Росстандарта от 02 февраля 2021 г. № 65 // Кодекс: справ. система [сайт]. URL: <https://docs.cntd.ru/document/5733560306> (дата обращения: 25.07.2023).

Об утверждении Государственного первичного эталона единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С: Приказ Росстандарта от 23 декабря 2020 г. № 2198 // Кодекс: справ. система [сайт]. URL: <https://docs.cntd.ru/document/573354712> (дата обращения: 25.07.2023).

Об утверждении требований к содержанию и построению государственных поверочных схем и локальных поверочных схем, в том числе к их разработке, утверждению и изменению, требований к оформлению материалов первичной аттестации и периодической аттестации эталонов единиц величин, используемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, формы свидетельства об аттестации эталона единицы величины, требований к оформлению правил содержания и применения эталона единицы величины, формы извещения о непригодности эталона единицы величины к его применению: Приказ Минпромторга России от 11 февраля 2020 г. № 456 // Официальный интернет-портал правовой информации : официальный сайт. URL: <http://publication.pravo.gov.ru/Document/View/0001202008250060> (дата обращения: 17.10.2021).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРЕ

Сильд Юрий Альфредович – руководитель лаборатории эталонов и научных исследований в области инфракрасной радиометрии и прикладной пирометрии ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
Россия, 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19
e-mail: y.a.sild@vniim.ru
<https://orcid.org/0000-0002-1480-3264>

INFORMATION ABOUT THE AUTHOR

Iurii A. Sild – Head of Radiometric and Applied Pyrometry Laboratory, Thermodynamics Department, D. I. Mendeleev Institute for Metrology
19, Moskovsky pr., St. Petersburg, 190005, Russia
e-mail: y.a.sild@vniim.ru
<https://orcid.org/0000-0002-1480-3264>

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Обзорная статья

УДК 615:615.33:53.089.68

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-17-26>



Стандартные образцы состава фармацевтических субстанций противомикробных препаратов

Е. В. Кулябина¹  , А. Е. Щекотихин² , А. Н. Тевяшова³ ,
Т. В. Кулябина¹ , В. В. Морозова^{1,3} 

¹ ФГБУ «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы», г. Москва, Россия
 kuliabina@vniims.ru

² ФГБНУ «Научно-исследовательский институт по изысканию новых антибиотиков имени Г. Ф. Гаузе», г. Москва, Россия

³ Fresno State University, Fresno, California, USA

Аннотация: В настоящее время в связи с нарушением цепей поставок стало довольно проблематично, а зачастую невозможно приобретение и использование стандартных образцов фармацевтических субстанций зарубежного производства. Как следствие сложившейся непростой ситуации с недостаточной номенклатурой стандартных образцов утвержденного типа (ГСО) перед производителями и разработчиками ГСО встали неотложные задачи создания таких ГСО. Разработка стандартных образцов состава фармацевтических субстанций противомикробных препаратов позволит решить насущные вопросы укрепления технологического суверенитета России, минимизировать импортозависимость отраслей российской экономики, обеспечит достижение целевых показателей Стратегии научно-технологического развития Российской Федерации. Настоящее исследование призвано обобщить опыт создания ГСО фармацевтических субстанций и определения их основных характеристик, нормируемых как в Государственной Фармакопее Российской Федерации, так и в нормативных документах системы обеспечения единства измерений. Основная значимость исследования состоит в применении приведенных в работе выводов для создания современных ГСО, способных не просто импортозаместить стандартные образцы зарубежного производства, а и временами опередить другие страны.

Ключевые слова: стандартный образец, фармацевтические субстанции, противомикробные препараты, метрологическая прослеживаемость, Стратегия научно-технологического развития РФ

Ссылка при цитировании: Стандартные образцы состава фармацевтических субстанций противомикробных препаратов / Е. В. Кулябина [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 4. С. 17–26. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-17-26>

Статья поступила в редакцию 16.02.2023; одобрена после рецензирования 20.03.2023; принята к публикации 25.05.2023.

REFERENCE MATERIALS

Research Article

Reference Materials for the Composition of Antimicrobial Substances

Elena V. Kulyabina¹  , Andrey E. Shchekotikhin² , Anna N. Tevyashova² ,
Tatiana V. Kulyabina¹ , Valeria V. Morozova^{1,3} 

¹All-Russian Scientific Research Institute for Metrological Service, Moscow, Russia
 kuliabina@vniims.ru

²G. F. Gause Institute of New Antibiotics, Moscow, Russia

³California State University, Fresno, California, USA

Abstract: The present study aims to generalize the experience of creating state reference materials (GSOs) of active substances and determine their main characteristics, standardized both in the State Pharmacopoeia of the Russian Federation and in the regulatory documents of the measurement uniformity assurance system. In connection with the violation of supply chains, the acquisition and use of foreign reference active substances became quite problematic or even impossible. As a consequence of the current difficult situation with the insufficient nomenclature of GSOs, the domestic manufacturers and developers faced urgent problems in creating them. The development of antimicrobial reference active substances will solve urgent issues of strengthening the technological sovereignty of Russia, minimize the import dependence of the Russian economy, as well as ensure the targets of the Strategy for Scientific and Technological Development of the Russian Federation to be achieved. The conclusions of the study can be applied in creating GSOs to substitute imported reference materials or surpass their level.

Keywords: reference material, active substances, antimicrobials, metrological traceability, RF scientific and technological development strategy

For citation: Kulyabina E. V., Shchekotikhin A. E., Tevyashova A. N., Kulyabina T. V., Morozova V. V. Reference materials for the composition of antimicrobial substances. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(4):17–26. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-17-26>

The article was submitted 16.02.2023; approved after reviewing 20.03.2023; accepted for publication 25.05.2023.

Введение

Противомикробные средства являются одной из наиболее широко используемых групп лекарственных средств. Они применяются в различных областях медицины как в качестве лечебных препаратов, так и в профилактических целях. Контроль качества лекарственных средств согласно требованиям Государственной Фармакопеи Российской Федерации, как правило, предусматривает использование стандартных образцов, в том числе и фармакопейных СО [1–3].

Необходимость применять СО не только основной субстанции, но также и ее примесей, законодательно закреплена в нормативных правовых актах и в Государственной Фармакопее Российской Федерации.

На сегодняшний день нарушение цепи поставок стандартных образцов состава и свойств фармацевтических субстанций (СО), производимых за рубежом¹, привело к проблемам при производстве лекарственных средств, поскольку СО действующих веществ и их примесей используются производителями ежедневно в качестве основы для сравнения характеристик при выпуске каждой серии препаратов. Учитывая возникшие логистические

¹Стандартные образцы состава и свойств фармацевтических субстанций, производимые в соответствии с требованиями Фармакопеи США (USP), Европейской Фармакопеи (European Pharmacopoeia, EP), Фармакопеи Великобритании (British Pharmacopoeia, BP), выпускаемые Национальным институтом биологических стандартов и контроля Великобритании (NIBSC) и национальными метрологическими институтами других стран.

сложности поставки СО фармацевтических субстанций, возникает потребность в решении насущных вопросов их импортозамещения в интересах укрепления технологического суверенитета России.

Сравнительный анализ СО, необходимых при производстве лекарственных препаратов, включенных в Перечень жизненно необходимых и важнейших лекарственных препаратов для медицинского применения, и СО, зарегистрированных в ФИФ ОЕИ, по состоянию на май 2022 г. показал отсутствие СО утвержденных типов активных фармацевтических субстанций, противомикробных препаратов [4–6], в том числе аминогликозидов, оксалзолидинов, гликопептидов, макролидов и линкомицинов. Учитывая требования постановления Правительства РФ от 14 апреля 2022 г. № 653, а также общие требования Федерального закона от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ, перед научным сообществом России встает задача разработки унифицированного подхода, обобщающего лучшие практики полных исследований характеристик СО фармацевтических субстанций и их

примесей. Выполнение этой работы будет способствовать укреплению технологического суверенитета России, минимизации импортозависимости отраслей российской экономики от зарубежных поставок. Стоит отметить, что идея и содержание исследования относятся к наиболее значимым направлениям развития науки, влияющим на мировую науку в целом и области биотехнологий, физической химии, клеточных технологий [7].

Целью данного исследования является обобщение информации о существующих отечественных СО утвержденных типов активных фармацевтических субстанций, а также установление обобщенных подходов к разработке и характеристике СО фармацевтических субстанций противомикробных препаратов.

Терминология

В табл. 1 приведены определения СО, данные в Международном словаре по метрологии (VIM 3) и Государственной Фармакопее Российской Федерации (ГФ РФ) XIV издания.

Таблица 1. Терминология по стандартным образцам

Table 1. Reference material terminology

Международный словарь по метрологии (VIM 3)	Государственная Фармакопея РФ XIV
<p>5.13 (6.13) <i>Стандартный образец (СО)</i> – материал, достаточно однородный и стабильный в отношении определенных свойств для того, чтобы использовать его при измерении или при оценивании качественных свойств в соответствии с предполагаемым назначением</p>	<p><i>Стандартные образцы (СО)</i> – вещества, посредством сравнения с которыми осуществляется контроль качества исследуемых лекарственных средств с помощью физико-химических и биологических методов в целях подтверждения соответствия лекарственных средств требованиям нормативной документации, установленным при осуществлении государственной регистрации, и которые применяются для калибровки стандартных образцов производителя лекарственных средств, используемых для контроля качества и иных целей при обращении лекарственных средств. <i>Фармакопейный стандартный образец (ФСО)</i> – стандартный образец, произведенный в соответствии с фармакопейной статьей (ФС). [ОФС.1.1.0007.18. Стандартные образцы]</p>
<p>5.14 (6.14) <i>Аттестованный стандартный образец (АСО)</i> – стандартный образец с сопроводительной документацией, выданной авторитетным органом, в которой указано одно или более значений определенно-го свойства с соответствующими неопределенностями и прослеживаемостью, которые установлены с использованием обоснованных процедур</p>	<p><i>Аттестация стандартных образцов</i> – исследование, направленное на установление значений аттестованных характеристик в соответствии с программой и/или методикой испытаний, с последующим оформлением надлежащих документов (паспорта, инструкции по применению СО, макетов этикетки первичной и вторичной упаковки). Аттестация СО предполагает проведение испытаний по исследованию однородности, стабильности, определению оптимальных условий хранения и транспортировки. <i>Аттестованное значение стандартных образцов</i> – значение аттестуемой характеристики СО, установленное при его аттестации и приводимое в паспорте и других документах на СО с указанием его погрешности или неопределенности. Аттестованное значение представляют числом, выражающим значение воспроизводимой СО величины в установленных единицах. [ОФС.1.1.0007.18. Стандартные образцы]</p>

Фармацевтические субстанции – лекарственные средства в виде одного или нескольких обладающих фармакологической активностью действующих веществ вне зависимости от природы происхождения, предназначенные для производства, изготовления лекарственных препаратов и определяющие их эффективность.

Противомикробные препараты – вещества природного, полусинтетического или синтетического происхождения, которые вызывают гибель бактерий, возбудителей микозов, вирусных заболеваний и протозойных инфекций (вызванных простейшими) или задерживают их размножение.

Антибиотики – соединения природного происхождения, а также полусинтетические или синтетические аналоги, подавляющие в низких концентрациях (до 1 мкг/мл) развитие микроорганизмов. В первую очередь их действие направлено на бактерии и грибы, но в отдельных случаях они применяются как цитостатические (противоопухолевые препараты), ряд из них способен блокировать репликацию вирусов [8].

Материалы и методы

В большинстве случаев в качестве материалов для изготовления СО применяются коммерчески доступные субстанции известных производителей, снабженные сертификатами анализа с указанием массовой доли основного компонента и желателен с приведением методов анализа. Или же производители СО сами синтезируют и очищают материал СО. Однако не всегда информация о массовой доле и методах доступна, в таком случае необходимо проведение обязательной процедуры идентификации основной субстанции. В качестве основного физико-химического метода идентификации могут выступать ЯМР спектроскопия, масс-спектрометрия, УФ-спектрофотометрия или ИК-спектрометрия [9, 10].

Общая фармакопейная статья «ОФС.1.1.0007.18. Стандартные образцы» устанавливает методы испытаний: для структурного описания – это спектрометрия ЯМР, масс-спектрометрия, инфракрасная спектрометрия, элементный анализ; для определения чистоты – это определение содержания органических примесей, воды, остаточных растворителей, потери в массе при высушивании, неорганических примесей; для количественного определения – это метод баланса масс. При испытаниях СО фармацевтических субстанций с целью утверждения типа в обязательном порядке необходимо определение содержания родственных соединений.

В качестве примера рассмотрим разработанные совместно ФГБНУ «НИИНА им. Г. Ф. Гаузе»

и ФГБУ «ВНИИМС» СО антибиотиков. В результате работы² были созданы ГОСО 11413-2019 – состава на-тамицина, ГОСО 11532-2020 – состава оливомицина А, ГОСО 11532-2020 – массовой доли амфотерицина Б, разработана референтная методика измерений (РМИ) состава (чистоты) исходных фармацевтических субстанций: Амфотерицин Б, Оливомицин А, Натамицин. Главной особенностью этих СО является то, что они соответствуют как нормам Фармакопеи РФ, так и ГОСТАм системы обеспечения единства измерений (ГОСТ системы ОЕИ). В ходе исследования установлено, что значение погрешности установленных метрологических характеристик ГОСО фармацевтических субстанций, представленных в табл. 2, напрямую зависит от качества исходного материала СО субстанции, процесса синтеза и очищения.

Указанная референтная методика устанавливает требования, относящиеся к условиям проведения операций, выполнение которых обеспечивает получение приведенных результатов измерений с установленными показателями точности. При разработке РМИ были проведены работы по выбору методов измерений, применяемого оборудования, рассчитан полный бюджет неопределенности. В методике измерений состава (чистоты) исходных фармацевтических субстанций использован метод измерений, при реализации которого массовая доля анализируемой фармацевтической субстанции определяется как «100 % минус примеси».

Обобщив результаты проведенных испытаний и выработанные подходы к методам характеристики СО антибиотиков, можно сформулировать нижеследующие тезисы.

В случае если производителю СО необходимо достичь соответствия требованиям Государственной Фармакопеи РФ и ГОСТАм системы ОЕИ, необходимо

² Работа выполнена в рамках опытно-конструкторской работы «Биоаналитика», составной части опытно-конструкторской работы «Компонент», государственный контракт от 16.06.2017 № 120–93.

Данная опытно-конструкторская работа выполнялась с целью обеспечения комплексного развития метрологического обеспечения в области биоаналитических измерений; создания средств и методов метрологического обеспечения измерений в области биоаналитических измерений, включая измерения в лабораторной диагностике; обеспечения достоверных результатов измерений, получаемых с применением средств измерений, путем создания стандартных образцов фармацевтических субстанций; обеспечения достоверности измерений состава (чистоты) исходных фармацевтических субстанций, применяемых для изготовления лекарственных препаратов, прослеживаемых в соответствии с законодательством об обеспечении единства измерений.

проводить испытания для определения следующих характеристик:

- внешний вид;
- растворимость;
- идентификация (или «подлинность» в терминологии Государственной Фармакопеи РФ) и подтверждение химической структуры субстанции обычно проводятся первичным методом ЯМР-спектromетрии, методом ВЭЖХ–МС/МС, методом спектрофотометрии в ультрафиолетовом диапазоне и видимой области, методом спектрометрии в инфракрасной области;
- определение массовой доли основного компонента субстанции проводится методом массового баланса, когда из 100 % вычитают массовые доли всех примесей;
- родственные соединения определяются методами газовой хроматографии (ГХ) или ВЭЖХ, остаточные органические растворители, например, – методом ГХ;
- неорганические примеси, например, суммарное количество – методом определения сульфатной золы, поэлементно – методами атомно-эмиссионной спектрометрии и атомно-абсорбционной спектроскопии;
- так как в фармакопейных статьях на конкретные субстанции нормируется либо содержание воды, либо потеря в массе при высушивании, то в зависимости от субстанции должно определяться или содержание воды – титрованием по Карлу Фишеру, или потеря в массе при высушивании.

Для того, чтобы соблюсти программу испытаний для целей утверждения типа СО, необходимо провести дополнительные к вышеописанным испытания

на однородность СО, кратковременную и долговременную стабильность, установить требования к условиям хранения и транспортирования СО, а также установить срок годности. Установление метрологической прослеживаемости характеристик СО также является обязательным разделом испытаний. Характеристики указанных СО прослеживаются к ГЭТ 196-2015.

Для проведения всех описанных методов испытаний используют поверенные средства измерений утвержденных типов. Например, основными средствами измерений могут быть весы аналитические, дозаторы пипеточные, спектрофотометр, ИК-Фурье-спектрометр, хроматограф жидкостный высокоэффективный, рН-метр, а также мерная посуда, необходимое вспомогательное оборудование, реактивы, растворители.

Результаты и обсуждение

Применив описанные выше подходы к характеристике СО фармацевтических субстанций, были выпущены СО утвержденного типа со следующими аттестованными характеристиками, приведенными в табл. 2.

Рассмотренные в табл. 2 СО применяются при изготовлении разных партий препаратов для проведения анализа и сравнения различных партий каждого препарата между собой. Такую же процедуру проводят в случае изменения технологического процесса или замены вспомогательных веществ, что возможно осуществить при наличии СО состава и свойств указанных препаратов.

Таблица 2. Аттестованные метрологические характеристики ГСО фармацевтических субстанций
Table 2. Certified metrological characteristics of active substance GSOs

Наименование аттестуемой характеристики	Интервал допускаемых аттестованных значений, %	Допускаемые значения относительной расширенной неопределенности, при $P = 0,95$ и $k = 2$, %
ГСО 11413–2019 Стандартные образцы состава натамицина		
Массовая доля натамицина	95,0–99,5	3
Массовая доля родственных соединений	0,1–5	3
Суммарная массовая доля неорганических примесей	0,1–5	3
Массовая доля калия (K) Массовая доля кальция (Ca) Массовая доля натрия (Na)	0,01–5	2
Суммарная массовая доля воды и органических растворителей	0,1–5	3

Окончание табл. 2
End of Table 2

Наименование аттестуемой характеристики	Интервал допускаемых аттестованных значений, %	Допускаемые значения относительной расширенной неопределенности, при $P = 0,95$ и $k = 2$, %
ГСО 11532–2020 Стандартные образцы состава оливомицина А		
Массовая доля оливомицина А	95,0–99,5	3
Массовая доля родственных соединений	0,1–5	3
Суммарная массовая доля неорганических примесей	0,1–5	3
Массовая доля хрома (Cr) Массовая доля кальция (Ca) Массовая доля железа (Fe)	0,01–5	2
Массовая доля ртути (Hg)	0,01–5	2
Суммарная массовая доля воды и органических растворителей	0,1–5	3
ГСО 11532–2020 Стандартные образцы массовой доли амфотерицина Б		
Массовая доля амфотерицина Б	95,0–99,5	3
ГСО 11732–2021 Стандартные образцы состава субстанции грамицидина С гидрохлорида (советского)		
Массовая доля грамицидина С гидрохлорида (советского)	95,0–99,5	6
Массовая доля родственных соединений	0,1–5	3
Суммарная массовая доля неорганических примесей	0,003–5	5
Массовая доля хрома (Cr)	0,001–2	3
Массовая доля кальция (Ca)	0,001–2	2
Массовая доля железа (Fe)	0,001–1	2
Суммарная массовая доля воды и органических растворителей	0,1–5	1

Заключение

В ходе проведенного исследования авторами представлен анализ основных факторов, влияющих на метрологическое обеспечение исследований СО фармацевтических субстанций противомикробных препаратов. Сформулированы основные подходы к методам характеристики СО антибиотиков. Разработанный подход опробован на примере создания стандартных образцов утвержденного типа противомикробных препаратов ГСО 11413-2019, ГСО 11532-2020, ГСО 11532-2020, ГСО 11732-2021.

Разработка отечественного производства СО состава фармацевтических субстанций противомикробных препаратов позволяет решать насущные вопросы

укреплению технологического суверенитета России, минимизации импортозависимости отраслей российской экономики, обеспечения достижения целевых показателей Стратегии научно-технологического развития РФ, приоритетов и перспектив научно-технологического развития Российской Федерации.

Такие ГСО обеспечат получение достоверных и метрологически прослеживаемых результатов измерений, получаемых с применением медицинских изделий, относящихся к средствам измерений.

Благодарности: Работа была выполнена при поддержке государственного контракта ОКР «Компонент»

от 16 июня 2017 г. № 120–93 и его составной части ОКР «Биоаналитика».

Авторы выражают благодарность д-ру техн. наук профессору Льву Константиновичу Исаеву, профессору Александру Юрьевичу Кузину за их поддержку и бесценные советы относительно рассматриваемой темы.

Авторы благодарят д-ра техн. наук Фёдора Владиленича Булыгина за постоянное живое участие в формировании научно-обоснованной позиции авторов.

Авторы выражают благодарность ведущему инженеру ФГБУ «ВНИИМС» Ольге Николаевне Мелковой, ведущему сотруднику ФГБНУ «НИИНА» канд. хим. наук Светлане Евгеньевне Соловьевой, без которых эта работа не могла бы быть выполнена.

Acknowledgments: The work was carried out with the support of the State Contract «Komponent» Research and Development work dated June 16, 2017 No. 120–93 and its integral part «Bioanalitiks» Research and Development work.

The authors express their gratitude to Professor L. K. Isaev and Dr. Sci. (Engineering) Professor A. Yu. Kuzin for their support and invaluable advice on the topic in question, to Dr. Sci. (Engineering) F. V. Bulygin for constant live participation in the formation of a scientifically grounded position of the authors, to Leading Researcher of the FSBI «VNIIMS» O. N. Melkova and Leading Researcher of the FSBSI «NIINA» Cand. Sci. (Chemistry) S. E. Solov'yova for the invaluable contribution to this work.

Вклад соавторов: Кулябина Е. В. – разработка замысла исследования, получение финансирования, разработка методологии, курирование исследования; Щекотихин А. Е. – руководство научно-исследовательской работой, предоставление материалов для

исследования; Тявляшова А. Н. – проведение исследовательских работ, курирование данных; Кулябина Т. В. – проверка и редакция текста статьи, валидация, контроль; Морозова В. В. – написание чернового варианта статьи, подготовка и создание визуальных материалов.

Author Contribution: Kulyabina E. V. – development of research concept, obtaining funding, development of methodology, supervision of research; Shchekotikhin A. E. – management of research work, provision of research materials; Tevyashova A. N. – conducting research work, curating data; Kulyabina T. V. – text verification and editing, validation, control; Morozova V. V. – draft writing, preparation and creation of visual materials.

Конфликт интересов: Автор заявляет 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 author 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. Актуальные вопросы стандартных образцов в сфере обращения биологических лекарственных средств / П. А. Волкова [и др.] // БИО препараты. Профилактика, диагностика, лечение. 2016. Т. 16, № 4. С. 229–236.
2. Современные подходы к разработке стандартных образцов для оценки качества фармацевтических субстанций / В. А. Меркулов [и др.] // Химико-фармацевтический журнал. 2015. Т. 49, № 11. С. 54–56. <https://doi.org/10.30906/0023-1134-2015-49-11-54-56>
3. Синтез, антиагрегантная и антикоагулянтная активность солей тиетансодержащих 2-[5-бром-2,4-дигидро-3-оксо-1,2,4-триазолил-4]уксусных кислот / К. Г. Гуревич [и др.] // Химико-фармацевтический журнал. 2021. Т. 55, № 5. С. 3–8. <https://doi.org/10.30906/0023-1134-2021-55-5-3-8>
4. Синтез и характеристика новых 2-ацил-3-трифторметилхиноксалин 1,4-диоксидов как потенциальных противомикробных агентов / Г. И. Буравченко [и др.]. // Фармацевтика. 2022. Т. 15, № 2. С. 155. <https://doi.org/10.3390/ph15020155>
5. Омельчук О. А., Тявляшова А. Н., Щекотихин А. Е. Успехи в разработке противогрибковых препаратов на основе полиеновых макролидных антибиотиков // Успехи химии. 2018. Т. 87, № 12. С. 1206–1225. <https://doi.org/10.1070/RCR4841>
6. Соловьева С. Е., Олсуфьева Е. Н., Преображенская М. Н. Химическое модифицирование противогрибковых макролидных полиеновых антибиотиков // Успехи химии. 2011. Т. 80, № 2. С. 103–126. <https://doi.org/10.1070/RC2011v080n02ABEN004145>
7. Гохберг Л. М., Гребенюк А. Ю. Топ-20 фронтиров мировой науки сегодня // Высшая школа экономики. 2022. URL: <https://issek.hse.ru/news/562631350.html?ysclid=16by0ug657857283217> (дата обращения: 10.08.2022).

8. Щекотихин А. Е., Олсуфьева Е. Н., Янковская В. С. Антибиотики и родственные соединения. М.: Лаборатория знаний, 2022. 511 с.
9. Новые лазерные методы определения подлинности и контроля качества лекарственных средств / В. В. Гончарук [и др.] // Вестник РУДН, сер. Медицина. 2006. № 2 (34). С. 90–95.
10. Методика идентификации материала стандартного образца состава азитромицина с использованием спектральных методов / В. И. Гегечкори [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2021. Т. 17, № 3. С. 21–34. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-3-21-34>

REFERENCE

1. Volkova R. A., Fadeikina O. V., Klimov V. I., Sakanyan E. I., Olefir Yu. V., Merkulov V. A. et al. Topical issues related to reference standards in the sphere of circulation of biological products. *BIOpreparations. Prevention, Diagnosis, Treatment*. 2016;16(4):229–236. (In Russ.).
2. Merkulov V. A., Sakanyan E. I., Klimov V. I., Shemeryankina T. B., Yashkir V. A., Barmin A. V. Modern approaches to development of reference substances for evaluation of the quality of pharmaceuticals. *Pharmaceutical Chemistry Journal*. 2015;49(11):54–56. (In Russ.). <https://doi.org/10.30906/0023-1134-2015-49-11-54-56>
3. Gurevich K. G., Urakov A. L., Rozit G. A., Klen E.H., Samorodov A. V., Khaliullin F. A. Synthesis and antiplatelet and anticoagulant activity of thietane-containing 2-(5-bromo-2,4-dihydro-3-oxo-1,2,4-triazolyl-4) acetate salts. *Pharmaceutical Chemistry Journal*. 2021;55(5):3–8. <https://doi.org/10.30906/0023-1134-2021-55-5-3-8>
4. Buravchenko G. I., Maslov D. A., Alam Md. S., Grammatikova N. E., Frolova S. G., Vatlin A. A. Synthesis and characterization of novel 2-acyl-3-trifluoromethylquinoxaline 1,4-dioxides as potential antimicrobial agents. *Pharmaceuticals*. 2022;15(2):155. <https://doi.org/10.3390/ph15020155>
5. Omelchuk O. A., Tevyashova A. N., Shchekotikhin A. E. Recent advances in antifungal drug discovery based on polyene macrolide antibiotics. *Russian Chemical Reviews*. 2018;87(12):1206. <https://doi.org/10.1070/RCR4841>
6. Solovieva S. E., Olsufyeva E. N., Preobrazhenskaya M. N. Chemical modification of antifungal polyene macrolide antibiotics. *Russian Chemical Reviews*. 2011;80(2):103–126. <https://doi.org/10.1070/RC2011v080n02ABEH004145>
7. Gokhberg L. M., Grebenyuk A. Yu. Top 20 frontiers of world science. In: *Higher School of Economics*. Available via. 2022. (In Russ.). <https://issek.hse.ru/news/562631350.html?ysclid=l6by0ug657857283217> [Accessed: 10 August 2022].
8. Shchekotikhin A. E., Olsuf'eva E. N., Iankovskaya V. S. Antibiotics and related compounds. Moscow: Laboratoriia znanii; 2022. 511 p. (In Russ.).
9. Goncharuk V. V., Syroeshkin A. V., Smirnov A. N., Lesnikov E. V., Popov P. I., Uspenskaya E. V. et al. New laser methods for determining the authenticity and quality control of medicines. *RUDN Journal of Medicine*. 2006;2(34):90–95. (In Russ.). <https://cyberleninka.ru/article/n/novye-lazernye-metody-opredeleniya-podlinnosti-i-kontrolya-kachestva-lekarstvennyh-sredstv?ysclid=l6c50cnw2o335279373>
10. Gegechkori V. I., Shulga N. A., Shchepochkina O. I., Gorokhovets N. V., Levko A. A., Chadova N. N. et al. Procedure of matter identification of reference material for composition of azithromycin with use of spectral method. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2021;17(3):21–34. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-3-21-34>

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

JCGM 200:2012. International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM) 3rd ed. Available via BIPM. URL: https://www.bipm.org/documents/20126/2071204/JCGM_200_2012.pdf/f0e1ad45-d337-bbeb-53a6-15fe649d0ff1 (дата обращения: 10.08.2022).

Государственная фармакопея Российской Федерации XIV // Федеральная электронная медицинская библиотека Министерства здравоохранения Российской Федерации [сайт]. URL: <https://minzdrav.gov.ru/poleznye-resursy/xiv-izdanie-gosudarstvennoy-farmakopei-rossiyskoj-federatsii> (дата обращения: 10.08.2022).

ГЭТ 196-2015 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 ФГБУ «ВНИИОФИ» // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397882> (дата обращения: 10.08.2022).

О внесении изменений в постановление Правительства Российской Федерации от 18 февраля 2022 г. № 208: постановление Правительства Российской Федерации от 14 апреля 2022 г. № 653 // Информационно-правовой портал ГАРАНТ.РУ [сайт]. URL: <https://www.garant.ru/products/ipo/prime/doc/404384746/> (дата обращения: 10.08.2022).

Об обеспечении единства измерений: Федер. закон Рос. Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 11 июня 2008 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 18 июня 2008 г. (в ред. от 11.06.2021 № 170-ФЗ) // КонсультантПлюс [сайт]. URL: https://www.consultant.ru/document/cons_doc_LAW_77904/ (дата обращения: 10.08.2022).

О Стратегии научно-технологического развития Российской Федерации: указ Президента Российской Федерации от 1 декабря 2016 г. № 642 // Сайт Президента России [сайт]. URL: <http://kremlin.ru/acts/bank/41449> (дата обращения: 10.08.2022).

Об утверждении перечня жизненно необходимых и важнейших лекарственных препаратов, а также перечней лекарственных препаратов для медицинского применения и минимального ассортимента лекарственных препаратов, необходимых для оказания медицинской помощи: распоряжение Правительства Российской Федерации от 12 октября 2019 № 2406-р (в ред. от 24.12.2022) // КонсультантПлюс [сайт]. URL: https://www.consultant.ru/document/cons_doc_LAW_335635/a80818c7d9593b31dbd0d3418aec02298bd57d6d/ (дата обращения: 10.08.2022).

ОФС.1.1.0007.18 Стандартный образцы / Государственная фармакопея Российской Федерации XIV 4 // Федеральная электронная медицинская библиотека Министерства здравоохранения Российской Федерации [сайт]. URL: <https://minzdrav.gov.ru/poleznye-resursy/xiv-izdanie-gosudarstvennoy-farmakopei-rossiyskoy-federatsii> (дата обращения: 10.08.2022).

ОФС 1.1.0006.15 Фармацевтические субстанции / Государственная фармакопея Российской Федерации XIV 4 // Федеральная электронная медицинская библиотека Министерства здравоохранения Российской Федерации [сайт]. URL: <https://minzdrav.gov.ru/poleznye-resursy/xiv-izdanie-gosudarstvennoy-farmakopei-rossiyskoy-federatsii> (дата обращения: 10.08.2022).

ОФС.1.2.1.005.15 Растворимость / Государственная фармакопея Российской Федерации XIV 4 // Федеральная электронная медицинская библиотека Министерства здравоохранения Российской Федерации [сайт]. URL: <https://minzdrav.gov.ru/poleznye-resursy/xiv-izdanie-gosudarstvennoy-farmakopei-rossiyskoy-federatsii> (дата обращения: 10.08.2022).

ОФС.1.2.1.1.0003.15 Спектрофотометрия в УФ и видимой областях / Государственная фармакопея Российской Федерации XIV 4 // Федеральная электронная медицинская библиотека Министерства здравоохранения Российской Федерации [сайт]. URL: <https://pharmacopoeia.ru/ofs-1-2-1-1-0003-15-spektrofotometriya-v-uf-i-vidimoy-oblastyah/> (дата обращения: 10.08.2022).

ОФС.1.2.1.2.0005.15 Высокоэффективная жидкостная хроматография / Государственная фармакопея Российской Федерации XIV 4 // Федеральная электронная медицинская библиотека Министерства здравоохранения Российской Федерации [сайт]. URL: <https://pharmacopoeia.ru/ofs-1-2-1-2-0005-15-vysokoeffektivnaya-zhidkostnaya-hromatografiya/> (дата обращения: 10.08.2022).

ОФС.1.2.1.2.0004.15 Газовая хроматография / Государственная фармакопея Российской Федерации XIV 4 // Федеральная электронная медицинская библиотека Министерства здравоохранения Российской Федерации [сайт]. URL: <https://pharmacopoeia.ru/ofs-1-2-1-2-0004-15-gazovaya-hromatografiya/> (дата обращения: 10.08.2022).

ОФС.1.2.2.2.0014.15 Сульфатная зола / Государственная фармакопея Российской Федерации XIV 4 // Федеральная электронная медицинская библиотека Министерства здравоохранения Российской Федерации [сайт]. URL: <https://pharmacopoeia.ru/ofs-1-2-2-2-0014-15-sulfatnaya-zola/> (дата обращения: 10.08.2022).

ОФС.1.2.1.1.0004.15 Атомно-эмиссионная спектрофотометрия / Государственная фармакопея Российской Федерации XIV 4 // Федеральная электронная медицинская библиотека Министерства здравоохранения Российской Федерации [сайт]. URL: <https://pharmacopoeia.ru/ofs-1-2-1-1-0004-15-atomno-emissionnaya-spektrofotometriya/> (дата обращения: 10.08.2022).

ОФС.1.2.1.1.0005.18 Атомно-абсорбционная спектрометрия // Е-Досье [сайт]. URL: <https://e-ecolog.ru/docs/DpD9SKSnYdLA5wcXyHjA> (дата обращения: 10.08.2022).

ОФС.1.2.1.0010.15 Потеря в массе при высушивании / Государственная фармакопея Российской Федерации XIV 4 // Федеральная электронная медицинская библиотека Министерства здравоохранения Российской Федерации [сайт]. URL: <https://pharmacopoeia.ru/ofs-1-2-1-0010-15-poterya-v-masse-pri-vysushivanii/> (дата обращения: 10.08.2022).

СИ 15495–02 pH-метры Metrohm Ltd., Швейцария // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/313568> (дата обращения: 10.08.2022).

СИ 36152–07 Дозаторы автоматические и механические одноканальные BIONIT OYJ, Финляндия // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/345455> (дата обращения: 10.08.2022).

СИ 47938–17 Хроматографы жидкостные высокоэффективные ООО ИХ «ЭкоНова», г. Новосибирск // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/359326> (дата обращения: 10.08.2022).

СИ 54391–13 Весы неавтоматического действия Sartorius Weighing Technology GmbH, Германия // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/366830> (дата обращения: 10.08.2022).

СИ 66036–16 Фурье-спектрометры инфракрасные Thermo Fisher Scientific, США // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/379856> (дата обращения: 10.08.2022).

СИ 67389–17 Спектрофотометры JASCO International Co., Ltd, Япония // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/381335> (дата обращения: 10.08.2022).

Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений Российской Федерации [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry>

ФР.Р1.31.2019.00005 Референтная методика измерений состава (чистоты) исходных фармацевтических субстанций: Амфотерицин Б, Оливомоцин А, Натамицин = Reference method for measuring the composition (purity) of the original pharmaceutical substances: Amphotericin B, Olivomycin A, Natamycin // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/8/items/834985>. (дата обращения: 10.08.2022).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Кулябина Елена Валериевна – канд. техн. наук, начальник лаборатории метрологического обеспечения биологических и информационных технологий ФГУП «ВНИИМС»

Россия, 119361, г. Москва, ул. Озерная, 46
e-mail: kuliabina@vniims.ru
<http://orcid.org/0000-0002-6076-4569>
Researcher ID: C-5857-2019

Щекотихин Андрей Егорович – д-р хим. наук, профессор РАН, зав. лабораторией химической трансформации антибиотиков, директор Научно-исследовательского института по изысканию новых антибиотиков имени Г. Ф. Гаузе 119021, Россия, Москва, ул. Большая Пироговская, 11
<https://orcid.org/0000-0002-0286-0958>

Тевяшова Анна Николаевна – д-р техн. наук, ведущий научный сотрудник Научно-исследовательского института по изысканию новых антибиотиков имени Г. Ф. Гаузе 119021, Россия, Москва, ул. Большая Пироговская, 11
<https://orcid.org/0000-0003-1091-1011>

Кулябина Татьяна Валериевна – канд. физ.-мат. наук, ведущий научный сотрудник ФГБУ «ВНИИМС»

Россия, 119361, г. Москва, ул. Озерная, 46
e-mail: t.kulyabina@vniims.ru
<https://orcid.org/0000-0003-3923-5571>

Морозова Валерия Витальевна – лаборант ФГБУ «ВНИИМС», студент California State University, Fresno

Россия, 119361, г. Москва, ул. Озерная, 46
USA, 5241 N. Maple Ave. Fresno, CA 93740
e-mail: lerapuri@gmail.com
<http://orcid.org/0000-0003-1251-5872>
Researcher ID: HJY-3009-2023

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Elena V. Kulyabina – Cand. Sci. (Eng.), Head of the Laboratory for Metrological Assurance of Biological and Information Technologies, All-Russian Scientific Research Institute for Metrological Service
46 Ozernaya str., Moscow, 119361, Russia
e-mail: kuliabina@vniims.ru
<http://orcid.org/0000-0002-6076-4569>
Researcher ID: C-5857-2019

Andrey E. Shchekotikhin – Professor of the Russian Academy of Sciences, Dr. Sci. (Chem.), Director, G. F. Gause Institute of New Antibiotics

11 Bolshaya Pirogovskaya str., Moscow, 119021, Russia
<https://orcid.org/0000-0002-0286-0958>

Anna N. Tevyashova – Professor of the Russian Academy of Sciences, Dr. Sci. (Chem.), Principal Investigator, G. F. Gause Institute of New Antibiotics
11 Bolshaya Pirogovskaya str., Moscow, 119021, Russia
<https://orcid.org/0000-0003-1091-1011>

Tatiana V. Kulyabina – Cand. Sci. (Phys.-Math. Sci.), Leading Researcher, All-Russian Scientific Research Institute for Metrological Service
46 Ozernaya str., Moscow, 119361, Russia
e-mail: t.kulyabina@vniims.ru
<https://orcid.org/0000-0003-3923-5571>

Valeria V. Morozova – Laboratory Assistant, All-Russian Scientific Research Institute for Metrological Service; student at California State University, Fresno
46 Ozernaya str., Moscow, 119361, Russia
USA, 5241 N. Maple Ave. Fresno, CA 93740
e-mail: lerapuri@gmail.com
<http://orcid.org/0000-0003-1251-5872>
Researcher ID: HJY-3009-2023

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Научная статья

УДК 006.91:620.11:615.331

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-27-34>



Вириноподобные частицы: свойства и характеристики стандартных образцов

Е. В. Кулябина¹  , Т. В. Кулябина¹ , Т. В. Гребенникова² ,
В. В. Морозова^{1,3} , В. Ю. Морозов⁴

¹ФГБУ «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы», г. Москва, Россия
 kuliabina@vniims.ru

²ФГБУ «Федеральный научно-исследовательский центр эпидемиологии и микробиологии
им. Н. Ф. Гамалеи» Минздрава России, г. Москва, Россия

³Fresno State University, USA, California, Fresno

⁴АО «Волга», г. Балахна, Нижегородская область, Россия

Аннотация: Вириноподобные частицы давно вызывают интерес молекулярных биологов и метрологов, так как являются, с одной стороны, биологической, а с другой – упорядоченной структурой, как правило, имеющей не свойственную живым организмам, а свойственную вирусам форму в виде икосаэдра, спирали, куба, цилиндра. Несмотря на напоминающую вирус структуру, вириноподобная частица не содержит ДНК или РНК вируса, тем самым не может служить источником заражения. Стандартизация свойств таких частиц, методов их создания и контроля характеристик является важной задачей развития биотехнологий и молекулярной биологии.

Целью настоящего исследования является обоснование требований, методов и средств прослеживаемости результатов исследований стандартных образцов (СО) вириноподобных частиц.

В ходе исследования рассмотрены такие методы подтверждения биологических и физико-химических свойств СО вириноподобных частиц, как баланс масс; высокоэффективная жидкостная хроматография с масс-спектрометрическим детектированием (ВЭЖХ–МС); газовая хроматография с масс-спектрометрическим детектированием (ГХ–МС); кулонометрическое титрование по Карлу Фишеру; ионная хроматография; масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой; аминокислотный анализ с изотопным разбавлением.

В результате аналитического обзора установлены основные требования, которым должны удовлетворять характеристики СО вириноподобных частиц: присутствие молекулярных паттернов, общих для многих *патогенных биологических агентов* (ПБА), но отсутствующих у организма; обладание составом, прослеживаемым к единицам Международной системы единиц (СИ); отсутствие собственного генетического материала, а в случае доставки с их помощью вакцин – наличие только инактивированных гомогенных штаммов.

Практическая значимость создания СО на основе вириноподобных частиц позволит улучшить системы метрологического обеспечения для диагностических и терапевтических применений, а также для производства вакцин.

Ключевые слова: вириноподобные частицы, стандартные образцы, требования к характеристикам, вакцины

Ссылка при цитировании: Вириноподобные частицы: свойства и характеристики стандартных образцов / Е. В. Кулябина [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 4. С. 27–34. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-27-34>

Статья поступила в редакцию 22.02.2023; одобрена после рецензирования 05.04.2023; принята к публикации 25.05.2023.

REFERENCE MATERIALS

Research Article

Virus-like Particles: Properties and Characteristics of Reference Materials

Elena V. Kulyabina¹  , Tatiana V. Kulyabina¹ , Tatyana V. Grebennikova² ,
Valeria V. Morozova^{1,3} , Vitaly Yu. Morozov⁴

¹All-Russian Scientific Research Institute for Metrological Service, Moscow, Russia
 kuliabina@vniims.ru

²National Research Center for Epidemiology and Microbiology named after Honorary Academician N. F. Gamaleya of the Ministry of Health of the Russian Federation, Moscow, Russia

³California State University, Fresno, California, USA

⁴JSC Volga, Balakhna, Nizhny Novgorod region, Russia

Abstract: Virus-like particles (VLPs) have long attracted the attention of biologists and metrologists due to their dual nature. Despite their similarity to viruses, VLPs lack a virus DNA or RNA, thereby posing no threat of infection. The development of methods for the creation and standardization of VLPs, as well as for monitoring their characteristics, represents an important problem in the field of biotechnology and molecular biology. In this work, we aim to substantiate the requirements, methods, and instruments used to ensure the traceability of VLP-based certified reference materials (CRMs). The following methods for characterization of biological and physicochemical properties of such CRMs were considered: mass balance; high-performance liquid chromatography-mass spectrometry (HPLC–MS); gas chromatography-mass spectrometry (GC–MS); Karl Fischer coulometric titration; ion chromatography; inductively coupled plasma mass spectrometry; and isotope dilution. It was established that VLP-based CRMs should meet the following requirements: the presence of molecular patterns common to many pathogenic biological agents (PBAs) but absent in the organism; traceability to SI units (Système international d'unités, SI); the absence of own genetic material; the presence only of inactivated homogenous strains when used for vaccine delivery. VLP-based CRMs facilitate metrological support in the field of medicine and vaccine production.

Keywords: virus-like particles, VLPs, reference materials, requirements to reference materials, vaccines

For citation: Kulyabina E. V., Kulyabina T. V., Grebennikova T. V., Morozova V. V., Morozov V. Yu. Virus-like particles: properties and characteristics of reference materials. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(4):27–34. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-27-34>

The article was submitted 22.02.2023; approved after reviewing 05.04.2023; accepted for publication 25.05.2023.

Введение

Вириноподобные частицы представляют собой востребованный объект для производства и применения вакцин. Следовательно, исследование свойств и характеристик вириноподобных частиц является крайне перспективным и значимым.

Вириноподобные, или вирусоподобные, частицы (ВПЧ, или VLP – virus-like particles) представляют собой частицы, которые выглядят как вирусы и могут, если их создать определенным образом, проникать в целевые (запланированные для проникновения), самые разные клетки организма, практически таким же образом,

как это делают вирусы. Огромным уникальным достоинством вириноподобных частиц является отсутствие в них самих их собственного генетического материала, то есть они не содержат ни ДНК, ни РНК. Таким образом они не могут ничем заразить организм, но могут целенаправленно доставить лекарственное средство именно в те клетки, в которые необходимо.

При выяснении роли ВПЧ необходимо подчеркнуть их широкое применение для доставки лекарств или вакцин не только в клетки организма человека [1], но и животных [2], и растений [3]. Вирусоподобные частицы могут являться не только «транспортом» для вакцины или

лекарственного средства, но также играть антибактериальную роль [4] в случае, если их конструируют соответствующим образом. Они действуют как предварительно концентрированные противомикробные агенты, которые вызывают быстрые и локальные реакции, разрушают мембрану клетки путем создания новых, не присущих клетке, отдельных пор в точных местах посадки на мембрану. Такой подход делает возможным создание вирусоподобных каркасов с биологически регулируемыми свойствами.

Доставка вакцин является важной сущностью ВПЧ [5, 6]. Так происходит потому, что присущие им свойства, например, мультимерные антигены размером с вирус, высокоорганизованная и повторяющаяся структура, отсутствие инфекционности, делают их подходящими для возбуждения безопасных и эффективных гуморальных и клеточных иммунных ответов. Вакцины на основе ВПЧ уже лицензированы для лечения вируса гепатита Б и папилломы человека, а также для использования в ветеринарии [2], например, для профилактики цирковирусной инфекции у свиней. Следовательно, структурная характеристика ВПЧ является важным требованием для возбуждения иммунного ответа организма.

Таким образом, стандартизация свойств вирионподобных частиц, методов их создания и контроля характеристик является важной задачей развития биотехнологий и молекулярной биологии. Важнейшим инструментом обеспечения сопоставимости и достоверности результатов измерений в лабораторной медицине является метрологическая прослеживаемость. При этом основным средством обеспечения прослеживаемости являются стандартные образцы (СО), так как они позволяют определить воспроизводимость и прослеживаемость систем доставки в корреляции с их физико-химическими и биологическими свойствами.

Целью данного исследования является обоснование требований, теории и практики применения в российской метрологии методов и средств обеспечения прослеживаемости результатов исследований стандартных образцов вирионподобных частиц.

Аналитический обзор

Вирионподобные частицы не содержат РНК или ДНК патогенного инфекционного агента, являются неинфекционными и представляют собой структурно нативные, иммунологически релевантные вирусные антигены или белки, входящие в состав вируса, которые распознаются иммунной системой. ВПЧ морфологически напоминают свои аналоги живых вирусов и легко распознаются и процессируются антигенпрезентирующими

клетками иммунной системы, то есть благодаря средству с живыми вирусами введение в организм ВПЧ запускает иммунный ответ организма.

ВПЧ являются хорошими кандидатами в вакцины, потому что вызывают защитный иммунный ответ. Иммунная система человека прошла долгий эволюционный путь и научилась распознавать неинфекционное «я» и «инфекционное не-я». Организм научился вызывать сильный иммунный ответ на микробные инфекции, но, как правило, не реагирует на собственные молекулы. Наша иммунная система состоит из врожденной (неспецифической) и адаптивной (специфической) ветвей [7, 8]. Врожденная иммунная система представляет собой первую линию защиты хозяина от микробных инфекций. После того, как патоген преодолевает физические барьеры хозяина, такие как слизистые оболочки носа, рта, глаз или кожу, иммунная система инициирует врожденный иммунный ответ в течение нескольких минут. Клетки врожденной иммунной системы, могут распознавать общие характеристики патогенного биологического агента (ПБА) и запускать реакцию. Связанные с ПБА структура, размеры, форма (например, икосаэдр), состав внешней оболочки клетки и так называемые молекулярные паттерны – это молекулы или свойства (паттерны), общие для многих ПБА, – обычно отсутствуют у человека, а наоборот присутствуют у клеток вирусной инфекции. Молекулярные паттерны, упорядоченная структура молекулы патогена, форма поверхности могут распознаваться рецепторами распознавания образов, которые находятся в наших клетках, что в свою очередь приводит к повышенной иммуногенности. То есть, запускаются механизмы врожденного иммунного восприятия, что в свою очередь стимулирует создание антигена.

Стандартизация свойств вирионподобных частиц и методов их определения представляет настоящий вызов для метрологов [1]. В тоже время нельзя не признать необходимость создания средств и методов метрологического обеспечения характеристик ВПЧ.

Вирусоподобные системы доставки генов представляют собой быстро развивающуюся область геномной терапии. Однако отсутствие аттестованных методик измерений и стандартных образцов утвержденных типов, применяемых в качестве систем доставки необходимого материала в клетки, делает необходимой разработку соответствующих стандартных образцов и методов для сравнительного анализа характеристик как синтетических, так и полученных из вирусов систем доставки генов. Видится актуальной задача согласовать подходы к их характеристике и программам испытаний.

Как показывает проведенный анализ выполненных в этой области работ, стандартизация вирионоподобных частиц уже проводится в мировом сообществе, существуют СО, прослеживаемые к СИ, так как они позволяют определить воспроизводимость и прослеживаемость систем доставки в корреляции с их физико-химическими и биологическими свойствами.

Так, например, уже существует СО (RM), основанный на нуклеиновых кислотах высокой чистоты [9]. Он хорошо охарактеризован, обеспечивает эффективное средство для оценки точности анализов методом секвенирования нового поколения (NGS), может способствовать количественному определению общего содержания нуклеиновых кислот. Однако он не гомогенен, а его составляющие не полностью охарактеризованы, что может привести к вариациям в результатах измерений.

В своей работе A. Briones [10] описывает разработку СО вирионоподобных частиц с установленной прослеживаемостью до Международной системы единиц (SI). Где в качестве материала СО и его основным компонентом является пептид СЗ-трискелион, сконструированный в форму икосаэдра. При этом установлено, что белки и пептиды, из которых состоит вирионоподобная частица, через соответствующие референтные материалы прослеживаются к Международной системе единиц.

Таким образом, учитывая опыт разработки СО [9,10], можно предположить, что для получения высокоточных охарактеризованных ВПЧ необходимо создавать подходящие коммутативные СО утвержденных типов.

Требования к характеристикам СО вирионоподобных частиц

В результате проведенного аналитического обзора было установлено, что основными требованиями, которым должны удовлетворять характеристики СО вирионоподобных частиц, являются следующие:

- материал СО должен иметь родство к живым вирусам;
- иметь форму поверхности в виде спирали, цилиндра, икосаэдра, то есть такую, которая будет легко распознаваться иммунной системой организма как «чужая», не присущая организму;
- обладать повторяющейся структурой;
- иметь размеры вирусов;
- иметь молекулярные паттерны, общие для многих ПБА, но отсутствующие у организма человека, животного, растения;
- состав материала должен быть прослеживаемым к единицам SI;

– материал СО может выполнять антибактериальную роль, если будет представлять собой вирусоподобные каркасы с биологически регулируемыми свойствами;

– материал СО не должен содержать собственно генетического материала, то есть не должен содержать ни ДНК, ни РНК патогенных биологических агентов. В случае доставки с их помощью вакцин может содержать только инактивированные штаммы;

– материал СО должен быть гомогенным.

Материал для оболочки СО должен содержать известную, измеренную с указанной неопределенностью, массовую долю основного компонента. В соответствии с нормативными директивами для передовых терапевтических лекарственных средств (например, 2009/120/ЕС [11]), таких как продукты генной терапии, эталонный материал должен быть уместным и специфичным для продуктов и веществ, которые он использует для сравнения, а его физико-химические свойства должны быть охарактеризованы и задокументированы [10]. В качестве требований к материалу можно предъявить его доступность, он должен быть понятным и предсказуемым образом собираться в вирионоподобную частицу, переносить содержимое капсулы в клетки организма. Так, например, трискелион синтетически доступен, предсказуемо собирается в ВПЧ, которые инкапсулируют и переносят гены в клетки человека и лишены побочных эффектов, типичных для вируса [10].

Материалы и методы

Говоря о возможности создания СО вирионоподобных частиц, предлагаем следующие методы и средства определения аттестованных характеристик (в том числе качественных свойств), указанных СО.

Определение чистоты материала стандартного образца

Метод баланса массы

Как и для любого СО биологической природы, прежде всего необходимо подтвердить чистоту белков и/или пептидов, применяемых в качестве материала для оболочки вирионоподобной частицы. Для этого осуществляют их сравнение с соответствующими СО белков/пептидов с установленной прослеживаемостью к Международной системе единиц.

Подходящим методом является метод, основанный на балансе массы. В данном случае мы понимаем чистоту как массовую долю основного компонента за вычетом массовых долей всех примесей в материале из 100 % согласно РМГ 55–2003 по формуле (1):

$$w_{OK} = 100\% - w_{pc} - w_{pacm} - w_{cz}, \quad (1)$$

где w_{OK} – массовая доля основного компонента в аттестуемом образце, %;

w_{pc} – массовая доля родственных соединений, %;

$w_{расм}$ – массовая доля воды и органических растворителей, %;

$w_{сз}$ – массовая доля неорганических примесей, %.

Массовые доли родственных соединений определяются методом ВЭЖХ–МС, например, с применением масс-спектрометра X500R QTOF фирмы AB Sciex Pte. Ltd., Сингапур.

Можно определить совместно массовую долю воды и органических растворителей методом определения потери в массе при высушивании, можно использовать общую фармакопейную статью ОФС.1.2.1.0010.15.

В тоже время можно определять массовую долю воды и органических растворителей двумя отдельными методами.

Массовую долю воды определяют методом кулонометрического титрования Карла Фишера, например, с применением титратора автоматического по методу Карла Фишера CA-31, KF-31 и CA-310 фирмы Nittoseiko Analytech Co. Ltd., Япония.

Массовую долю остаточных органических растворителей можно определить методом масс-спектрометрии путем введения пробы через газовый хроматограф – ГХ–МС, например, с применением хромато-масс-спектрометра газового Hexin GCMS1000 фирмы Guangzhou Hexin Instrument Co., Ltd, Китай.

Массовую долю неорганических примесей можно определить методом ионной хроматографии с применением, например, ионного хроматографа Dionex ICS-6000 компании Thermo Fisher Scientific Inc., США, или с применением, например, масс-спектрометра с индуктивно-связанной плазмой NexION2000 фирмы PerkinElmer, Inc., США. Также иногда используют метод определения сульфатной золы, когда проводят нагревание материала, помещенного в тигель, на электрической плитке с закрытым нагревательным элементом и терморегулятором до обугливания. После охлаждения смачивают остаток концентрированной серной кислотой и осторожно нагревают до удаления паров серной кислоты. Затем тигель помещают в муфельную печь и прокаливают при температуре 600 °С до тех пор, пока остаток полностью не превратится в пепел. Процентное содержание остатка и будет равно суммарной массовой доле неорганических примесей.

Аминокислотный анализ с изотопным разбавлением

Аминокислотный анализ позволяет определить чистоту материала через измерения массовых долей аминокислотных остатков, являющихся составными

аминокислотами материала стандартного образца. Необходимо выбирать в качестве основы для сравнения уже существующие стандартные образцы аминокислот с доказанной метрологической прослеживаемостью к системе SI. Наличие указанных стандартных образцов позволит провести точную и прослеживаемую количественную оценку материала.

Применение двух ортогональных методов анализа характеристик стандартного образца позволит дать максимально точные значения его характеристик, прослеживаемых до SI.

Результаты и обсуждение

В результате проведенного исследования можно сделать следующие выводы.

Вириноподобные частицы составляют основной тип материалов для адресной доставки лекарств. Они удовлетворяют потребность в нетоксичной и биологически дифференцированной активности и обеспечивают эффективные решения для структурной однородности, имитируя оболочку и архитектуру вирусных капсидов.

Вириноподобные частицы являются перспективными кандидатами для разработки вакцин благодаря их нативным свойствам:

- их размеры совпадают с размерами вирусов,
- они имеют высокоорганизованную и повторяющуюся структуру,
- не обладают инфекционной активностью.

Данные свойства обеспечивают безопасность ВПЧ и прогнозируемый клеточный иммунный ответ.

Важнейшую роль в стандартизации вириноподобных частиц играют прослеживаемые к SI стандартные образцы, так как они позволяют определить воспроизводимость и прослеживаемость систем доставки в корреляции с их физико-химическими и биологическими свойствами.

Так как мономеры упаковываются вокруг поверхности капсида ВПЧ, образуя правильную наноразмерную сетку, то количественная оценка ВПЧ сводится к количественной оценке его мономера.

Белки и пептиды, имеющие терапевтическую или диагностическую ценность, необходимо сравнивать с соответствующими стандартными образцами полипептидных материалов с установленной прослеживаемостью к Международной системе единиц. Таким образом обеспечивается прослеживаемость стандартных образцов к SI.

Первым и необходимым шагом в разработке таких материалов является проверка их чистоты с установленной прослеживаемостью к системе единиц SI.

Заключение

Приведенный выше подход к определению характеристик стандартных образцов вириноподобных частиц позволяет надеяться на будущие их разработки и гармонизацию подходов к их характеристике и содержанию испытаний.

Создание СО вириноподобных частиц на основе белков позволят обеспечить метрологическую прослеживаемость результатов измерений их характеристик, калибровку средств измерений, применяемых в биоанализе [12], обеспечить условия для создания вакцин без побочных эффектов. Исследование вириноподобных частиц и создание на их основе СО позволит обеспечить улучшение системы метрологического обеспечения лабораторной медицины [13].

Благодарности: Авторы выражают благодарность д-ру техн. наук, профессору Льву Константиновичу Исаеву за его бесценные советы относительно рассматриваемой темы; д-ру техн. наук Федору Владиленовичу Булыгину за активное участие в формировании научно-обоснованной позиции авторов; ведущему инженеру ФГБУ «ВНИИМС» Ольге Николаевне Мелковой.

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

Acknowledgements: The authors express their gratitude to Prof. Lev Konstantinovich Isaev for his invaluable recommendations on the topic under consideration; to Fyodor Vladilenovich Bulygin for fruitful discussions; to Olga Nikolaevna Melkova, VNIIMS Lead Engineer.

This study did not receive financial support in the form of a grant from any organization of the state, commercial, or non-profit sector.

Вклад соавторов: Кулябина Е. В. – руководство научно-исследовательской работой, разработка методологии; Кулябина Т. В. – проверка и редакция текста статьи, валидация, контроль; Гребенникова Т. В. – разработка замысла исследования, предоставление материалов для исследования; Морозова В. В. – написание чернового варианта статьи, проведение исследовательских работ; Морозов В. Ю. – осуществление формального анализа, курирование данных.

Author Contribution: Kulyabina E. V. – research supervision, methodology development; Kulyabina T. V. – editing the article text, validation, control; Grebennikova T. V. – research concept development, material collection; Morozova V. V. – article draft preparation, carrying out the research; Morozov V. Yu. – formal analysis, research data supervision.

Конфликт интересов: Автор заявляет 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 author 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. DNA origami inside-out viruses / J. R. Burns [et al.] // ACS Synthetic Biology. 2018. Vol. 7, № 3. P. 767–773. <https://doi.org/10.1021/acssynbio.7b00278>
2. *Bárcena J., Blanco E.* Design of novel vaccines based on virus-like particles or chimeric virions. In: Mateu M. (eds.). Structure and Physics of Viruses // Subcellular Biochemistry. 2013. Vol. 68. P. 631–665. https://doi.org/10.1007/978-94-007-6552-8_21
3. Citrus sudden death-associated virus as a new expression vector for rapid in planta production of heterologous proteins, chimeric virions, and virus-like particles / E. E. Matsumura [et al.] // Biotechnology Reports. 2022. Vol. 35. P. e00739. <https://doi.org/10.1016/j.btre.2022.e00739>
4. Structurally plastic peptide capsules for synthetic antimicrobial viruses / V. Castelletto [et al.] // Chemical Science. 2016. Vol. 7. P. 1707–1711. <https://doi.org/10.1039/c5sc03260a>
5. *Syomin B. V., Ilyin Y. V.* Virus-like particles as an instrument of vaccine production // Molekulyarnaya Biologiya. 2019. Vol. 53, № 3. P. 367–379. <https://doi.org/10.1134/S0026898419030157>
6. Reovirus virion-like particles obtained by recoating infectious subvirion particles with baculovirus-expressed sigma3 protein: an approach for analyzing sigma3 functions during virus entry / J. Jané-Valbuena [et al.] // Journal of Virology. 1999. Vol. 73, № 4. P. 2963–2973. <https://doi.org/10.1128/JVI.73.4.2963-2973.1999>

7. Zepp F. Principles of vaccine design-lessons from nature. *Vaccine*. 2010. Vol. 28, Suppl 3. P. 14–24. <https://doi.org/10.1016/j.vaccine.2010.07.020>
8. Virus offence meets host defense / S. J. Flint [et al.] // Principles of virology: molecular biology, pathogenesis, and control of animal viruses, 2nd edn. Washington: ASM Press, 2003. P. 531–584.
9. Development and characterization of reference materials for genetic testing: focus on public partnerships / L. V. Kalman [et al.] // *Annals of Laboratory Medicine*. 2016. Vol. 36, № 6. P. 513–520. <https://doi.org/10.3343/alm.2016.36.6.513>
10. An SI-traceable reference material for virus-like particles / A. Briones [et al.] // *iScience*. 2022. Vol. 25, № 5. P. 104294. <https://doi.org/10.1016/j.isci.2022.104294>
11. Directive 2001/83/EC of the European Parliament and of the Council on the Community code relating to medicinal products for human use as regards advanced therapy medicinal products // European Joint Programme on Rare Diseases. URL: <https://www.ejprarediseases.org/wp-content/uploads/2021/10/DIRECTIVE-2009-120-EC.pdf>. (Accessed: 10 August 2022).
12. Кулябина Е. В., Кулябина Т. В. Применение государственных стандартных образцов и тестовых смесей для поверки и калибровки средств измерений, используемых в биологических исследованиях // *Измерительная техника*. 2013. № 12(56). С. 50–51. <https://doi.org/10.1007/s11018-014-0395-2>
13. Кулябина Е. В. К взаимосвязи возможности сохранения человека как биологического вида и уровня метрологического обеспечения лабораторной медицины и биоанализа // *Законодательная и прикладная метрология*. 2017. № 6(151). С. 49–51.

REFERENCES

1. Burns J. R., Lamarre B., Pyne A. L. B., Noble J. E., Ryadnov M. G. DNA origami inside-out viruses. *ACS Synthetic Biology*. 2018;7(3):767–773. <https://doi.org/10.1021/acssynbio.7b00278>
2. Bárcena J., Blanco E. Design of novel vaccines based on virus-like particles or chimeric virions. In: Mateu M. (eds). *Structure and Physics of Viruses. Subcellular Biochemistry*. 2013;68:631–665. https://doi.org/10.1007/978-94-007-6552-8_21
3. Matsumura E. E., Guo F., Boogers D., Oevelen D. V., Vu S. T., Falk B. W. Citrus sudden death-associated virus as a new expression vector for rapid in planta production of heterologous proteins, chimeric virions, and virus-like particles. *Biotechnology Reports*. 2022;35: e00739. <https://doi.org/10.1016/j.btre.2022.e00739>
4. Castelletto V., de Santis E., Alkassam H., Lamarre B., Noble J. E., Ray S. Structurally plastic peptide capsules for synthetic antimicrobial viruses. *Chemical Science*. 2016;7:1707–1711. <https://doi.org/10.1039/c5sc03260a>
5. Syomin B. V., Ilyin Y. V. Virus-like particles as an instrument of vaccine production. *Molekulyarnaya Biologiya*. 2019;53(3):367–379. <https://doi.org/10.1134/S0026898419030157>
6. Jané-Valbuena J., Nibert M. L., Spencer S. M., Walker S. B., Baker T. S., Chen Ya. et al. Reovirus virion-like particles obtained by reconstituting infectious subvirion particles with baculovirus-expressed sigma3 protein: an approach for analyzing sigma3 functions during virus entry. *Journal of Virology*. 1999;73(4):2963–2973. <https://doi.org/10.1128/JVI.73.4.2963-2973.1999>
7. Zepp F. Principles of vaccine design-lessons from nature. *Vaccine*. 2010;28(Suppl 3):14–24. <https://doi.org/10.1016/j.vaccine.2010.07.020>
8. Flint S. J., Enquist L. W., Racaniello V. R., Skalka A. M. Virus offence meets host defense. In: Principles of virology: molecular biology, pathogenesis, and control of animal viruses, 2nd edn. ASM Press, Washington. 2003. P. 531–584.
9. Kalman L. V., Datta V., Williams M., Zook J. M., Salit M. L., Han J. Y. Development and characterization of reference materials for genetic testing: focus on public partnerships. *Annals of Laboratory Medicine*. 2016;36(6):513–520. <https://doi.org/10.3343/alm.2016.36.6.513>
10. Briones A., Martos G., Bedu M., Choteau T., Josephs R. D., Wielgosz R. I., Ryadnov M. G. An SI-traceable reference material for virus-like particles. *iScience*. 2022;25(5):104294. <https://doi.org/10.1016/j.isci.2022.104294>
11. Directive 2001/83/EC of the European Parliament and of the Council on the Community code relating to medicinal products for human use as regards advanced therapy medicinal products. Available via: <https://www.ejprarediseases.org/wp-content/uploads/2021/10/DIRECTIVE-2009-120-EC.pdf>. Accessed 10 August 2022.
12. Kulyabina E. V., Kulyabina T. V. Use of state standard specimens and test mixtures for verification and calibration of measurement provisions used in biological research. *Measurement Techniques*. 2013;56:1429–1431. <https://doi.org/10.1007/s11018-014-0395-2>
13. Kulyabina E. V. To the relationship between the possibility of surviving of human being as a biological species and the level of metrological support for laboratory medicine and bioassay. *Zakonodatel'naja i prikladnaja metrologija*. 2017;6(151):49–51. (In Russ.).

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

- РМГ 55-2003 Стандартные образцы состава чистых органических веществ. Методы аттестации. Основные положения. М.; Издательство стандартов, 2004. 12 с.
- ОФС.1.2.1.0010.15 Потеря в массе при высушивании // Фармакопоя.рф [сайт]. URL: <https://pharmacopoeia.ru/ofs-1-2-1-0010-15-poterya-v-masse-pri-vysushivanii/> (дата обращения: 10.08.2022).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Кулябина Елена Валериевна – канд. техн. наук, начальник лаборатории метрологического обеспечения биологических и информационных технологий ФГУП «ВНИИМС»

Россия, 119361, г. Москва, ул. Озерная, 46
e-mail: kuliabina@vniims.ru
<http://orcid.org/0000-0002-6076-4569>
Researcher ID: C-5857-2019

Кулябина Татьяна Валериевна – канд. физ.-мат. наук, ведущий научный сотрудник ФГБУ «ВНИИМС»

Россия, 119361, г. Москва, ул. Озерная, 46
e-mail: t.kulyabina@vniims.ru
<https://orcid.org/0000-0003-3923-5571>

Гребенникова Татьяна Владимировна – профессор, д-р биол. наук, профессор РАН, член-корреспондент РАН, руководитель лаборатории молекулярной диагностики ФГБУ «НИЦЭМ им. Н. Ф. Гамалеи» Минздрава России

Россия, 123098, г. Москва, ул. Гамалеи, 18
e-mail: t_grebennikova@mail.ru
<https://orcid.org/0000-0002-6141-9361>
Researcher ID Y-8115-2018

Морозова Валерия Витальевна – лаборант ФГБУ «ВНИИМС», студент California State University, Fresno

Россия, 119361, г. Москва, ул. Озерная, 46
USA, 5241 N. Maple Ave. Fresno, CA 93740
e-mail: lerapuri@gmail.com
<http://orcid.org/0000-0003-1251-5872>
Researcher ID: HJY-3009-2023

Морозов Виталий Юрьевич – менеджер проектов АО «Волга»
Россия, 606400, Нижегородская область, г. Балахна, ул. Горького, 1
e-mail: vitmor50@gmail.com

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Elena V. Kulyabina – Cand. Sci. (Eng.), Head of the Laboratory for Metrological Assurance of Biological and Information Technologies, All-Russian Scientific Research Institute for Metrological Service

46 Ozernaya str., Moscow, 119361, Russia
e-mail: kuliabina@vniims.ru
<http://orcid.org/0000-0002-6076-4569>
Researcher ID: C-5857-2019

Tatiana V. Kulyabina – Cand. Sci. (Phys.-Math. Sci.), Leading Researcher, All-Russian Scientific Research Institute for Metrological Service

46 Ozernaya str., Moscow, 119361, Russia
e-mail: t.kulyabina@vniims.ru
<https://orcid.org/0000-0003-3923-5571>

Tatyana V. Grebennikova – Professor of the Russian Academy of Sciences, Dr. Sci. (Biol.), Corresponding Member of the RAS, Head of the Laboratory of Molecular Diagnostics, National Research Center for Epidemiology and Microbiology named after Honorary Academician N. F. Gamaleya of the Ministry of Health of the Russian Federation

18 Gamalei str., Moscow, 123098, Russia
e-mail: t_grebennikova@mail.ru
<https://orcid.org/0000-0002-6141-9361>
Researcher ID Y-8115-2018

Valeria V. Morozova – Laboratory Assistant, All-Russian Scientific Research Institute for Metrological Service; student at California State University, Fresno

46 Ozernaya str., Moscow, 119361, Russia
USA, 5241 N. Maple Ave. Fresno, CA 93740
e-mail: lerapuri@gmail.com
<http://orcid.org/0000-0003-1251-5872>
Researcher ID: HJY-3009-2023

Vitaly Yu. Morozov – Project Manager of JSC Volga
1 str. Gorky, Balakhna, Nizhny Novgorod region, 606400, Russia

e-mail: vitmor50@gmail.com

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Научная статья
УДК 006.91:53.082.63
<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-35-50>



Исследование стандартных образцов температуры и удельной энтальпии фазовых переходов металлов и солей металлов

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

УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», г. Екатеринбург, Россия
[✉ nepomiluevam@uniim.ru](mailto:nepomiluevam@uniim.ru)

Аннотация: Разработка процедур калибровки, а также аттестация легкодоступных стандартных образцов (СО) и улучшение их метрологических характеристик являются актуальными вопросами для методов термического анализа.

В ходе работы обоснована необходимость проведения исследования с целью расширения ассортимента ГСО температуры и энтальпии фазовых переходов. Дано обоснование выбора метода измерений и исходных материалов. Подробно описаны условия проведения экспериментов, а также обоснован выбор данных условий.

Получены метрологические характеристики исследуемой партии СО: температура фазового перехода ($T_{\text{фп}}$), удельная энтальпия фазового перехода ($H_{\text{фп}}$). Аттестованные значения $T_{\text{фп}}$ для разработанных СО на основе высокочистых металлов (Bi, Al, Ag, Au) согласуются с температурами реперных точек МТШ-90 с точностью не хуже $\pm 0,01$ °C. Аттестованные значения $H_{\text{фп}}$ СО на основе высокочистых Bi, Al, Ag, Au согласуются с результатами, приведенными в справочных данных в пределах от 0,3 до 1,3 %.

Разработанные СО прошли метрологическую экспертизу и внесены в Реестр утвержденных типов стандартных образцов ФИФ ОЕИ в качестве комплекта стандартных образцов утвержденного типа температуры и удельной энтальпии фазовых переходов (набор СО СОТСФ-2) ГСО 11890–2022/ГСО 11896–2022.

Практическая значимость полученных результатов заключается в том, что аттестованные СО позволяют расширить возможности: а) установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики установок и средств измерений термического анализа; б) аттестации методик (методов) измерений и контроля точности результатов измерений температуры и удельной энтальпии фазовых переходов в металлах, солях металлов, оксидах металлов, полимерных материалах, органических и неорганических веществах.

Ключевые слова: стандартные образцы, термический анализ, температура фазового перехода, удельная энтальпия фазового перехода, государственный первичный эталон

Принятые сокращения: ТА – термический анализ; ДТА – дифференциальный термический анализ; ТГА – термогравиметрический анализ; ДСК – дифференциальная сканирующая калориметрия; СТА – синхронный термический анализ; МВИ – методика выполнения измерений; СИ – средства измерений; СКО – среднеквадратическое отклонение; СО – стандартные образцы; СОТС – стандартные образцы теплофизических свойств.

Ссылка при цитировании: Непомилуев А. М., Шипицын А. П., Тюрнина А. Е. Исследование стандартных образцов температуры и удельной энтальпии фазовых переходов металлов и солей металлов // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 4. С. 35–50. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-35-50>

Статья поступила в редакцию 23.12.2022; одобрена после рецензирования 05.04.2023; принята к публикации 25.05.2023.

REFERENCE MATERIALS

Research Article

Study of Certified Reference Materials for Temperature and Specific Enthalpy of Phase Transitions of Metals and Metal Salts

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

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

 nepomiluevam@uniim.ru

Abstract: The development of calibration procedures, as well as the certification of readily available reference materials (RMs) and the improvement of their metrological characteristics, are topical issues for thermal analysis methods. In the course of the work, the necessity of conducting a study in order to expand the range of CRMs for temperature and enthalpy of phase transitions is substantiated. The substantiation of the choice of the measurement procedure and starting materials is given. The conditions for conducting experiments are described in detail, and the choice of these conditions is justified. The developed CRMs passed the metrological examination and were included in the Register of approved types of reference materials FIF EUM as a set of certified reference materials for temperature and specific enthalpy of phase transitions (set SOTSF-2) GSO 11890–2022/GSO 11896–2022. The practical significance of the obtained results is as follows: certified reference materials allow expanding the possibility of establishing and monitoring the stability of the calibration characteristics of thermal analysis installations and measuring instruments; certification of measurement procedures (methods) and accuracy control of the measurement results of the phase transition temperature of metals, metal salts, metal oxides, and polymeric materials, organic and inorganic substances.

Keywords: reference material, thermal analysis, phase transition temperature, specific enthalpy of phase transition, state primary standard

Abbreviations used: CRM – Certified reference material; DSC – Differential scanning calorimetry; DTA – Differential thermal analysis; MI – Measuring instrument; MP – Measurement procedure; RMS – Root mean square; STA – Simultaneous thermal analysis; TA – Thermal analysis; TGA – Thermal gravimetric analysis.

For citation: Nepomiluev A. M., Shipitsyn A. P., Tyurnina A. E. Study of certified reference materials for temperature and specific enthalpy of phase transitions of metals and metal salts. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(4):35–50. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-35-50>

The article was submitted 23.12.2022; approved after reviewing 05.04.2023; accepted for publication 25.05.2023.

Введение

В настоящее время под термическим анализом (ТА), в соответствии с ASTM E473–16, понимается группа методов, в которых физическое свойство вещества измеряется как функция температуры или времени, в то время как вещество подвергается воздействию программы с контролируемой температурой. Температурная программа может включать нагревание, охлаждение с постоянной скоростью, выдержку при постоянной температуре (изотерма) и комбинацию этих режимов или режим модуляции температуры с заданием амплитуды и частоты.

Одними из наиболее совершенных и высококачественных, а потому – наиболее часто используемых методов фазового анализа гетерогенных систем являются дифференциальный термический анализ (ДТА) и дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Они позволяют определять температуру и энтальпию фазовых превращений, теплоемкость и ее зависимость от термодинамических параметров, а также кинетические характеристики физико-химических процессов в условиях линейного изменения температуры. Приборы, реализующие эти методы, получили широкое распространение, достаточно просты по конструкции и несложны в эксплуатации.

Однако приборы ДСК/ДТА не являются, в отличие от адiabатических калориметров, абсолютными средствами измерения. Значения величин количества выделившегося или поглощенного тепла и тепловых потоков измеряются в динамическом режиме, а не в условиях теплового равновесия. Поэтому на результаты измерения приборов ДСК/ДТА оказывают влияние многочисленные параметры, связанные с самим измеряемым образцом, с прибором, а также – с оператором. К числу основных влияющих параметров относятся: масса и геометрия образца, его агрегатное состояние и теплофизические свойства, тип измеряемого эффекта, величина измеренного эффекта, размеры тигля и материал из которого он изготовлен, тепловое сопротивление между калориметром, тиглем и образцом, инерционность нагревательного/охлаждающего устройства, конструкция и материал измерительной ячейки, положение образца в тигле и тигля в калориметре, тип продувочного газа, его давление и скорость продувки, процедура сбора и обработки экспериментальных данных. Тем не менее, при условии тщательной калибровки ДСК/ДТА приборов и аккуратных измерений, в диапазоне температур от 200 до 800 К могут быть достигнуты погрешности измерения температуры фазовых переходов от 0,01 до 0,50 °С, изменения энтальпии фазовых переходов от 0,5 до 1,0 % и теплоемкости от 1 до 2 % [1]. Кроме того, на точность измерений теплофизических свойств, выполняемых с помощью приборов ДСК/ДТА, могут влиять изменения, происходящие в устройстве: дрейф параметров электроники и процесс деградации термочувствительных элементов (термопар и термосопротивлений). Динамика этих изменений в первую очередь зависит от интенсивности эксплуатации СИ и условий измерения: скорости нагрева, атмосферы, материала держателя образца. Поэтому фундаментальным требованием для каждого термоаналитического исследования является предварительная калибровка соответствующего прибора, которая должна выполняться с использованием унифицированных и надежных процедур. Под калибровкой понимается процедура установления зависимости между значением величины, определенным измерительным прибором и ее истинным значением. Разработка процедур калибровки, а также аттестация легкодоступных стандартных образцов (СО) и улучшение их метрологических характеристик являются актуальным вопросом для методов термического анализа.

Теоретическое обоснование

Номенклатура используемых СО должна соответствовать рабочим диапазонам средств измерений, а также материалам, применяемым для изготовления

измерительных ячеек и тиглей. После разработки и введения в повседневную практику стандарта ISO-9000 обеспечение сопоставимости и прослеживаемости термоаналитических данных стало основополагающим требованием.

Одними из первых процедур калибровки приборов ДСК/ДТА были описанные в DIN51004:1992, DIN51007:1994 и [2]. Но ни одна из них не действовала как независимая от прибора процедура. С целью унификации существовавших к тому времени методов калибровки и уменьшения величины систематических ошибок измерения в 1987 году Немецкое общество по термическому анализу сформировало рабочую группу Calibration of scanning calorimeters, целью которой стала разработка научно обоснованных, независимых от приборов и общепринятых процедур калибровки, применение которых позволило бы существенно уменьшить систематические погрешности измеряемых методом ДСК/ДТА величин. Результаты, полученные рабочей группой, были опубликованы в [3–9] и в 2000 году приняты Международной конфедерацией термического анализа и калориметрии (ICTAC) в качестве рекомендации для ее членов.

Поскольку с помощью ДСК/ДТА приборов определяются температура и теплота фазовых переходов, а также скорость теплового потока (при определении температурной зависимости теплоемкости вещества или изучения кинетики реакции), то возникает необходимость калибровать СИ по трем шкалам: температуры, энтальпии и теплового потока.

Температурная шкала калибруется путем сравнения известных температур фазового перехода (плавления/кристаллизации) СО с температурами, измеренными при соответствующей скорости нагрева. Затем строится корректирующая кривая в заданном диапазоне температур. В зависимости от диапазона, который необходимо охватить, и формы калибровочной кривой требуется, по крайней мере, измерение трех СО: даже если калибровка линейная – для подтверждения этого необходима третья точка. Поскольку датчики температуры расположены чаще всего внутри прибора, а не в образце, необходимость экстраполяции на нулевую скорость нагрева требует измерения СО при трех скоростях нагрева, как минимум [1].

Плавление (кристаллизация), или фазовый переход в твердом теле, проявляется на кривой ДСК в виде эндо- или экзотермического пика, поэтому процедура калибровки по энтальпии позволяет связать площадь пика, полученную для СО, с известным для него изменением энтальпии и получить таким образом коэффициент

преобразования площади пика в энтальпию. Поскольку, как показывает опыт, этот коэффициент является функцией температуры и скорости сканирования по температуре (или любого другого из экспериментальных параметров, которые должны поддерживаться постоянными на протяжении всей серии измерений), для охвата всего температурного диапазона прибора ДСК/ДТА требуется измерение нескольких СО энтальпии.

Скорость теплового потока в ДСК эксперименте связана с теплоемкостью образца, а в случае протекания в образце какой-либо реакции – с «кажущейся» теплоемкостью. Идеальный СО для калибровки по тепловому потоку должен быть термодинамически инертным (не иметь фазовых превращений) в широком диапазоне температур. С этой точки зрения универсальным СО является α -оксид алюминия (поликристаллический корунд или монокристаллический лейкосапфир). С его использованием экспериментальные данные по теплоемкости для других хорошо исследованных веществ могут быть воспроизведены с точностью до $\pm 1\%$, а в некоторых случаях даже лучше [10].

Рекомендации рабочей группы GEFTA по калибровке ДСК/ДТА приборов и выполнению последующих измерений сформулированы следующим образом [11]:

- Экспериментальные условия для калибровки и измерений образцов должны отличаться как можно меньше. В этом контексте достоверная процедура калибровки должна детально указывать, как установить воспроизводимые условия окружающей среды и как проверить наличие нелинейностей;

- Следует избегать любой асимметрии тепловых потоков, температурных градиентов и условий измерения. Необходимо создать квазистационарные условия. Несмотря на это, детальное изучение зависимости измеренных значений от параметров образца и прибора является обязательным для устранения систематических ошибок;

- Калибровки, уже выполненные изготовителем ДСК/ДТА приборов, должны быть тщательно проверены;

- Калибровки должны проверяться через регулярные промежутки времени в соответствии с требуемой точностью. Это также предоставляет информацию о любых долгосрочных систематических изменениях измерительной системы.

Рекомендуемые GEFTA и ICTAC для использования в качестве СО вещества охватывают диапазон температур от 120 до 1350 °С и в основном относятся к материалам, которые определяют реперные точки Международной шкалы температур 1990 года (ITS-90) [11] (табл. 1).

В рекомендациях GEFTA и ICTAC описана также сама процедура обработки экспериментальных данных, полученных при измерениях СО на калибруемом ДСК/ДТА приборе, включая метод определения характеристических температур эндотермических (экзотермических) пиков фазовых превращений. На рисунке 1 показано определение характеристических температур в случае эндотермического пика (например, плавление металла) [1].

Значения температур T_i , T_f удобнее определять по первой производной кривой ДСК/ДТА, на которой момент отклонения сигнала ДСК/ДТА от интерполированной базовой линии определяется значительно лучше.

Ранее в УНИИМ, который является компетентным изготовителем СО теплофизических свойств (СОТС), было разработано 6 типов СО температуры и теплоты фазовых переходов на основе хлорида калия, а также галлия, индия, олова, цинка, сурьмы (комплект СОТСФ, таблица 2). Разработка и аттестация СО выполнялась по ГОСТ Р 8.872-2014 в соответствии Государственной поверочной схемой для средств измерений удельной энтальпии и удельной теплоемкости твердых тел в диапазоне температур от 700 до 1800 К, с использованием Государственного первичного специального эталона единиц удельной энтальпии и удельной теплоемкости твердых тел в диапазоне температур от 700 до 1800 К ГЭТ 67-2013 [12].

Как видно из таблицы 2, температурный диапазон, обеспечиваемый имеющимися ГСО, составляет от ~300 до ~1050 К, а диапазон удельной теплоты плавления – от ~28 до ~357,29 кДж/кг.

В тоже время приборы ТА, поставляемые на российский рынок ведущими производителями термоаналитического оборудования, такими как Netzsch-Geratebau GmbH (Германия), TA Instruments и PerkinElmer, Inc (США), Setaram Instrumentation (Франция) и Mettler-Toledo AG (Швейцария), перекрывают гораздо более широкий диапазон температур и теплоты фазовых переходов: от ~90 до ~1920 К и от 10 до 1000 кДж/кг соответственно. Более того, в последнее время на рынке появился ряд высокотемпературных приборов, верхняя граница рабочего диапазона которых составляет 2273 К (DSC404 F1/F3 Pegasus, STA 449 F1 Jupiter, Netzsch, Германия), 2673 К (STA 449 F3 Jupiter, Netzsch, Германия), SETSYS Evolution TGA-DTA/DSC, Setaram Instrumentation, Франция) и даже 3073 К (DIL 402 Expedis HT, Netzsch, Германия).

Проведенный анализ показал, что имеющийся перечень ГСО температур и теплоты фазовых переходов не полностью обеспечивает диапазоны измерения

Таблица 1. Вещества, рекомендуемые для калибровки по температуре и удельной энтальпии фазового превращения

Table 1. Substances recommended for calibration by temperature and specific enthalpy of phase transformation

Вещество	Тип превращения	Температура превращения		Неопределенность, u^a , мК	Удельная энтальпия ^b		Неопределенность, u , %
		$T_{\text{фп}}, \text{K}$	$T_{\text{фп}}, \text{°C}$		$H_{\text{фп}}, \text{Дж/г}$	$H_{\text{фп}}, \text{кДж/моль}$	
C_5H_{10} (Циклопентан)	т.–т.	122,38	-150,77	50	69,60	4,881	0,5
C_5H_{10} (Циклопентан)	т.–т.	138,06	-135,09	50	4,91	0,345	1,1
C_5H_{10} (Циклопентан)	т.–ж.	179,72	-93,43	50	8,63	0,605	1,1
Вода	т.–ж.	273,15	0,00	10			
Галлий	т.–ж.	302,914	29,764	0	79,88	5,569	0,9
Индий	т.–ж.	429,748	156,598	0	28,62	3,286	0,4
Олово	т.–ж.	505,078	231,928	0	60,40	7,170	0,6
Висмут	т.–ж.	(544,55)	(271,40)	-	53,83	11,25	3,9
Свинец	т.–ж.	600,61	327,46	10			
Цинк	т.–ж.	692,677	419,527	0			
Сульфат лития	т.–ж.	851,43	578,28	250	228,1	25,07	4,6
Алюминий	т.–ж.	933,473	660,323	0	398,1	10,74	2,3
Серебро	т.–ж.	1234,93	961,78	0			
Золото	т.–ж.	1337,33	1064,18	0			

Примечания:

а – неопределенность u представляет собой оценку диапазона значений, в пределах которого находится истинное значение. Неопределенность температур фазового превращения для материалов, соответствующих реперным точкам ITS-90, по определению равна нулю;

б – указанные температуры перехода представляют собой средние значения, рассчитанные как взвешенное среднее значение наиболее надежных измерений, приведенных в соответствующей литературе. Указанная неопределенность u описывает двойное экспериментальное стандартное отклонение;

т.–т. – полиморфное превращение;

т.–ж. – переход твердое-жидкое (плавление).

соответствующих теплофизических величин. Кроме того, в таблице 3 указаны имеющиеся ограничения по совместимости материалов ГСО с материалами тиглей, используемых при проведении измерений [5].

Из табл. 3 следует, что, например, ГСО 2312–82/2316–82 могут быть использованы для градуировки, калибровки, поверки по температуре термоанализаторов в случае проведения измерений в неметаллических (керамических, стеклянных и др.) тиглях. При этом только ГСО 2313–82 (In) и ГСО 2314–82 (Sn) могут использоваться для градуировки, калибровки, поверки по удельной теплоте плавления. Для использования с металлическими тиглями (платиновыми, стальными и др.) имеется

только один ГСО 1363–78 на основе хлористого калия, которого явно недостаточно для градуировки, калибровки, поверки СИ термического анализа.

Исходя из вышесказанного, особую актуальность приобретает определение температуры и теплоты фазовых переходов для метрологического обеспечения СИ с более высокой рабочей температурой и прослеживаемости получаемых результатов к основным единицам физических величин.

Поэтому целью данной работы является разработка и аттестация новых СО температуры и теплоты фазовых переходов для приборов термического анализа, в первую очередь – для приборов ДСК/ДТА.

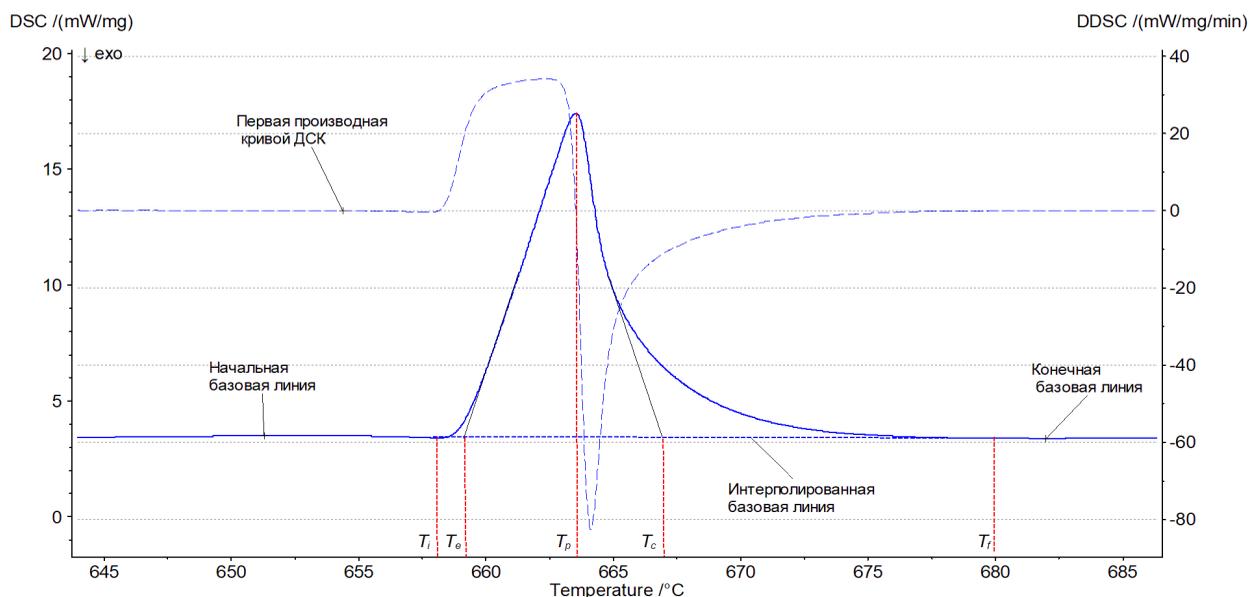


Рис. 1. Определение характеристических температур пика ДСК/ДТА:

T_i – начальная температура: первое видимое отклонение кривой ДСК/ДТА от интерполированной базовой линии;
 T_e – экстраполированная температура начала пика: температура, при которой касательная в точке перегиба восходящего склона пика пересекает интерполированную базовую линию. Температуру T_e принимают за температуру плавления или фазового перехода;
 T_p – температура пика: температура, соответствующая наибольшему расстоянию между кривой ДСК/ДТА и интерполированной базовой линии;
 T_c – экстраполированная температура конца пика: температура, при которой касательная в точке перегиба нисходящего склона пика пересекает интерполированную базовую линию;
 T_f – конечная температура: последнее видимое отклонение кривой ДСК/ДТА от интерполированной базовой линии.

Fig. 1. Determination of characteristic DSC/DTA peak temperatures, where:

T_i is the initial temperature: the first visible deviation of the DSC/DTA curve from the interpolated baseline;
 T_e is the extrapolated peak start temperature: the temperature at which the tangent at the inflection point of the rising slope of the peak crosses the interpolated baseline. The temperature T_e is taken as the melting or phase transition temperature;
 T_p is the peak temperature: the temperature corresponding to the largest distance between the DSC/DTA curve and the interpolated baseline;
 T_c is the extrapolated peak end temperature: the temperature at which the tangent at the inflection point of the downward slope of the peak crosses the interpolated baseline;
 T_f is the final temperature: the last visible deviation of the DSC/DTA curve from the interpolated baseline.

Таблица 2. Стандартные образцы теплофизических свойств, разработанные УНИИМ

Table 2. Certified reference materials for thermophysical properties developed by UNIIM

Номер Госреестра, материал СО	Аттестуемая характеристика	Обозначение единицы величины	Аттестованное значение	Погрешность, (±)
ГСО 2312–82, галлий	температура плавления	К	303,04	0,06
ГСО 2313–82, индий	температура плавления,	К	429,85	0,06
	температура кристаллизации,	К	429,79	0,08
	удельная теплота плавления	кДж/кг	28,58	0,12
ГСО 2314–82, олово	температура плавления,	К	505,20	0,12
	температура кристаллизации,	К	505,12	0,01
	удельная теплота плавления	кДж/кг	59,92	0,25

Окончание табл. 2
End of Table 2

Номер Госреестра, материал СО	Аттестуемая характеристика	Обозначение единицы величины	Аттестованное значение	Погрешность, (\pm)
ГСО 2315–82, цинк	температура плавления, температура кристаллизации	К	692,71	0,26
		К	692,67	0,03
ГСО 2316–82, сурьма	температура кристаллизации	К	903,76	0,03
ГСО 1363–78, хлористый калий	температура плавления, удельная теплота плавления	К	1044,75	0,60
		кДж/кг	357,29	1,79

Таблица 3. Взаимодействие эталонных материалов с материалами тигля
Table 3. Interaction of reference materials with crucible materials

Материал тигля	Эталонный материал								
	циклопентан, C ₅ H ₁₀	вода, H ₂ O	галлий, Ga	индий, In	олово, Sn	свинец, Pb	цинк, Zn	сульфат лития, Li ₂ SO ₄	алюминий, Al
Корунд, Al ₂ O ₃	0	0	+	+	+	+	+	+	+
Нитрид бора, BN	0	0	+	+	+	+	+	+	+
Графит, С	0	0	+	+	+	+	+	+	+
Силикатное стекло	+	+	+	+	+	+	?	+	–
Кварцевое стекло, SiO ₂	+	+	+	+	+	+	+	+	–
Алюминий, Al	+	•	–	+	–	+	–	+	×
Алюминий окисленный	+	+	+	+	+	+	+	+	×
Серебро, Ag	+	+	–	–	–	–	–	?	–
Золото, Au	+	+	•	•	–	–	–	+	–
Никель, Ni	+	+	•	•	•	•	•	?	–
Железо, Fe	+	•	•	+	•	+	–	?	–
Нержавеющая сталь	+	+	•	+	•	+	–	?	–
Платина, Pt	+	+	•	•	–	–	–	+	–
Молибден, Mo	+	+	•	?	•	?	•	?	?
Тантал, Ta	+	+	?	+	?	?	?	+	–
Вольфрам, W	0	0	•	?	?	•	+	?	•

Примечание:

- + – растворимости и влияния на температуру плавления не ожидается;
- – расплав растворяет материал тигля, что приводит к значительному изменению температуры плавления;
- – возможно частичное растворение и незначительное влияние на температуру плавления;
- × – тигель плавится;
- ? – о взаимодействии неизвестно;
- 0 – герметизация тигля может вызвать затруднения.

Материалы и методы

Реактивы

Материалами-кандидатами для разработки СО были выбраны коммерчески доступные вещества фирмы Netzsch, применяемые для калибровки

(градуировки) приборов термического анализа, приведенные в таблице 4.

Этот перечень из 24 веществ можно условно разделить на три группы. Первая – для низкотемпературного диапазона (от -87 до 122 °С); состоит главным образом

Таблица 4. Перечень стандартных образцов поставляемых Netzsch для калибровки (градуировки) приборов термического анализа

Table 4. List of reference materials supplied by Netzsch for calibration of thermal analysis instruments

Вещество		Температура плавления (фазового перехода)		Удельная энтальпия, Дж/г	Примечание
Формула	Наименование	°С	К		
C ₆ H ₁₂	Гексен	-87,0	186,0	-79,4	
C ₁₀ H ₁₆	Монотерпен	-64,7	208,3	-22,3	
Hg	Ртуть	-38,8	234,2	-11,4	
H ₂ O	Вода	0,0	273,0	-333,4	
Ga	Галлий	29,8	302,8	-80,0	
C ₁₂ H ₁₀	Дифенил	69,2	342,2	-120,5	
C ₆ H ₅ COOH	Бензойная кислота	122,4	395,4	-147,4	
KNO ₃	Нитрат калия	128,7	401,7	-50,0	для металлических тиглей
In	Индий	156,6	429,6	-28,6	
RbNO ₃	Нитрат рубидия	164,2	437,2	-26,6	для металлических тиглей
Sn	Олово	231,9	504,9	-60,5	для керамических тиглей
Bi	Висмут	271,4	544,4	-53,1	для керамических тиглей
KClO ₄	Перхлорат калия	300,8	573,8	-104,9	для металлических тиглей
Pb	Свинец	327,5	600,5	-23,0	для керамических тиглей
Zn	Цинк	419,5	692,5	-107,5	для керамических тиглей
Ag ₂ SO ₄	Сульфат серебра	426,4	699,4	-51,0	для металлических тиглей
CsCl	Хлорид цезия	476,0	749,0	-17,2	для металлических тиглей
Al	Алюминий	660,3	933,3	-397,0	для керамических тиглей
K ₂ CrO ₄	Хромат калия	668,0	941,0	-37,0	для металлических тиглей
BaCO ₃	Карбонат бария	808,0	1081,0	-94,9	для металлических тиглей
Ag	Серебро	961,8	1234,8	-104,6	для керамических тиглей
Au	Золото	1064,2	1337,2	-63,7	для керамических тиглей
Ni	Никель	1455,0	1728,0	-290,4	для керамических тиглей
Pd	Палладий	1554,8	1827,8	-157,3	для керамических тиглей

из органических соединений. Вторая и третья – для диапазона высоких температур; группы состоят из солей (для металлических тиглей) и металлов (для керамических тиглей).

Главной целью при выборе материала-кандидата СО для разработки и аттестации новых ГСО температуры и теплоты фазовых переходов из числа приведенных в таблице 4 было расширение температурных интервалов, обеспечиваемых новыми СО как для металлических, так и для неметаллических тиглей. Поэтому в набор ГСО, получивший в дальнейшем название СОТСФ-2, были включены образцы четырех высокочистых металлов (масс.%): Вi (99,999 %), Аl (99,999 %), Аg (99,99 %), Аu (99,999 %), а также три образца высокочистых солей металлов: Ag_2SO_4 (99,999 %), $CsCl$ (99,999 %), $BaCO_3$ (99,98 %).

Тем самым, при использовании неметаллических тиглей диапазон температур, обеспечиваемый ГСО, предполагалось расширить до 1337,2 К при общем количестве СО – 10 штук (6 – СОТСФ, 4 – СОТСФ-2). По энтальпии фазовых переходов верхняя граница диапазона составит 397 Дж/г при общем количестве СО – 6 штук (2 – СОТСФ, 4 – СОТСФ-2). Аналогично для металлических тиглей: нижняя и верхняя границы диапазона температур, обеспечиваемых ГСО, должны составить 699,4 К и 1081 К при общем количестве стандартных образцов – 4 штуки (1 – ГСО 1363–78, 3 – СОТСФ-2). По энтальпии фазовых переходов диапазон составляет от 17,2 до 357,29 Дж/г при общем количестве СО – 4 штуки (1 – ГСО 1363–78, 3 – СОТСФ-2).

Оборудование

Все исследования температуры фазовых превращений были выполнены на термоанализаторе STA 449 F5 Jupiter (NETZSCH, Германия), реализующем метод синхронного термического анализа (СТА), который совмещает в себе метод дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) и термогравиметрический анализ (ТГА), из состава Государственного первичного эталона единиц массовой доли, массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах ГЭТ 173-2017.

Измерения массы исходного материала-кандидата СО 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 в десяти параллелях. Массу навески находили по разности масс.

Установление аттестованных значений удельной энтальпии фазовых превращений новых ГСО проводили методом прямых измерений на Государственном первичном специальном эталоне единиц удельной энтальпии и удельной теплоемкости твердых тел в диапазоне температур от 700 до 1800 К ГЭТ 67–2013. ГЭТ 67–2013 представляет собой изотермический калориметр смешения, предназначенный для измерения удельной энтальпии и удельной теплоемкости, а также изучения фазовых превращений в твердых и жидких материалах в широком интервале температур от комнатной до 1 800 К.

Описание конструкции ГЭТ 67–2013 и методики проведения измерений удельной энтальпии и удельной теплоемкости приведены в [12]. Теория калориметрических измерений методом смешения подробно рассмотрена в [13]. Вывод уравнения измерения удельной энтальпии фазовых превращений с использованием изотермического калориметра смешения описан в [14].

Методы и процедура исследований

Установление аттестованных значений температуры фазовых превращений новых ГСО проводили с использованием аттестованной методики измерений М.221.0029/РА.РУ.311866/2021. Показатели методики измерений представлены в таблице 5.

Установление аттестованных значений удельной энтальпии фазовых превращений новых ГСО проводили в соответствии с Руководством по эксплуатации и технической документацией на ГЭТ 67–2013.

Для уменьшения влияния факторов, влияющих на точность, измерения проводили в соответствии со следующей процедурой:

– чтобы избежать взаимодействия исследуемого материала с материалом тигля, для измерений металлов использовали, в соответствии с требованиями ASTM E967–08 тигли из высокочистого Al_2O_3 . Измерения высокочистых солей металлов проводили в платиновых тиглях. Для уменьшения влияния цвета образца на скорость его нагрева, а также более равномерного распределения тепла в образце использовали закрытые тигли;

– для прецизионных измерений рекомендуется использовать газ с низкой теплопроводностью, поэтому измерения проводили в атмосфере N_2 чистотой 99,99 % при расходе 30 мл/мин;

– измерения проводили с использованием DSC/TG держателя образцов с термпарой S-типа, чувствительностью 1,2 мкВ/мВт;

Таблица 5. Диапазоны измерений, значения показателей точности, правильности, повторяемости, внутрिलाбораторной прецизионности суммарной стандартной и расширенной неопределенности
 Table 5. Measurement ranges, values for accuracy, correctness, repeatability, intralaboratory precision of the combined standard and expanded uncertainty

Диапазон измерений, °С	Показатель повторяемости, °С	Показатель внутрिलाбораторной прецизионности, °С	Показатель правильности, °С	Показатель точности, °С	Суммарная стандартная неопределенность, °С	Расширенная абсолютная неопределенность, °С $P = 0,95$ и $k = 2$
от 28 до 200 вкл.	0,01	0,05	0,06	0,11	0,055	0,11
от 200 до 400 вкл.	0,01	0,05	0,12	0,17	0,085	0,17
от 400 до 700 вкл.	0,02	0,07	0,26	0,33	0,165	0,33
от 700 до 1 600 вкл.	0,02	0,07	0,60	0,67	0,335	0,67

– для улучшения теплопередачи, а соответственно и увеличения точности измерений очень важен хороший контакт между материалом исследуемого образца и дном тигля. Поэтому для случая измерения образцов солей металлов исходный материал размещался в тигле так, чтобы закрыть дно полностью, после чего проводилось компактирование с помощью специальной оснастки, что является распространенным приемом при пробоподготовке [15];

– чтобы уменьшить влияние массы образца на результат измерения, использовали образцы массой не более 20 мг;

– перед проведением измерений была выполнена калибровка термоанализатора с использованием комплекта

СОТСФ ГСО 2312–82/2316–82 и ГСО 1363–78, показатели точности которых соответствуют рабочим эталонам 1 разряда по ГПС температуры (ГОСТ 8.558–2009);

– при исследованиях СО использовали скорость нагрева 10 К/мин, так как высокие скорости нагрева приводят к сдвигу тепловых эффектов в область более высоких температур. Данное значение скорости нагрева рекомендуется для использования в методиках поверки для СИ ТА.

Результаты и обсуждение

Кривые ДСК для некоторых материалов, полученные при определении аттестованных значений температуры фазовых переходов СО, приведены на рис. 2–5.

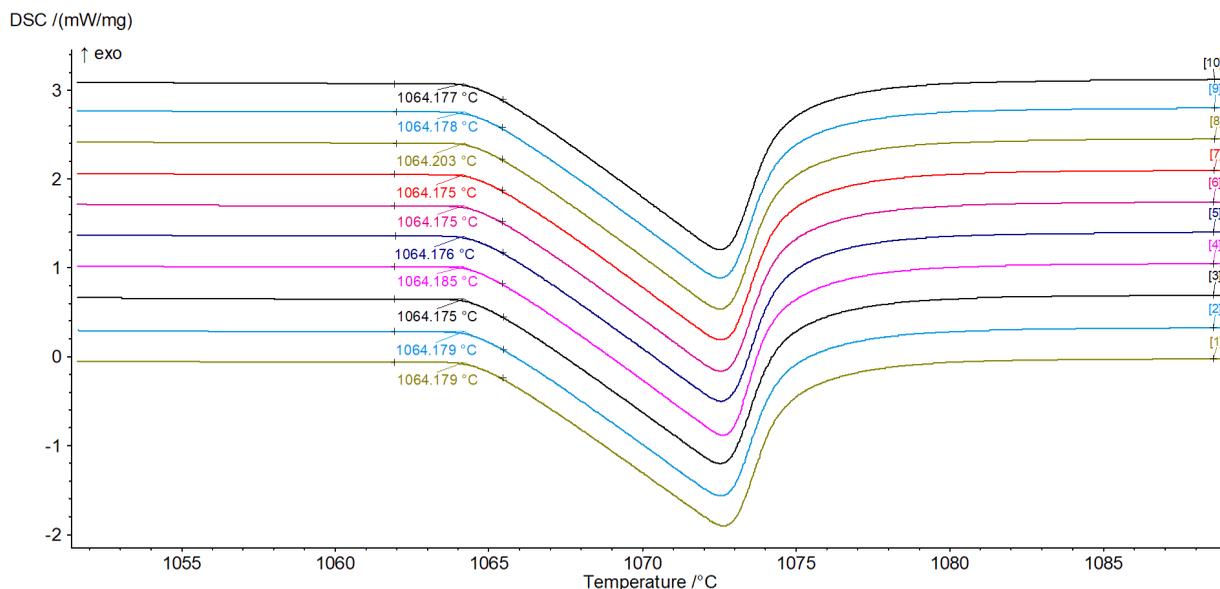


Рис. 2. Кривые ДСК образцов золота (Au)

Fig. 2. DSC curves of gold samples (Au)

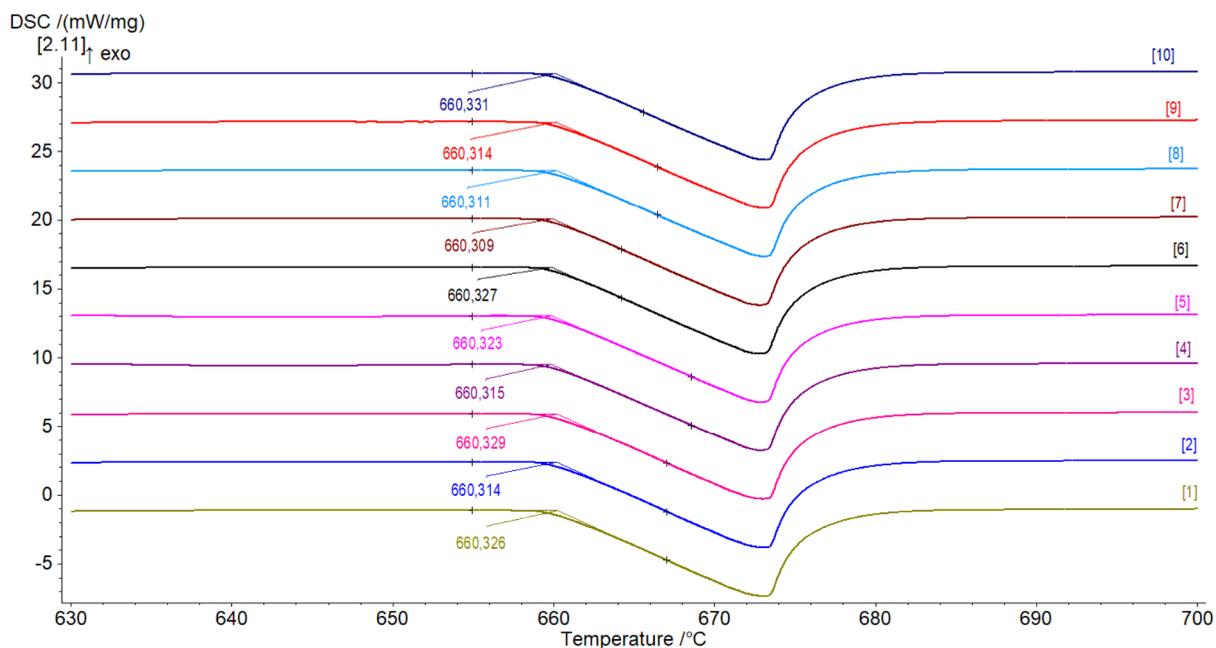


Рис. 3. Кривые ДСК образцов алюминия (Al)

Fig. 3. DSC curves of aluminum samples (Al)

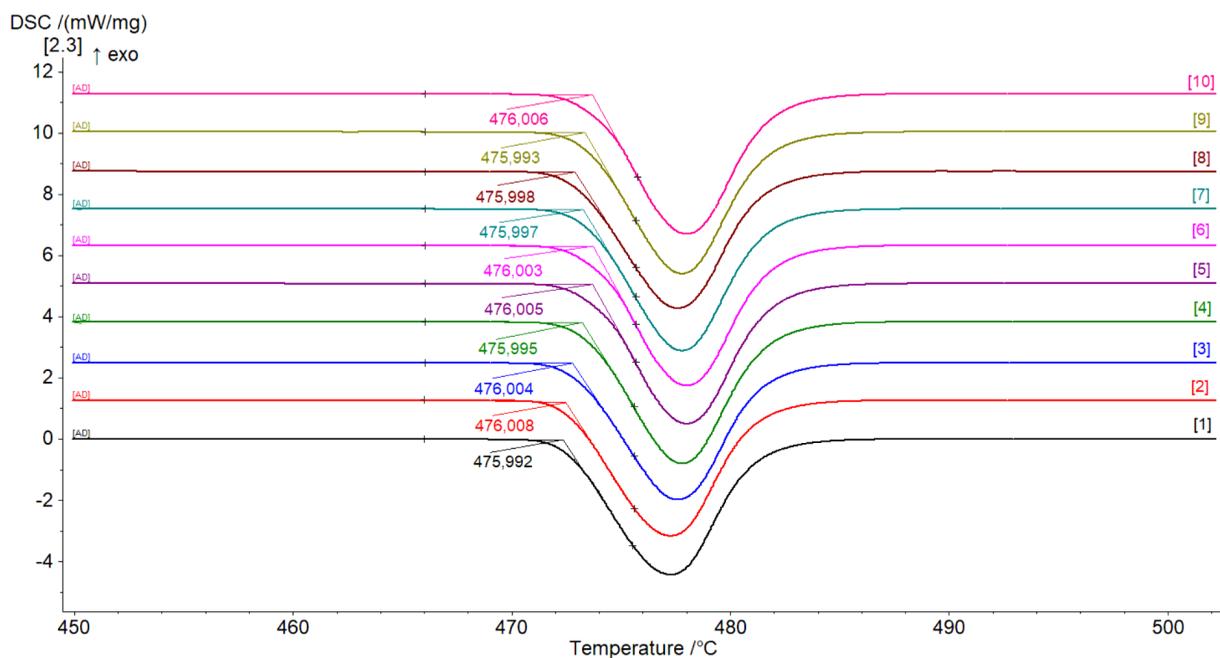


Рис. 4. Кривые ДСК образцов хлорида цезия (CsCl)

Fig. 4. DSC curves of caesium chloride samples (CsCl)

Кривые ДСК, представленные на рисунках 2–5, обработаны в соответствии с требованиями МВИ, для каждого материала использовалось две-три навески образца. Из полученных данных следует, что СКО результатов измерений не превышает 0,01 °С, что

соответствует требованиям МВИ во всем температурном диапазоне.

При определении аттестованного значения C_0 в соответствии с ГОСТ ISO Guide 35–2015 были проведены исследования и оценены вклады в неопределенность

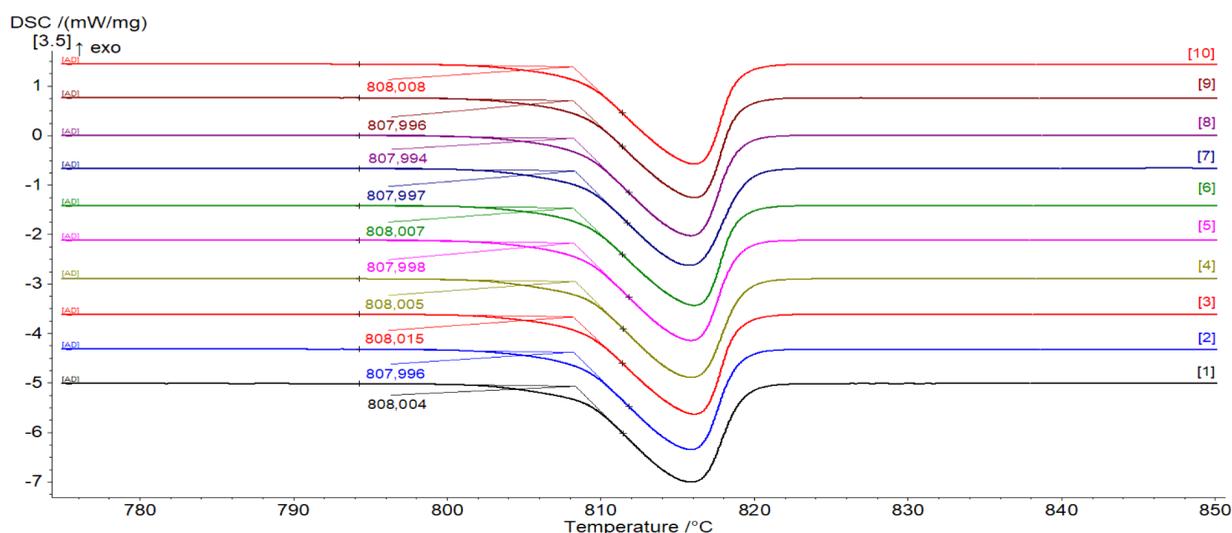


Рис. 5. Кривые ДСК образцов карбоната бария (BaCO_3)
 Fig. 5. DSC curves of barium carbonate samples (BaCO_3)

от неоднородности исходных материалов, кратковременной и долговременной стабильности материалов.

Полученные значения метрологических характеристик – температуры фазового перехода ($T_{\text{фп}}$), удельной

энтальпии фазового перехода ($H_{\text{фп}}$) – исследуемой партии СО представлены в таблице 6.

Полученные результаты согласуются с данными литературных источников. Так, температуры плавления

Таблица 6. Метрологические характеристики стандартного образца
 Table 6. Metrological characteristics of the certified reference material

Номер ГСО в наборе	Индекс СО	Аттестуемая характеристика	Аттестованное значение	Границы абсолютной погрешности при $P = 0,95$	Абсолютная расширенная неопределенность при $P = 0,95$ и $k = 2$
ГСО 11890–2022	СОТСФ-2- Ag_2SO_4	$T_{\text{фп}}$, К	699,55	$\pm 0,4$	$\pm 0,4$
		$H_{\text{фп}}$, Дж/г	51,9	$\pm 0,24$	$\pm 0,24$
ГСО 11891–2022	СОТСФ-2- CsCl	$T_{\text{фп}}$, К	749,15	$\pm 0,4$	$\pm 0,4$
		$H_{\text{фп}}$, Дж/г	17,20	$\pm 0,12$	$\pm 0,12$
ГСО 11892–2022	СОТСФ-2- BaCO_3	$T_{\text{фп}}$, К	1081,15	$\pm 1,2$	$\pm 1,2$
		$H_{\text{фп}}$, Дж/г	94,9	$\pm 0,45$	$\pm 0,45$
ГСО 11893–2022	СОТСФ-2- Bi	$T_{\text{фп}}$, К	544,55	$\pm 0,2$	$\pm 0,2$
		$H_{\text{фп}}$, Дж/г	53,1	$\pm 0,2$	$\pm 0,2$
ГСО 11894–2022	СОТСФ-2- Al	$T_{\text{фп}}$, К	933,47	$\pm 1,0$	$\pm 1,0$
		$H_{\text{фп}}$, Дж/г	397,0	$\pm 2,0$	$\pm 2,0$
ГСО 11895–2022	СОТСФ-2- Ag	$T_{\text{фп}}$, К	1234,93	$\pm 1,3$	$\pm 1,3$
		$H_{\text{фп}}$, Дж/г	104,6	$\pm 0,5$	$\pm 0,5$
ГСО 11896–2022	СОТСФ-2- Au	$T_{\text{фп}}$, К	1337,33	$\pm 1,4$	$\pm 1,4$
		$H_{\text{фп}}$, Дж/г	63,7	$\pm 0,25$	$\pm 0,25$

металлов совпадают в пределах погрешности использованного нами метода измерений с реперными точками МТШ-90 [16]. Значения $H_{\text{фп}}$ для металлов близки к данным, приведенным в [17], а также в ряде других источников [1, 4, 8, 11]. Аналогично для солей металлов значения температуры фазовых переходов согласуются с полученными нами результатами лучше, чем значения энтальпии фазовых превращений [18].

Имеющиеся различия могут быть обусловлены, в первую очередь, отличиями в химическом составе микропримесей в составе исследованных в разных работах веществ, а также некоторыми различиями в пробоподготовке и проведении измерений, избежать влияния которых полностью, даже при самом тщательном выполнении рекомендации GTEFTA и ICTAC [11], очень затруднительно.

Принимая во внимание полученные результаты по другим материалам и правильность выбранного метода и условий эксперимента, можно сделать вывод о том, что полученные значения являются представительными.

Прослеживаемость аттестованных значений температуры фазового перехода обеспечена к единице температуры ($^{\circ}\text{C}$), воспроизводимой Государственным первичным эталоном единицы температуры в диапазоне от 0°C до 3200°C ГЭТ 34–2020, посредством применения при измерениях температуры фазового перехода стандартных образцов In, Sn, Zn, Al, Ag и Au, являющихся реперными точками Международной шкалы температуры (МТШ-90). Вышеописанная процедура может быть рекомендована для определения характеристик иных высокочистых металлов и их солей, а также для аттестации СО на их основе.

Заключение

Целью данной работы являлась разработка и аттестация новых стандартных образцов утвержденного типа температуры фазовых переходов на основе высокочистых металлов и солей металлов, прослеживаемых к единице SI величины «температура» $^{\circ}\text{C}$ для приборов термического анализа, в первую очередь – для приборов ДСК/ДТА.

В ходе экспериментальных исследований методом дифференциальной сканирующей калориметрии с применением термоанализатора STA 449 F5 Jupiter из состава ГЭТ 173–2017 определены аттестованные значения $T_{\text{фп}}$ СО. 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.

Получены метрологические характеристики исследуемой партии СО: температура фазового перехода ($T_{\text{фп}}$), удельная энтальпия фазового перехода ($H_{\text{фп}}$). Аттестованные значения $T_{\text{фп}}$ для разработанных СО на основе высокочистых металлов (Bi, Al, Ag, Au) согласуются с температурами реперных точек МТШ-90 с точностью не хуже $\pm 0,01^{\circ}\text{C}$. Аттестованные значения $H_{\text{фп}}$ СО на основе высокочистых Bi, Al, Ag, Au согласуются с результатами, приведенными в [1, 6, 8, 9, 11, 18], в пределах от 0,3 до 1,3 %.

Аналогично для СО на основе высокочистых солей металлов (Ag_2SO_4 , CsCl, BaCO_3) – также наблюдается достаточно хорошее соответствие аттестованных значений $T_{\text{фп}}$ и $H_{\text{фп}}$ справочным данным. Например, для BaCO_3 полученное нами значение $T_{\text{фп}}$ – практически совпадает, а значение $H_{\text{фп}}$ отличается от полученных в [18] результатов на 2,7 %.

Разработанные СО прошли метрологическую экспертизу и внесены в Реестр утвержденных типов стандартных образцов ФИФ ОЕИ в качестве комплекта стандартных образцов утвержденного типа температуры и удельной энтальпии фазовых переходов (набор СО СОТСФ-2) ГСО 11890–2022/ГСО 11896–2022.

С точки зрения практической значимости полученных результатов аттестованные СО позволяют расширить возможности: а) установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики установок и средств измерений термического анализа; б) аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений температуры фазовых переходов в металлах, солях металлов, оксидах металлов, полимерных материалах, органических и неорганических веществах.

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: Непомилуев А. М. – разработка замысла исследования, разработка концепции исследования, проведение исследовательских работ; Шипицын А. П. – разработка методологии/методики,

осуществление формального анализа, написание чернового варианта статьи, проведение исследовательских работ; Тюрнина А. Е.—проверка и редакция текста статьи.

Contribution of the authors: Nepomiluev A. M.—development of the research concept, conducting research work; Shipitsyn A. P.—development of a methodology/procedure, implementation of a formal analysis, writing a draft version of the article, conducting research work; Tyurnina A. E.—manuscript revision and editing.

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

- Standards, calibration, and guidelines in microcalorimetry. Part 2. Calibration standards for differential scanning calorimetry (IUPAC Technical Report) / G. D. Gatta [et al.] // *Pure and Applied Chemistry*. 2006. Vol. 78, № 7. P. 1455–1476. <https://doi.org/10.1351/pac200678071455>
- Hill J. O. For better thermal analysis and calorimetry // *International Confederation for Thermal Analysis*. 3rd ed. 1991.
- Die temperaturkalibrierung dynamischer kalorimeter / G. W. H. Höhne [et al.] // *PTB-Mitteilungen*. 1990. Vol. 100, № 1. P. 25–31.
- The temperature calibration of scanning calorimeters / G. W. H. Höhne [et al.] // *Thermochica Acta*. 1990. Vol. 160, № 1. P. 1–12. [https://doi.org/10.1016/0040-6031\(90\)80235-Q](https://doi.org/10.1016/0040-6031(90)80235-Q)
- Die temperaturkalibrierung dynamischer Kalorimeter II. Kalibriersubstanzen. / H. K. Cammenga [et al.] // *PTB-Mitteilungen*. 1992. Vol. 102, № 1. P. 13–18.
- The temperature calibration of scanning Kalorimeters. Part 2. Calibration substances / H. K. Cammenga [et al.] // *Thermochica Acta*. 1993. Vol. 219. P. 333–342. [https://doi.org/10.1016/0040-6031\(93\)80510-H](https://doi.org/10.1016/0040-6031(93)80510-H)
- Die kalorische kalibrierung dynamischer Kalorimeter / S. M. Sarge [et al.] // *PTB-Mitteilungen*. 1993. Vol. 103. P. 491–512.
- The caloric calibration of scanning calorimeters / S. M. Sarge [et al.] // *Thermochica Acta*. 1994. Vol. 247, № 2. P. 129–168. [https://doi.org/10.1016/0040-6031\(94\)80118-5](https://doi.org/10.1016/0040-6031(94)80118-5)
- Metrologically based procedure for the temperature, heat and heat flow rate calibration of DSC / S. M. Sarge [et al.] // *Journal of Thermal Analysis*. 1997. Vol. 49. P. 1125–1134. <https://doi.org/10.1007/BF01996802>.
- Donald G. A., Richard W. C. Thermodynamic properties of the NaCl+H₂O system. 4. Heat capacities of H₂O and NaCl(aq) in cold-stable and supercooled states // *The Journal of Physical Chemistry B*. 2000. Vol. 104, № 35. P. 8563–8584. <https://doi.org/10.1021/jp0003914>
- Gmelin E., Sarge S. M. Calibration of differential scanning calorimeters // *Pure and Applied Chemistry*. 1995. Vol. 67, № 11. P. 1789–1800. <http://dx.doi.org/10.1351/pac199567111789>.
- Государственный первичный специальный эталон единиц удельной энтальпии и удельной теплоемкости твердых тел в диапазоне температур от 700 до 1800 К ГЭТ 67–2013 / В. В. Казанцев [и др.] // *Измерительная техника*. 2015. № 2. С. 11–17.
- Попов М. М. Термометрия и калориметрия. 2-е изд. перераб. М.: Из-во Московского Университета, 1954. 943 с.
- Жарский И. М., Новиков Г. И. Физические методы исследования в неорганической химии: учебное пособие для химических и химико-технологических вузов. М.: Высшая школа, 1988. 271 с.
- Thermal analysis study of phase transformations of magnesium and calcium methanesulfonates / D. A. Kosova [et al.] // *Russian Journal of Inorganic Chemistry*. 2020. Vol. 65, № 5. P. 752–757. <https://doi.org/10.31857/S0044457X200501282020>
- Preston-Thomas H. The international temperature scale of 1990 (ITS-90) // *Metrologia*. 1990. Vol. 27, № 1. P. 3–10. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/27/1/002>
- Temperature, heat and heat flow rate calibration of scanning calorimeters in the cooling mode / S. M. Sarge [et al.] // *Thermochica Acta*. 2000. Vol. 361, № 1–2. P. 1–20. [https://doi.org/10.1016/S0040-6031\(00\)00543-8](https://doi.org/10.1016/S0040-6031(00)00543-8).
- Earnest C. M., Miller E. T. An assessment of barium and strontium carbonates as temperature and enthalpy standards // *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. 2017. Vol. 130. P. 2277–2282. <https://doi.org/10.1007/s10973-017-6539-2>

REFERENCES

- Gatta G. D., Richardson M. J., Sarge S. M., Stölen S. Standards, calibration, and guidelines in microcalorimetry. Part 2. Calibration standards for differential scanning calorimetry (IUPAC Technical Report). *Pure and Applied Chemistry*. 2006;78(7):1455–1476. <https://doi.org/10.1351/pac200678071455>

2. Hill J. O. For better thermal analysis and calorimetry. In: International Confederation for Thermal Analysis. 3rd ed. 1991.
3. Höhne G. W. H., Cammenga H. K., Eysel W., Gmelin E., Hemminger W. Die temperaturkalibrierung dynamischer kalorimeter. *PTB-Mitteilungen*. 1990;100(1):25–31.
4. Höhne G. W. H., Cammenga H. K., Eysel W., Gmelin E., Hemminger W. The temperature calibration of scanning calorimeters. *Thermochimica Acta*. 1990;160(1):1–12. [https://doi.org/10.1016/0040-6031\(90\)80235-Q](https://doi.org/10.1016/0040-6031(90)80235-Q)
5. Cammenga H. K., Eysel W., Gmelin E., Hemminger W., Höhne G. W. H., Sarge S. M. Die temperaturkalibrierung dynamischer Kalorimeter II. Kalibriersubstanzen. *PTB-Mitteilungen*. 1992;102(1):13–18.
6. Cammenga H. K., Eysel W., Gmelin E., Hemminger W., Höhne G. W. H., Sarge S. M. The temperature calibration of scanning Kalorimeters. Part 2. Calibration substances. *Thermochimica Acta*. 1993;219:333–342. [https://doi.org/10.1016/0040-6031\(93\)80510-H](https://doi.org/10.1016/0040-6031(93)80510-H)
7. Sarge S. M., Gmelin E., Höhne G. W. H., Cammenga H. K., Hemminger W., Eysel W. Die kalorische kalibrierung dynamischer Kalorimeter. *PTB-Mitteilungen*. 1993;103:491–512.
8. Sarge S. M., Gmelin E., Höhne G. W. H., Cammenga H. K., Hemminger W., Eysel W. The caloric calibration of scanning calorimeters. *Thermochimica Acta*. 1994;247(2):129–168. [https://doi.org/10.1016/0040-6031\(94\)80118-5](https://doi.org/10.1016/0040-6031(94)80118-5)
9. Sarge S. M., Hemminger W., Gmelin E., Höhne G. W. H., Cammenga H. K., Eysel W. Metrologically based procedure for the temperature, heat and heat flow rate calibration of DSC. *Journal of Thermal Analysis*. 1997;49:1125–1134. <https://doi.org/10.1007/BF01996802>.
10. Donald G. A., Richard W. C. Thermodynamic properties of the NaCl+H₂O system. 4. Heat capacities of H₂O and NaCl(aq) in cold-stable and supercooled states. *The Journal of Physical Chemistry B*. 2000;104(35):8563–8584. <https://doi.org/10.1021/jp0003914>
11. Gmelin E., Sarge S. M. Calibration of differential scanning calorimeters. *Pure and Applied Chemistry*. 1995;67(11):1789–1800. <http://dx.doi.org/10.1351/pac199567111789>
12. Kazantsev V. V., Cherepanov V. I., Sennikova V. N., Averkiev M. V. National primary special standard GET 67–2013 for the units of specific enthalpy and specific heat of solids at temperatures in the 700–1800 K range. *Measurement Techniques*. 2015;58(2):121–126. <https://doi.org/10.1007/s11018-015-0673-7>
13. Popov M. M. Thermometry and calorimetry. 2nd ed. Moscow: Moscow University publ; 1954. 943 p. (In Russ.).
14. Zharskiy I. M., Novikov G. I. Physical research methods in inorganic chemistry: textbook for chemical and chemical-technological universities. Moscow: Vysshaya shkola; 1988. 271 p. (In Russ.).
15. 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. <https://doi.org/10.31857/S0044457X200501282020>
16. Preston-Thomas H. The international temperature scale of 1990 (ITS-90). *Metrologia*. 1990;27(1):3–10. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/27/1/002>
17. Sarge S. M., Höhne G. W. H., Cammenga H. K., Eysel W., Gmelin E. Temperature, heat and heat flow rate calibration of scanning calorimeters in the cooling mode. *Thermochimica Acta*. 2000;361(1–2):1–20. [https://doi.org/10.1016/S0040-6031\(00\)00543-8](https://doi.org/10.1016/S0040-6031(00)00543-8)
18. Earnest C. M., Miller E. T. An assessment of barium and strontium carbonates as temperature and enthalpy standards. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. 2017;130:2277–2282. <https://doi.org/10.1007/s10973-017-6539-2>

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

- ASTM E473–16 Standard terminology relating to thermal analysis and rheology. <https://doi.org/10.1520/E0473-16>
- ASTM E967–08 Standard practice for temperature calibration of differential scanning calorimeters and differential thermal analyzers. <https://doi.org/10.1520/E0967-08>
- DIN51004:1992 Thermal analysis; determination of melting temperatures of crystalline materials by differential thermal analysis. Beuth-Verlag, Berlin: Deutsches Institut for Normung; 1994. 4 p.
- DIN51007:1994 Thermal analysis; differential thermal analysis; principles. Beuth-Verlag, Berlin: Deutsches Institut for Normung; 1994. 11 p.
- Gesellschaft für Thermische Analyse (GEFTA) // GEFTA [website]. URL: <https://www.gefta.org/index.php> (дата обращения: 10.10.2022).
- International Confederation for Thermal Analysis and Calorimetry (ICTAC). // ICTAC [website]. URL: <http://www.ictac.org/index.html> (дата обращения: 10.10.2022).
- ISO 9000:2015 Quality management systems – Fundamentals and vocabulary. Available via ISO. <https://www.iso.org/ru/standard/45481.html>. (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. М.: 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. М.: Стандартинформ, 2019. 14 с.
- ГОСТ Р 8.872–2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений удельной энтальпии и удельной теплоемкости твердых тел в диапазоне температуры от 700 до 1800 К = State system

for ensuring the uniformity of measurements. State verification schedule for means of measuring specific enthalpy and specific heat-conduction of solid frames in the range of temperature from 700 to 1800 K. М.: Стандартинформ, 2014. 8 с.

ГСО 1363–78 Стандартный образец утвержденного типа термодинамических свойств (хлористый калий) (СОТС-5) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2018. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/394230> (дата обращения: 14.10.2022).

ГСО 2312–82/2316–82 Стандартный образец утвержденного типа температур и теплот фазовых переходов (комплект СОТСФ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2022. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/393963> (дата обращения: 14.10.2022).

ГСО 11890–2022/ГСО 11896–2022 Стандартный образец утвержденного типа температуры и удельной энтальпии фазовых переходов металлов и солей металлов (набор СО СОТСФ-2) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2022. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1398408> (дата обращения: 14.10.2022).

ГЭТ 34–2020 Государственный первичный эталон единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С / институт-хранитель УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2013. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/1385580> (дата обращения: 14.10.2022).

ГЭТ 67–2013 Государственный первичный эталон единиц удельной энтальпии и удельной теплоемкости твердых тел в диапазоне температуры от 700 до 1800 К / институт-хранитель УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2013. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397945> (дата обращения: 14.10.2022).

ГЭТ 173-2017 Государственный первичный эталон единиц массовой доли, массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах / институт-хранитель УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397857> (дата обращения: 14.10.2022).

М.221.0029/RA.RU.311866/2021 Методика измерений температуры фазовых переходов высокочистых металлов и неорганических соединений методом дифференциальной сканирующей калориметрии: УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2021. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/16/items/1391509>. (дата обращения: 14.10.2022).

Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology> (дата обращения: 14.10.2022).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

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

Россия, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
nepomiluevam@uniim.ru
<https://orcid.org/0000-0002-8654-9189>

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>

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
anastasiya.uniim@mail.ru
<https://orcid.org/0000-0002-2032-3427>

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Andrei M. Nepomiluev – Cand. Sci. (Chem.), Senior Researcher of the laboratory of thermometry and surface density, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology

4 Krasnoarmeyskaya str., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: nepomiluevam@uniim.ru
<https://orcid.org/0000-0002-8654-9189>

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

4 Krasnoarmeyskaya str., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: shipitsyn@uniim.ru
<https://orcid.org/0000-0002-8499-369X>

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

4 Krasnoarmeyskaya str., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: anastasiya.uniim@mail.ru
<https://orcid.org/0000-0002-2032-3427>

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Научная статья

УДК 546:544.582:53.089.68

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-51-62>



Разработка стандартных образцов изотопного состава диоксида углерода для ^{13}C -уреазного дыхательного теста

Я. К. Чубченко  

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия
 ycc@b10.vniim.ru

Аннотация: В настоящий момент в РФ существует более 30 стандартов и аттестованных методик измерений по определению отношений изотопов углерода, кислорода, водорода. Реализованные в данных документах методики основаны на применении стандартных образцов зарубежного производства. Аналогичные стандартные образцы отечественного производства не выпускаются, в связи с чем широкое применение данного метода в ближайшее время будет существенно ограничено.

Цель исследования состояла в разработке стандартных образцов изотопного состава диоксида углерода для ^{13}C -уреазного дыхательного теста. Для достижения поставленной цели потребовалось решить следующие задачи: разработать методику изготовления стандартного образца, изготовить опытную партию стандартного образца, провести испытания с целью утверждения типа стандартного образца.

Стандартный образец изготавливался посредством гравиметрического смешивания двух диоксидов углерода разного изотопного состава из разных источников с синтетическим воздухом. Расчет пропорции смешивания двух газовых источников диоксида углерода осуществлялся при помощи специально разработанного метода. Исследования стабильности стандартного образца выполнены методом ускоренного старения. Проведены испытания с целью утверждения типа стандартного образца: регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений ГСО 11999–2022.

Достигнутые результаты обладают практической значимостью, потому что разработанные стандартные образцы могут улучшить точностные характеристики и достоверность ^{13}C -уреазного дыхательного теста. В сравнении с разработанными ранее стандартными образцами разработанные нами стандартные образцы имеют более высокую химическую чистоту. Разработанная методика приготовления позволяет получить газовую смесь с заданным отношением изотопов кислорода, соответствующим изотопному составу кислорода в выдыхаемом воздухе, алкогольной и пищевой продукции, парниковых газах. Себестоимость разработанных нами стандартных образцов существенно ниже, чем стандартных образцов, изготовленных из изотопически чистых веществ. Дальнейшие исследования будут направлены на разработку СО отношений изотопов углерода, кислорода, водорода в жидких, твердых и газообразных средах, в том числе – с целью импортозамещения СО зарубежного производства. При этом будет использована разработанная методика гравиметрического приготовления СО из чистых веществ разного изотопного состава для получения материалов, имеющих широкий диапазон аттестованных значений изотопного состава.

Ключевые слова: метрология, стабильные изотопы, изотопная масс-спектрометрия, изотопная инфракрасная спектроскопия, стандартные образцы изотопов, стандартные образцы изотопного состава, изотопный дыхательный тест, ^{13}C -уреазный дыхательный тест

Ссылка при цитировании: Чубченко Я. К. Разработка стандартных образцов изотопного состава диоксида углерода для ¹³C-уреазного дыхательного теста // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 4. С. 51–62 <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-51-62>

Статья поступила в редакцию 29.12.2022; одобрена после рецензирования 15.02.2023; принята к публикации 25.05.2023.

REFERENCE MATERIALS

Research Article

Development of Isotopic Reference Materials for ¹³C-Urea Breath Tests

Ian K. Chubchenko  

D. I. Mendeleev Institute for Metrology, St. Petersburg, Russia
 ycc@b10.vniim.ru

Abstract: Over 30 standards and certified measurement techniques are currently used in Russia to determine carbon, oxygen, and hydrogen isotope ratios. The techniques implemented in these documents are based on foreign reference materials (RMs). Similar domestically-produced RMs are not available, which makes the use of these techniques limited in the near future. This study aims to develop a certified RM (CRM) for the isotopic composition of carbon dioxide for ¹³C-urea breath tests. The following objectives were formulated: to develop a technique for obtaining RMs; to manufacture an RM pilot batch; to carry out type approval tests. The RM was manufactured by gravimetric mixing of carbon dioxide of two different isotopic composition from different sources with synthetic air. The mixing ratio was calculated using a specially developed technique. The RM stability was tested by an accelerated aging procedure. Following type approval tests, the developed CRM was included in the Federal Information Fund for Ensuring the Uniformity of Measurements under the registration number GSO 11999–2022. The practical significance of the obtained results is related to the possibility of using the developed CRM for improving the accuracy and validity of ¹³C-urea breath tests. Compared to the analogs, the developed CRM demonstrates a higher chemical purity.

Keywords: Metrology, Stable isotope, Isotope-ratio mass spectrometry, Isotope-ratio infrared spectroscopy, Isotopic reference materials, Isotopic composition reference materials, Isotopic breath test, ¹³C-Urea breath test

For citation: Chubchenko I. K. A. Development of isotopic reference materials for ¹³C-urea breath tests. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(4):51–62. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-51-62>

The article was submitted 29.12.2022; approved after reviewing 15.02.2023; accepted for publication 25.05.2023.

Введение

В настоящее время метод изотопного анализа становится все более востребованным и активно внедряется в различных сферах деятельности, в том числе: 1) в пищевой промышленности – для контроля качества и подтверждения безопасности соковой продукции по ТР ТС 023/2011 и алкогольной продукции по ТР ЕАЭС 047/2018; 2) в области здравоохранения – для диагностики и лечения язвенной болезни согласно приказу Минздрава РФ № 611н от 10.06.2021, определения функционального состояния печени

и допинг-контроля спортсменов в соответствии с рекомендациями WADA; 3) при таможенном контроле – для подтверждения безопасности и правильности декларирования ввозимой продукции; 4) в области метеорологии и атмосферного мониторинга – для анализа углеродного следа, изучения гидрологического цикла, геохимического цикла углерода; 5) в области нефтегазовой промышленности – при проведении поисково-разведочных работ; 6) в области криминалистики – для определения происхождения веществ и материалов; 7) в области научных исследований – для изучения

истории климата и уточнения фундаментальных физических постоянных. В РФ эксплуатируется порядка 200 средств измерений (далее – СИ) изотопного состава элементов, которые, в свою очередь, градуируются, калибруются, поверяются при помощи порядка 2000 стандартных образцов (далее – СО).

В настоящий момент в РФ существует более 30 стандартов и аттестованных методик измерений по определению отношений изотопов углерода, кислорода, водорода. Реализованные в данных документах методики основаны на применении СО зарубежного производства (МАГАТЭ, NIST, IRMM, USGS и др.). Аналогичные СО отечественного производства не выпускаются, в связи с чем широкое применение данного метода в ближайшее время будет существенно ограничено. Поэтому в РФ задача разработки СО изотопного состава является чрезвычайно актуальной.

Рекомендуемой IUPAC характеристикой изотопного состава является дельта значение отношения изотопов [1], например, дельта значение отношения изотопов углерода $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$, которое представляет из себя относительное отклонение величины отношения изотопов от нуля дельта шкалы VPDB.

В соответствии с решением ВРМ СИМ/104–26, прослеживаемость дельта значений отношений изотопов к единице величины «дельта значений отношений изотопов», воспроизводимой международной эталонной дельта шкалой отношений изотопов, обеспечена посредством применения соответствующих международных стандартных образцов, указанных в СИМ/104–26.

Наиболее востребованными СО являются СО изотопного состава углерода, кислорода и водорода в жидких, твердых и газообразных средах. В мире изготовлено более 20 СО водорода, 40 СО углерода, 55 СО кислорода и 20 СО азота. Однако более 70 % СО в данный момент израсходовано и недоступно для приобретения в соответствии со списком доступных СО МАГАТЭ.

В работе [2] описан процесс изготовления стандартного образца изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода ГСО 11037–2018. Он заключается в том, что изотопически чистые газы $^{12}\text{CO}_2$ и $^{13}\text{CO}_2$ в заранее заданной пропорции, которую находят расчетным путем, при помощи гравиметрического метода смешивают с добавлением кислорода и азота для получения заданных значений объемной доли диоксида углерода-12 и диоксида углерода-13. Интервалы допускаемых аттестованных значений: 1) объемная доля диоксида углерода-12 ($^{12}\text{CO}_2$) – от 0,010 до 99,9 %; 2) объемная доля диоксида углерода-13 ($^{13}\text{CO}_2$) – от 0,010 до 1,10 %;

3) характеристика изотопного состава углерода $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$ – от -4 до -55 ‰.

В работе [3] описан процесс изготовления СО изотопного состава диоксида углерода. Он заключается в отборе газа из различных источников, удалении паров воды из отобранных газов и запаивании в стеклянные ампулы объемом 0,25 дм³. После запаивания ампулы помещались в печь при 70 °С на 24 часа, чтобы ускорить возможные реакции изотопного обмена.

В соответствии с паспортом СО, приведенным на сайте МАГАТЭ, процесс изготовления СО VSMOW2 заключается в смешивании в соответствующих пропорциях трех отобранных проб пресной воды, полученных из озера Браччано, Италия, озера Галилея, Израиль, и из колодца, расположенного рядом с Каиром, Египет. Значение $\delta^2\text{H}$ одного из исходных материалов изменено с помощью реакции диффузионного обмена водорода между исходной и дейтерированной водой.

В работе [4] описан процесс изготовления СО IAEA-603, где для приготовления СО были измельчены и просеяны 80 кг каррарского мрамора, чтобы собрать около 15 кг фракции с размером зерен от 200 до 500 мкм. Выбранная фракция была гомогенизирована и разделена на 31 экземпляр СО.

Таким образом, изготовление СО изотопного состава обычно заключается в отборе образцов различного природного происхождения при необходимости их смешивания и корректировки изотопного состава одного из элементов с помощью реакции изотопного обмена, очистки от примесей, дегазации и деминерализации (жидкие СО), дробления и отбора определенной фракции (твердые СО), сушки, гомогенизации за счет перемешивания, фасовки в герметичные ампулы.

Однородность обычно исследуется посредством анализа случайно выбранных из партии экземпляров СО. Стабильность исследуется в соответствии с ГОСТ ISO Guide 35–2015 за счет сравнения с ранее приготовленными стабильными СО. При изготовлении используется метод смешивания изотопически чистых веществ. Однако СО, полученные путем смешивания изотопически чистых веществ, не обладают достаточной химической чистотой. Кроме того, в случае с диоксидом углерода невозможно получить газовую смесь с заданным отношением изотопов кислорода, соответствующим изотопному составу кислорода в выдыхаемом воздухе, алкогольной и пищевой продукции, парниковых газов. Стоимость изотопически чистых веществ существенно выше, чем чистых веществ разного изотопного состава.

Основная проблема заключается в отсутствии газовых СО изотопного состава диоксида углерода, которые

можно использовать для калибровки, поверки и градуировки приборов, применяемых при выполнении ¹³C-уреазного дыхательного теста. Тест состоит в том, что пациент выдыхает в изотопный анализатор первую пробу воздуха, затем принимает водный раствор мочевины, обогащенной изотопом углерода ¹³C, и выдыхает в изотопный анализатор вторую пробу воздуха. В случае наличия в желудке *H. Pylori* изотопный состав первой и второй пробы существенно отличается [5].

В настоящий момент контроль точности измерений осуществляется следующим образом: до выполнения теста оператор заполняет выдыхаемым воздухом два мешка для сбора проб, выполняет их анализ и сравнивает результаты. Если разность результатов меньше определенного значения, то тест считается пройденным успешно. Дрейф, линейность анализатора по концентрации и отношению изотопов CO₂ не оцениваются. Прослеживаемость к международной дельта-шкале отношений изотопов отсутствует. Как показывает опыт исследований метрологических характеристик изотопных анализаторов, не учет данных факторов может приводить к существенным ошибкам [6–8].

Целью данного исследования является разработка стандартных образцов изотопного состава диоксида углерода для ¹³C-уреазного дыхательного теста. Для достижения поставленной цели потребовалось решить следующие задачи: разработать методику изготовления CO, изготовить опытную партию CO, провести испытания с целью утверждения типа CO.

Материалы и методы

Материал CO представляет собой искусственную газовую смесь, состоящую из синтетического воздуха и диоксида углерода, имеющую в своем составе изотопологи ¹²C¹⁶O₂, ¹³C¹⁶O₂ и ¹²C¹⁸O¹⁶O. В зависимости от компонентного состава и содержания компонентов смесь находится под давлением от 0,1 до 15 МПа в баллоне.

CO изготавливался путем гравиметрического смешивания двух диоксидов углерода разного изотопного состава из разных источников с синтетическим воздухом.

Перед гравиметрическим смешиванием выполняли анализ примесей в исходных чистых газах: кислороде, азоте, диоксиде углерода. Для этого кислород подавался на установку на базе газового хроматографа «TGA 1326» и «МАЭСТРО GX». При этом выполняли измерения основных примесей: криптона, аргона, водорода, оксида углерода (II), оксида углерода (IV), метана, азота и воды.

Азот подавали в установку на базе газового хроматографа «TGA 1326» и «Agilent-7890B»,

а также на электрохимические газоанализаторы «Delta F310-H0050M» и «Delta F310E-S10000». Анализ основных примесей проводили для аргона, водорода, оксида углерода (II), оксида углерода (IV), метана, воды и кислорода.

Диоксид углерода подавали на установку на базе газового хроматографа «XPOMOC GX 1000» и «Agilent-7890B». Анализ основных примесей проводили для водорода, оксида углерода (II), метана, азота, воды и кислорода.

Кроме того, диоксид углерода из двух разных источников подавали на изотопный масс-спектрометр (далее – ИМС) модели isoprime precisION для измерения изотопного состава. Измеренные значения отношений стабильных изотопов углерода δ¹³C и кислорода δ¹⁸O, а также измеренные значения примесей в исходных чистых газах использовали для расчета пропорции смешивания компонентов, входящих в состав CO.

Определение масс компонентов для получения требуемых значений изотопного состава выполняли с помощью специально разработанной методики, которая заключалась в расчете изотопных распространенностей ¹²C¹⁶O₂, ¹³C¹⁶O₂ и ¹²C¹⁸O¹⁶O в исходных компонентах при помощи ранее измеренных отношений стабильных изотопов углерода и кислорода. Расчет пропорции смешивания двух газовых источников диоксида углерода при помощи заданных значений отношений изотопов осуществляли следующим образом:

– по измеренным значениям δ¹³C в двух источниках диоксида углерода определяли отношение изотопов углерода ¹³C/¹²C (¹³R):

$${}^{13}\text{R} = 0,01118 \times \left(\frac{1 + \delta^{13}\text{C}}{1000} \right) \quad (1)$$

– по измеренным значениям δ¹⁸O в двух источниках определяли отношение изотопов кислорода ¹⁸O/¹⁶O (¹⁸R) и ¹⁷O/¹⁶O (¹⁷R):

$${}^{17}\text{R} = 0,0003931 \times \left(\frac{1 + \delta^{18}\text{O}}{1000} \right)^{0,52} \quad (2)$$

$${}^{18}\text{R} = 0,00208835 \times \left(\frac{1 + \delta^{18}\text{O}}{1000} \right) \quad (3)$$

– по рассчитанным значениям отношений изотопов ¹³R определяли изотопную распространенность углерода-12 (¹²X)

$${}^{12}\text{X} = \frac{1}{1 + {}^{13}\text{R}} \quad (4)$$

– по рассчитанным значениям отношений изотопов ^{17}R и ^{18}R определяли изотопные распространенности кислорода-16 (^{16}X) и кислорода-18 (^{18}X):

$$^{16}\text{X} = \frac{1}{1 + ^{17}\text{R} + ^{18}\text{R}} \quad (5)$$

$$^{18}\text{X} = ^{16}\text{X} \times ^{18}\text{R} \quad (6)$$

– по рассчитанным значениям распространенностей изотопов определяли распространенности изотопологов $^{12}\text{C}^{16}\text{O}^{16}\text{O}$ (^{626}X), $^{13}\text{C}^{16}\text{O}^{16}\text{O}$ (^{636}X), $^{12}\text{C}^{18}\text{O}^{16}\text{O}$ (^{628}X):

$$^{626}\text{X} = ^{12}\text{X} \times ^{16}\text{X} \times ^{16}\text{X} \quad (7)$$

$$^{636}\text{X} = (1 - ^{12}\text{X}) \times ^{16}\text{X} \times ^{16}\text{X} \quad (8)$$

$$^{628}\text{X} = ^{12}\text{X} \times ^{16}\text{X} \times ^{18}\text{X} \quad (9)$$

Аналогично вычисляли значения распространенностей изотопологов $^{12}\text{C}^{16}\text{O}_2$, $^{13}\text{C}^{16}\text{O}_2$ и $^{12}\text{C}^{18}\text{O}^{16}\text{O}$ в целевой газовой смеси на основе заданных значений $\delta^{13}\text{C}$ и $\delta^{18}\text{O}$.

По рассчитанным значениям распространенностей изотопологов $^{12}\text{C}^{16}\text{O}_2$, $^{13}\text{C}^{16}\text{O}_2$ и $^{12}\text{C}^{18}\text{O}^{16}\text{O}$ в двух источниках диоксида углерода и целевой газовой смеси находили пропорцию смешивания двух источников диоксида углерода для получения целевой газовой смеси:

$$Y = \frac{^{626}\text{X}_{\text{mix}} - ^{626}\text{X}_{\text{cyl1}}}{^{626}\text{X}_{\text{cyl2}} - ^{626}\text{X}_{\text{mix}}}, \quad (10)$$

где $^{626}\text{X}_{\text{mix}}$ – распространенность изотополога $^{12}\text{C}^{16}\text{O}_2$ в целевой газовой смеси,

$^{626}\text{X}_{\text{cyl1}}$ – распространенность изотополога $^{12}\text{C}^{16}\text{O}_2$ в первом источнике диоксида углерода,

$^{626}\text{X}_{\text{cyl2}}$ – распространенность изотополога $^{12}\text{C}^{16}\text{O}_2$ во втором источнике диоксида углерода.

Для гравиметрического смешивания компонентов CO использовалось оборудование, входящее в состав ГЭТ 154-2019. После приготовления CO повторно подавался на ИМС для измерений изотопного состава с целью аттестации CO. При этом для калибровки ИМС использовались международные CO (далее – MCO) NBS18, IAEA-603, IAEA-610, IAEA-611, IAEA-612, представляющие из себя различные природные формы карбонат кальция CaCO_3 . Для подачи MCO на ИМС проводили реакцию CaCO_3 с ортофосфорной кислотой H_3PO_4 , которая была приготовлена в соответствии с процедурой, описанной в [9].

Для этого в стеклянную виалу объемом 4 см³ помещали 220–380 мкг MCO. После тщательной продувки виалы гелием высокой чистоты для удаления атмосферного

воздуха закапывали ортофосфорную кислоту так, чтобы кислота полностью покрыла MCO. Реакция взаимодействия MCO с ортофосфорной кислотой протекала при температуре $(25 \pm 0.1)^\circ\text{C}$ в течении 24 часов в соответствии с рекомендациями [10]. После полного прохождения реакции полученный CO_2 в потоке гелия поступал на ИМС. Всего было приготовлено и подано на ИМС 120 виал с MCO, по 24 виалы каждого MCO. Измерения выполнялись в общей сложности 8 дней. Образцы подавались в следующем порядке: IAEA-610 (3 виалы) – NBS18 (3 виалы) – IAEA-603 (3 виалы) – анализируемый газ (10 виал) – IAEA-611 (3 виалы) – IAEA-612 (3 виалы). Выполнено 8 повторений указанной последовательности в течение 8 дней. В рамках контроля стабильности и однородности CO выполнено 40 измерений в течение 4 дней после ускоренного старения по РМГ 93–2015. Суть метода ускоренного старения заключалась в усилении факторов, вызывающих тренд аттестованной характеристики за счет нагрева CO. Для расчета продолжительности нагрева использовалась формула Вант-Гоффа. Продолжительность ускоренного старения составляла 6 суток при температуре 80 °C. Давление в баллоне при нагреве увеличилось с 9 до 11 МПа. Нагрев производился с помощью термопары и греющего кабеля, изображенного на рис. 1.



Рис. 1. Общий вид нагрева стандартного образца
Fig. 1. General view of reference material heating

Результаты и обсуждение

Разработаны СО изотопного состава диоксида углерода для ¹³C-урезного дыхательного теста.

Для этого проанализированы методы приготовления существующих СО изотопного состава и разработана методика приготовления СО отношения стабильных изотопов углерода и кислорода в воздухе, описанная в разделе «Материалы и методы».

Изготовлена опытная партия СО в количестве 7 баллонов под давлением двух типов: алюминиевый баллон Luxfer и алюминиевый баллон НПО «ПОИСК». В обоих типах баллонов были установлены вентили из латуни, все баллоны были объемом 1 дм³. Общий вид СО представлен на рис. 2.

Результаты аттестации и исследования однородности СО представлены в табл. 1. Всего выполнено 20 измерений СО из каждого баллона. В табл. 1 представлены усредненные по 10 измерениям значения X_1^A , X_2^A .



Рис. 2. Общий вид опытной партии стандартных образцов
Fig. 2. General view of the pilot batch of reference materials

Результаты исследования стабильности СО методом ускоренного старения в указанных ранее двух типах

Таблица 1. Результаты измерений дельта значения отношений изотопов углерода $\delta^{13}C$ и кислорода $\delta^{18}O$
Table 1. Measurement results for the delta value of carbon $\delta^{13}C$ and oxygen $\delta^{18}O$ isotope ratios

№ смеси	Наименование аттестуемой характеристики	Паспортное значение, ‰	Полученное значение аттестуемой характеристики, ‰				U, ***‰
			28.07.2022		12.08.2022		
			X_1^A *	$ X_1^A - X^{П**} $	X_2^A	$ X_2^A - X^{П} $	
1	$\delta^{13}C$	-5,0	-4,91	0,09	-4,69	0,09	0,4
	$\delta^{18}O$	-12,01	-11,62	0,39	-11,77	0,24	0,4
2	$\delta^{13}C$	-27,5	-27,17	0,33	-27,18	0,33	0,4
	$\delta^{18}O$	-29,33	-29,55	0,22	-29,41	0,08	0,4
3	$\delta^{13}C$	-43,35	-43,20	0,15	-43,11	0,24	0,4
	$\delta^{18}O$	-24,95	-24,56	0,39	-25,08	0,13	0,4
4	$\delta^{13}C$	-5,0	-4,69	0,31	-5,04	0,04	0,4
	$\delta^{18}O$	-12,01	-11,77	0,24	-11,71	0,30	0,4
5	$\delta^{13}C$	-27,5	-27,38	0,12	-27,21	0,29	0,4
	$\delta^{18}O$	-29,33	-29,21	0,13	-29,15	0,18	0,4
6	$\delta^{13}C$	-43,35	-43,24	0,11	-43,16	0,19	0,4
	$\delta^{18}O$	-24,95	-24,61	0,34	-25,19	0,24	0,4
7	$\delta^{13}C$	-43,35	-43,47	0,12	-43,41	0,06	0,4
	$\delta^{18}O$	-24,95	-24,83	0,12	-24,78	0,17	0,4

* X^A – полученное значение аттестуемой характеристики.

** $X^П$ – значение аттестуемой характеристики, указанное в паспорте СО.

*** U – значение расширенной неопределенности при коэффициенте охвата $k = 2$, установленной для данного типа СО (из описания типа СО).

баллонов представлены в табл. 2. Всего выполнено 44 измерения каждого баллона. В табл. 2 представлены усредненные по 22 измерениям значения X_1^A , X_2^A .

Результаты измерений $\delta^{13}\text{C}$ и $\delta^{18}\text{O}$ смеси № 3 до и после нагрева представлены на рис. 3 и 4. Результаты измерений до нагрева баллона представлены слева от вертикальной прямой, после нагрева – справа.

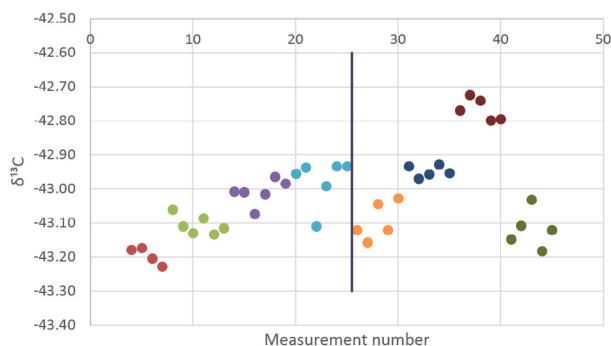


Рис. 3. Результаты измерений дельта значения отношений изотопов углерода $\delta^{13}\text{C}$

Fig. 3. Measurement results of the delta value of carbon isotope ratios $\delta^{13}\text{C}$

Всего выполнено 44 измерения в течение 8 дней. Среднеквадратическое отклонение (СКО) составило 0,13 ‰ для $\delta^{13}\text{C}$ и 0,24 ‰ для $\delta^{18}\text{O}$. Разница между средними значениями результатов измерений до и после нагрева меньше СКО результатов измерений и составляет менее 0,1 ‰, что подтверждает стабильность разработанных стандартных образцов.

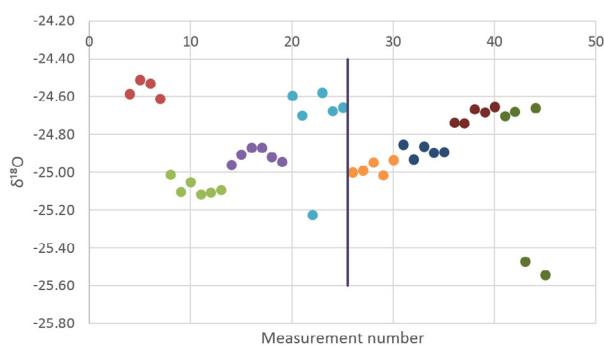


Рис. 4. Результаты измерений дельта значения отношений изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}$

Fig. 4. Measurement results of the delta value of oxygen isotope ratios $\delta^{18}\text{O}$

Таблица 2. Результаты исследования стабильности СО

Table 2. Results of the RM stability test

№ смеси	Тип баллона	Наименование аттестуемой характеристики	Измеренное значение аттестуемой характеристики				U***
			17.03.2022 (до нагрева)		06.05.2022 (после нагрева)		
			X_1^A *	$ X_1^A - X^{PI} $	X_2^A	$ X_2^A - X^{PI} $	
3	алюминиевый баллон Luxfer, вентиль латунь, объем 1 дм ³	Дельта значение отношений изотопов углерода $\delta^{13}\text{C}$, ‰	-43,09	0,26	-42,95	0,4	0,4
		Дельта значение отношений изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}$, ‰	-24,98	0,03	-24,89	0,06	0,4
7	алюминиевый баллон НПО «ПОИСК», вентиль латунь, объем 1 дм ³	Дельта значение отношений изотопов углерода $\delta^{13}\text{C}$, ‰	-43,43	0,08	-43,39	0,04	0,4
		Дельта значение отношений изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}$, ‰	-24,83	0,12	-24,88	0,07	0,4

* X^A – измеренное значение аттестуемой характеристики.

** X^{PI} – значение аттестуемой характеристики, указанное в паспорте экспериментального образца.

*** U – значение расширенной неопределенности при коэффициенте охвата $k = 2$, установленной для данного экспериментального образца.

Выполнены испытания с целью утверждения типа разработанных СО. Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (далее – ФИФ) – ГСО 11999–2022. Метрологические характеристики разработанных СО приведены в табл. 3.

Расширенная неопределенность разработанных СО удовлетворяет требованиям к точности выполнения ¹³C-уреазного дыхательного теста [11, 12]. Тест считается положительным, если разница изотопного состава между пробами составляет более 4 ‰, отрицательным – менее 3 ‰, промежуточным (пороговым) – от 3 ‰ до 4 ‰ [5].

Выполнено сравнение метрологических характеристик разработанных СО с СО зарубежного производства. Метрологические характеристики стандартных образцов производства Национального института стандартов и технологий (далее – НИСТ), США, представлены в табл. 4.

Как видно из табл. 3, значения расширенной неопределенности разработанных нами СО превышают

значения расширенной неопределенности СО производства NIST. Однако последние не подходят для калибровки приборов, используемых для выполнения ¹³C-уреазного дыхательного теста, так как имеют недостаточный объем – 0,001 дм³, в то время как объем изготовленных нами СО составляет более 10 дм³.

В сравнении с разработанными ранее ГСО 11037–2018 разработанные ГСО 11999–2022 имеют более высокую химическую чистоту. Кроме того, разработанная методика приготовления позволяет получить газовую смесь с заданным отношением изотопов кислорода, соответствующим изотопному составу кислорода в выдыхаемом воздухе, алкогольной и пищевой продукции, парниковых газах. Себестоимость разработанных СО существенно ниже, чем ГСО 11037–2018, изготовленных из изотопически чистых веществ.

С учетом полученных метрологических характеристик СО цель исследования достигнута – разработаны стандартные образцы изотопного состава диоксида углерода для ¹³C-уреазного дыхательного теста. Кроме того, разработанные СО могут быть использованы

Таблица 3. Нормированные метрологические характеристики разработанных СО
Table 3. Standardized metrological characteristics of the developed CRMs

Наименование аттестуемой характеристики, единицы величины	Интервал допускаемых аттестованных значений	Допускаемые значения расширенной неопределенности (U)* при $k = 2$ и $P = 0,95$
Дельта значение отношений изотопов углерода $\delta^{13}\text{C}$, ‰	от минус 50 до минус 5	0,4
Дельта значение отношений изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}$, ‰	от минус 30 до минус 5	0,4

* Численно равно границам допускаемых значений абсолютной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Примечание. Предел допускаемого относительного отклонения от номинальных значений аттестуемых характеристик: $\pm 2,0$ ‰ – для характеристики «дельта значение отношений изотопов».

Таблица 4. Метрологические характеристики стандартных образцов производства НИСТ
Table 4. Metrological characteristics of CRMs produced by NIST

Название СО	Дельта значение отношений изотопов углерода $\delta^{13}\text{C}$, ‰	Значение расширенной неопределенности $\delta^{13}\text{C}$ при коэффициенте охвата $k = 2$, ‰	Дельта значение отношений изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}$, ‰	Значение расширенной неопределенности $\delta^{18}\text{O}$ при коэффициенте охвата $k = 2$, ‰
RM 8562	–3,76	0,06	8,45	0,22
RM 8563	–41,56	0,12	–23,72	0,22
RM 8564	–10,45	0,08	0,19	0,20

для калибровки ИМС в области газовой, химической, пищевой, нефтеперерабатывающей промышленности, здравоохранения, атмосферного мониторинга, научных исследований.

Дальнейшие исследования будут направлены на разработку СО отношений изотопов углерода, кислорода, водорода в жидких, твердых и газообразных средах, в том числе – с целью импортозамещения СО зарубежного производства.

Заключение

Разработаны СО изотопного состава диоксида углерода для ^{13}C -уреазного дыхательного теста. Решены следующие задачи: разработана методика изготовления СО, изготовлена опытная партия СО, проведены испытания с целью утверждения типа СО. Регистрационный номер СО в ФИФ – ГСО 11999–2022.

Достигнутые результаты обладают практической значимостью, потому что разработанные СО могут улучшить точность измерений и повысить достоверность ^{13}C -уреазного дыхательного теста. Существующие СО изотопного состава диоксида углерода производства Национального института стандартов и технологий, США, имеют меньшую неопределенность аттестованных значений, однако из-за недостаточного объема не могут быть использованы для калибровки приборов, используемых для ^{13}C -уреазного дыхательного теста. При этом, расширенной неопределенности разработанных СО достаточно для удовлетворения требований к точности выполнения ^{13}C -уреазного дыхательного теста. Преимуществом разработанной методики изготовления является то, что в результате может быть изготовлен СО с любым изотопным составом в широком диапазоне отношений изотопов, что важно при выполнении калибровки, поверки и градуировки соответствующих приборов. В сравнении с разработанными ранее ГСО 11037–2018 разработанные СО имеют более высокую химическую чистоту. Кроме того, разработанная методика приготовления позволяет получить газовую смесь с заданным отношением изотопов кислорода, соответствующим изотопному составу кислорода в выдыхаемом воздухе, алкогольной и пищевой продукции, парниковых газах. Себестоимость разработанных СО существенно ниже, чем СО, изготовленных из изотопически чистых веществ.

Прослеживаемость аттестованных значений СО к единице величины «дельта значений отношений изотопов», воспроизводимой международной эталонной дельта шкалой отношений изотопов, обеспечена посредством применения соответствующих международных

стандартных образцов, что гарантирует признание результатов измерений на международном уровне.

Дальнейшие исследования будут направлены на разработку СО отношений изотопов углерода, кислорода, водорода в жидких, твердых и газообразных средах, в том числе – с целью импортозамещения СО зарубежного производства. При этом будет использована разработанная методика гравиметрического приготовления СО из чистых веществ разного изотопного состава для получения материалов, имеющих широкий диапазон аттестованных значений изотопного состава.

Благодарности: Статья выполнена в рамках договора № 02567567/12479/0505–20 от 04.12.2020 «Выполнение составной части опытно-конструкторской работы по разработке эталонного комплекса измерения массового расхода криогенных жидкостей; комплекса государственных первичных референтных методик измерений; эталонных установок и стандартных образцов для метрологического обеспечения измерений в медицинской лабораторной диагностике; комплекса для метрологического обеспечения цифровых электрических подстанций», шифр СЧ ОКР «Система-2020-М».

Все измерения проводились с использованием оборудования научно-исследовательского отдела государственных эталонов в области физико-химических измерений ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». Автор благодарит сотрудников и руководителя отдела канд. техн. наук Анну Викторовну Колобову за помощь в работе над исследованием.

Acknowledgements: This article was prepared under Contract No. 02567567/12479/0505–20 of December 4, 2020 “Performing a component part of development of a reference complex for measuring the cryogenic liquids mass flow rate; a complex of state primary reference measurement techniques; standard units and reference materials for metrological support of measurements in medical laboratory diagnostics; a complex for metrological support of digital electric substations,” SCh OKR “Sistema-2020-M” code.

All measurements were performed using the equipment of the research department of state standards in the field of physical and chemical measurements of D. I. Mendeleev All-Russian Institute for Metrology (VNIIM). The author would like to thank the staff and the head of the department, Dr. Anna Viktorovna Kolobova for their help in this study.

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. Assessment of international reference materials for isotope-ratio analysis (IUPAC Technical Report) / W. Brand [et al.] // *Pure and Applied Chemistry*. 2014. Vol. 86, № 3. P. 425–467. <https://doi.org/10.1515/pac-2013-1023>
2. Chubchenko Ya. K., Konopel'ko L. A. Development of a new type of reference standard for carbon isotopic composition // *Measurement Techniques*. 2018. Vol. 60. P. 1228–1232. <https://doi.org/10.1007/s11018-018-1344-2>
3. Verkouteren M. R. Preparation, characterization, and value assignment of carbon dioxide isotopic reference materials: RMs 8562, 8563 and 8564 // *Analytical Chemistry*. 1999. Vol. 71. P. 4740–4746.
4. Preparation and characterisation of IAEA-603, a new primary reference material aimed at the VPDB scale realisation for $\delta^{13}\text{C}$ and $\delta^{18}\text{O}$ determination / S. Assonov [et al.] // *Rapid Commun Mass Spectrom*. 2020. Vol. 34, № 20. P. e8867. <https://doi.org/10.1002/rcm.8867>
5. Плавник Р. Г. ^{13}C -уреазный дыхательный тест на *Helicobacter pylori* (клинические и организационные аспекты). М.: ИД МЕДПРАКТИКА-М, 2017. 36 с.
6. An optimized sampling system for highly reproducible isotope ratio measurements ($\delta^{13}\text{C}$ and $\delta^{18}\text{O}$) of pure CO_2 gas by infrared spectroscopy / J. Viallon [et al.] // *Metrologia*. 2020. Vol. 57, № 5. P. 055004. <https://doi.org/10.1088/1681-7575/ab948c>
7. SRS-sensor $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ isotops measurements for detecting *Helicobacter Pylori* / A. Grishkanich [et al.] // *Optical Fibers and Sensors for Medical Diagnostics and Treatment Applications*. 2018. Vol. XVIII, 10488. P. 198–209. <https://doi.org/10.1117/12.2295927>
8. Raman gas analyzer for detecting carbon isotopologues / V. V. Vitkin [et al.] // *Journal of Physics: Conference Series*. – IOP Publishing. 2019. Vol. 1399. P. 022033. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1399/2/022033>
9. (2005) Calcite- CO_2 mixed into CO_2 -free air: a new CO_2 -in-air stable isotope reference material for the VPDB scale / P. Ghosh [et al.] // *Rapid Communications in Mass Spectrometry*. 2005. № 19. P. 1097–1119. <https://doi.org/10.1002/rcm.1886>
10. Preparation and characterisation of IAEA-603, a new primary reference material aimed at the VPDB scale realisation for $\delta^{13}\text{C}$ and $\delta^{18}\text{O}$ determination / S. Assonov [et al.] // *Rapid Communications in Mass Spectrometry*. 2020. № 34. P. e8867. <https://doi.org/10.1002/rcm.8867>
11. *Helicobacter pylori* breath test by the Raman spectroscopy gas analyzer / E. E. Popov [et al.] // 20th International Conference Laser Optics, 20–24 June 2022, St. Petersburg, Russia. 2022.
12. Raman and CRDS isotopic resolution spectroscopy for biomedicine applications / A. Grishkanich [et al.] // *Journal of Physics: Conference Series* – IOP Publishing. 2019. Vol. 1379. P. 012050. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1379/1/012050>

REFERENCE

1. Brand W., Coplen T., Vogl J., Rosner M., Prohaska T. Assessment of international reference materials for isotope-ratio analysis (IUPAC Technical Report). *Pure and Applied Chemistry*. 2014;86(3):425–467. <https://doi.org/10.1515/pac-2013-1023>
2. Chubchenko Ya. K., Konopel'ko L. A. Development of a new type of reference standard for carbon isotopic composition. *Measurement Techniques*. 2018;(60):1228–1232. <https://doi.org/10.1007/s11018-018-1344-2>
3. Verkouteren M. R. Preparation, characterization, and value assignment of carbon dioxide isotopic reference materials: RMs 8562, 8563, and 8564. *Analytical Chemistry*. 1999;(71):4740–4746.
4. Assonov S., Groening M., Fajgelj A., Hélie J. F., Hillaire-Marcel C. (2020) Preparation and characterisation of IAEA-603, a new primary reference material aimed at the VPDB scale realisation for $\delta^{13}\text{C}$ and $\delta^{18}\text{O}$ determination. *Rapid Commun Mass Spectrom*. 2020;34(20): e8867. <https://doi.org/10.1002/rcm.8867>
5. Plavnik R. G. ^{13}C -urea breath test for *Helicobacter pylori* (clinical and organizational aspects). ID Moscow: MEDPRAKTIKA-M; 2017. 36 p. (In Russ.).
6. Viallon J., Flores E., Moussay P., Chubchenko I., Rolle F., Zhang T. et al. An optimized sampling system for highly reproducible isotope ratio measurements ($\delta^{13}\text{C}$ and $\delta^{18}\text{O}$) of pure CO_2 gas by infrared spectroscopy. *Metrologia*. 2020;57(5):055004. <https://doi.org/10.1088/1681-7575/ab948c>
7. Grishkanich A., Chubchenko Y., Elizarov V., Zhevnikov A., Konopelko L. SRS-sensor $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ isotops measurements for detecting *Helicobacter Pylori*. *Optical Fibers and Sensors for Medical Diagnostics and Treatment Applications*. 2018; XVIII(10488):198–209. <https://doi.org/10.1117/12.2295927>
8. Vitkin V. V., Chubchenko I. K., Polischuk A. V., Kovalev A. V., Popov E. E. Raman gas analyzer for detecting carbon isotopologues. *Journal of Physics: Conference Series* – IOP Publishing. 2019;(1399):022033. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1399/2/022033>

9. Ghosh P., Patecki M., Rothe M., Brand W. A. (2005) Calcite-CO₂ mixed into CO₂-free air: a new CO₂-in-air stable isotope reference material for the VPDB scale. *Rapid Communications in Mass Spectrometry* (19):1097–1119. <https://doi.org/10.1002/rcm.1886>
10. Assonov S., Groening M., Fajgelj A., Hélie J. F., Hillaire-Marcel C. Preparation and characterisation of IAEA-603, a new primary reference material aimed at the VPDB scale realisation for δ¹³C and δ¹⁸O determination. *Rapid Communications in Mass Spectrometry*. 2020;(34): e8867. <https://doi.org/10.1002/rcm.8867>
11. Popov E. E., Polishchuk A. V., Chubchenko I. K., Kuznetsova O. B., Vitkin V. V. Helicobacter pylori breath test by the Raman spectroscopy gas analyzer. In: *International Conference Laser Optics*, 20–24 June 2022, St. Petersburg, Russia. (In Russ.).
12. Grishkanich A., Chubchenko Y., Kustikova M., Zhevnikov A., Konopelko L. et al. Raman and CRDS isotopic resolution spectroscopy for biomedicine applications. *Journal of Physics: Conference Series.* – IOP Publishing. 2019;(1379):012050. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1379/1/012050>

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

IAEA-603 reference material calcite (CaCO₃) // IAEA. [website]. URL: <https://nucleus.iaea.org/sites/ReferenceMaterials/Pages/IAEA-603.aspx> (дата обращения: 20.08.2022).

IAEA-610 reference material carbonate ¹³C // IAEA. [website]. URL: <https://nucleus.iaea.org/sites/ReferenceMaterials/Pages/IAEA-610.aspx> (дата обращения: 20.08.2022).

IAEA-611 reference material carbonate ¹³C // IAEA. [website]. URL: <https://nucleus.iaea.org/sites/ReferenceMaterials/Pages/IAEA-611.aspx> (дата обращения: 20.08.2022).

IAEA-612 reference material carbonate ¹³C // IAEA. [website]. URL: <https://nucleus.iaea.org/sites/ReferenceMaterials/Pages/IAEA-612.aspx> (дата обращения: 20.08.2022).

International Committee for Weights and Measures Proceedings of Session I of the 104th meeting (9–10 March 2015) // International Bureau of Weights and Measures [website]. URL: <https://www.bipm.org/documents/20126/34439501/CIPM2015-I-EN.pdf/58ff6e3f-47f5-a230-4194-e2a23667e6da> (дата обращения: 20.08.2022).

Reference materials characterized for stable isotope ratios // IAEA Reference Products for Environment and Trade [website]. URL: <https://nucleus.iaea.org/sites/ReferenceMaterials/Pages/Stable-Isotopes.aspx> (дата обращения: 20.08.2022).

Reference sheet for international measurement standards VSMOW2 Vienna Standard Mean Ocean Water 2, water (δ²H_{VSMOW-SLAP}, δ¹⁸O_{VSMOW-SLAP}) SLAP2 Standard Light Antarctic Precipitation 2, water (δ²H_{VSMOW-SLAP}, δ¹⁸O_{VSMOW-SLAP}) // IAEA Reference Products for Environment and Trade [сайт]. URL: https://nucleus.iaea.org/sites/ReferenceMaterials/Shared%20Documents/ReferenceMaterials/StableIsotopes/VSMOW2/VSMOW2_SLAP2.pdf (дата обращения: 20.08.2022).

Reporting and evaluation guidance for testosterone, epitestosterone, T/E ratio and other endogenous steroids // World Anti Doping Agency [website]. URL: <https://www.wada-ama.org/sites/default/files/resources/files/WADA-TD2004-EAAS-Reporting-and-Evaluation-Guidance-for-Testosterone%2C-Epitestosterone%2C-T-E-Ratio-and-Other-Endogenous-Steroids.pdf> (дата обращения: 20.08.2022).

NBS18 reference material calcite ¹³C and ¹⁸O // IAEA. [website]. URL: <https://nucleus.iaea.org/sites/ReferenceMaterials/Pages/NBS18.aspx> (дата обращения: 20.08.2022).

ГОСТ ISO Guide 35–2015. Стандартные образцы. Общие и статистические принципы сертификации (аттестации) = Reference materials. General and statistical principles for certification. М.: Стандартинформ, 2017. 58 с.

ГЭТ 154 Государственный первичный эталон единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах / 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/1365155> (дата обращения: 14.11.2022).

Об утверждении стандарта медицинской помощи взрослым при язвенной болезни (диагностика и лечение): приказ Минздрава РФ от 10 июня 2021 года № 611н // Банк данных «Нормативно-правовые акты, зарегистрированные в Министерстве юстиции Российской Федерации» [сайт]. URL: <https://minjust.consultant.ru/documents/27426> (дата обращения: 14.11.2022).

РМГ 93–2015 ГСИ. Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов = State system for ensuring the uniformity of measurements. Estimation of metrological characteristics of reference materials. М.: Стандартинформ, 2011. 30 с.

ТР ЕАЭС 047/2018 О безопасности алкогольной продукции: Технический регламент Евразийского экономического союза // электронный фонд нормативно-технической и нормативно-правовой информации Консорциума «Кодекс» [сайт]. URL: <https://docs.cntd.ru/document/551893590> (дата обращения: 14.11.2022).

ТР ТС 023/2011 Технический регламент на соковую продукцию из фруктов и овощей: Технический регламент Таможенного союза // электронный фонд нормативно-технической и нормативно-правовой информации Консорциума «Кодекс» [сайт]. URL: <https://docs.cntd.ru/document/902320562> (дата обращения: 14.11.2022).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРЕ

Чубченко Ян Константинович – канд. тех. наук, старший научный сотрудник научно-исследовательского отдела госэталонов в области физико-химических измерений, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

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

e-mail: ycc@b10.vniim.ru

<https://orcid.org/0000-0002-3408-5116>

INFORMATION ABOUT THE AUTHOR

Ian K. Chubchenko – Cand. Sci. (Eng.), Senior Researcher of the Research Department of State Standards in the Field of Physical and Chemical Measurements, D. I. Mendeleev Institute for Metrology

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

e-mail: ycc@b10.vniim.ru

<https://orcid.org/0000-0002-3408-5116>

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Обзорная статья

УДК 006.91:664:539.1:621.039.83

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-63-71>



Стандартные образцы поглощенной дозы: расширение динамического диапазона и улучшение точности измерений

В. П. Тенишев ✉

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений»,
рабочий поселок Менделеево, Московская область, Россия
✉ tenishev@vniiftri.ru

Аннотация: Установление и контроль метрологических характеристик измерений поглощенных доз ионизирующих излучений в диапазоне 0,01 и 200 кГр стандартными образцами – актуальная задача в силу их широкого применения в различных отраслях промышленности. Наиболее удобным средством метрологического обеспечения при проведении передачи единицы мощности поглощенной дозы интенсивного фотонного, электронного и бета-излучений в радиационных технологиях к средствам измерений являются стандартные образцы с установленной метрологической прослеживаемостью до международной системы единиц SI.

В настоящем исследовании рассмотрен и апробирован способ расширения динамического диапазона измерения поглощенной дозы высокоинтенсивного ионизирующего излучения радиоохромными пленочными дозиметрическими системами. Проведена оценка точности (неопределенности) измерений дозы в зависимости от начальной оптической плотности радиационно-чувствительного слоя радиоохромной композиции. Показана возможность расширения дозных и улучшения метрологических характеристик существующих стандартных образцов поглощенной дозы (по воде) для применения в качестве вторичных эталонов (*Мер*) поглощенной дозы ионизирующего излучения, воспроизводящих и (или) хранящих одну или несколько точек выбранной шкалы измерений поглощенной дозы с повышенной точностью (неопределенностью) измеряемых значений поглощенной дозы (по воде) в расширенном динамическом диапазоне.

Ключевые слова: радиоохромная пленка, радиационно-чувствительная композиция, оптическая плотность, спектрофотометр, стандартный образец, поглощенная доза, многослойная комбинация стандартных образцов поглощенной дозы

Принятые сокращения: НОП – наведенная оптическая плотность; ОП – оптическая плотность; ПД – поглощенные дозы; ПОР – пленки окрашенные радиоохромные; РЧК – радиационно-чувствительная композиция; РЧС – радиационно-чувствительный слой; СКО – среднеквадратическое отклонение; СО – стандартный образец.

Ссылка при цитировании: Тенишев В. П. Стандартные образцы поглощенной дозы: расширение динамического диапазона и улучшение точности измерений // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 4. С. 63–71. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-63-71>

Статья поступила в редакцию 29.12.2022; одобрена после рецензирования 02.02.2023; принята к публикации 25.05.2023.

REFERENCE MATERIALS

Research Article

Reference Materials of Absorbed Dose: Expanding Dynamic Range and Improving Measurement Accuracy

Vladimir P. Tenishev ✉

All-Russian Scientific Research Institute of Physical-Technical and Radio-Technical Measurements (VNIIFTRI),
Moscow region, Mendeleevo, Russia
✉ tenishev@vniiftri.ru

Abstract: Establishment and control of metrological characteristics of measurements of absorbed ionizing radiation doses in the range of 0.01 and 200 kGy by reference materials is an urgent task due to their wide application in various industries. The most convenient means of metrological support for transferring a unit of absorbed dose rate of intense photon, electron, and beta radiation to measuring instruments in radiation technologies are reference materials with established metrological traceability to the International System of Units (SI). In the present study, a method for expanding the dynamic range of measuring the absorbed dose of high-intensity ionizing radiation by radiochromic film dosimetry systems was considered and tested. The accuracy (uncertainty) of dose measurements was estimated depending on the initial optical density of the radiation-sensitive layer of the radiochromic composition. The possibility of expanding the dose characteristics and improving the metrological characteristics of the existing reference materials of absorbed dose (in water) for use as secondary standards (Measures) of the absorbed dose of ionizing radiation reproducing and (or) storing one or more points of the selected measurement scale of the absorbed dose with increased accuracy (uncertainty) of the measured values of the absorbed dose (in water) in an extended dynamic range was shown.

Keywords: radiochromic film, radiation-sensitive composition, optical density, spectrophotometer, reference material, absorbed dose, multilayer combination of absorbed dose reference materials

Abbreviations used in the article: IOD – induced optical density; OD – optical density; AD – absorbed dose; RDF – radiochromic dye film; RSC – radiation-sensitive composition; RSL – radiation-sensitive layer; SD – standard deviation; RM – reference material.

For citation: Tenishev V. P. Reference materials of absorbed dose: expanding dynamic range and improving measurement accuracy. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(4):63–71. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-63-71>

The article was submitted 29.12.2022; approved after reviewing 02.02.2023; accepted for publication 25.05.2023.

Введение

От достоверной оценки измерений поглощенных доз (по воде) ионизирующих излучений в стандартных материалах в диапазоне 0,01 и 200 кГр в различных радиационно-технологических процессах зависит качество производимой продукции, ее безопасность, эффективность работы радиационно-технологической установки и технико-экономические показатели всего радиационного процесса в целом [1]. В Российской

Федерации, включая страны Таможенного Союза, прослеживаемость единства измерений ПД в радиационных технологиях осуществляется на базе ГЭТ 209-2014 [2]. Согласно государственной поверочной схеме, передача единицы мощности поглощенной дозы интенсивного фотонного, электронного и бета-излучений в радиационных технологиях к средствам измерений должна осуществляться вторичными эталонами (*компараторами*), либо рабочими эталонами с указанием диапазона,

точности (неопределенности) измерений, включая основные методы поверки (калибровки). В качестве рабочих эталонов и средств измерений дозы утверждены стандартные образцы ПД на основе пленки окрашенной радиохромной (ПОР) со слоем радиационно-чувствительной композиции (РЧК) [3–7]. Важная характеристика пленочных радиохромных стандартных образцов (СО) – отсутствие температурной зависимости и нечувствительность к окружающему освещению при обработке и измерениях.

Согласно сведениям из ФИФ ОЕИ по состоянию на май 2022 г., к настоящему времени вторичный эталон поглощенной дозы не зарегистрирован. Таким образом, цель данного исследования – проанализировать возможность расширения дозных и улучшения метрологических характеристик существующих стандартных образцов ПД для применения СО в качестве вторичных эталонов (компараторов) ПД ионизирующего излучения, воспроизводящих и (или) хранящих одну или несколько точек выбранной шкалы измерений ПД с повышенной точностью (неопределенностью) измеряемых значений поглощенной дозы в расширенном динамическом диапазоне.

Теоретическое обоснование

Рассматриваемая в данной работе методика создания таких *компараторов* на базе стандартных образцов поглощенной дозы утвержденного типа СО ПД(Ф)-1/10 для диапазона (1–10) кГр заключается в следующем.

Как правило, партия пленок из одного выпуска, подготовленного по ТУ в соответствии с паспортом стандартных образцов утвержденного типа, содержит образцы с оптической плотностью A в диапазоне

$$A_{0i} - 0,01 \leq A_i \leq A_{0i} + 0,01, \quad (1)$$

где A_{0i} – средние значения оптической плотности (ОП) (от 0,15 до 0,2) i -ой партии пленки-сырца.

Далее из различных партий отбираются отдельные подпартии (комплеты) по значению начальной оптической плотности A_k , удовлетворяющие условию

$$A_{k0} - 0,001 \leq A_k \leq A_{k0} + 0,001, \quad (2)$$

где A_k – средняя оптическая плотность отдельной k -ой подпартии (k -го комплекта).

Таким образом комплектуется каждая новая k -ая подпартия со значениями начальной ОП в диапазоне, определяемом формулой (2). Другими словами, таким способом мы получим подпартии пленок-заготовок со значениями начальных ОП в десять раз уже чем в исходной партии.

Нетрудно оценить, что по этой методике будут отобраны подпартии образцов пленки, которые имеют стандартную неопределенность u по начальной ОП, существенно лучшей по сравнению со стандартной неопределенностью комплекта образцов на базе исходной партии пленки (не отобранной по ОП). Предложенная методика приведет к созданию нового поколения высокоточных пленочных стандартных образцов ПД, значительно превышающих существующие стандартные образцы утвержденного типа как по динамическому диапазону, так и по точностным характеристикам. Кроме того, такие СО могут быть использованы в качестве *Мер* воспроизведения и (или) хранения одного выбранного значения шкалы поглощенной дозы и в качестве комплекта *Мер*, воспроизводящих и (или) хранящих две или более точек шкалы, например, при калибровке СО во всем выбранном диапазоне ПД.

Материалы и методы

Подготовка пленочных образцов-заготовок

Основная идея предлагаемого метода расширения динамического диапазона и улучшения точности измерений пленочных дозиметров заключается в отборе из комплекта заготовок для СО пленок с известными значениями ОП в существенно узком диапазоне ОП, чем весьма широкий спектр значений ОП исходных партий пленки-сырца. Основная цель – минимизация источника неопределенности измерений по начальной оптической плотности. Хотя этот процесс значительно увеличивает время и усилия для каждого конкретного случая, но в тоже время позволяет достичь желаемой цели.

СО поглощенной дозы СО ПД(Э)-1/10 изготавливаются из полимерного пленочного материала однократного использования «Пленка окрашенная радиационно-чувствительная типа ПОР», выпущенного по ТУ [5] с радиационно-чувствительным слоем (РЧС) (сополимер с 4-диэтиламиноазобензольным красителем) толщиной ~ 28 мкм, нанесенным на носитель из полиэтилентерефталата толщиной ~ 100 мкм (рис. 1).

Далее радиохромные пленки ПОР нарезают на прямоугольные фрагменты размером (10–12) × (30–35) мм² и герметично (запаивают термически) комплектуют по 3–6 штук в контейнер из бумаги толщиной ~ 50 мкм (рис. 2), ламинированной полиэтиленом ПЭВД марки 15803-020 или 10803-020. Эта бумага выбрана из-за слабой ее восприимчивости к ионизирующему излучению.

28–30 мкм Радиационно-чувствительный слой (сополимер с 4-диэтиламиноазобензоловым красителем)

98–100 мкм Подложка (полиэтилентерефталат)

Рис. 1. Конструкция пленок-заготовок стандартных образцов поглощенной дозы
 Fig. 1. The design of films-blanks of reference materials of absorbed dose

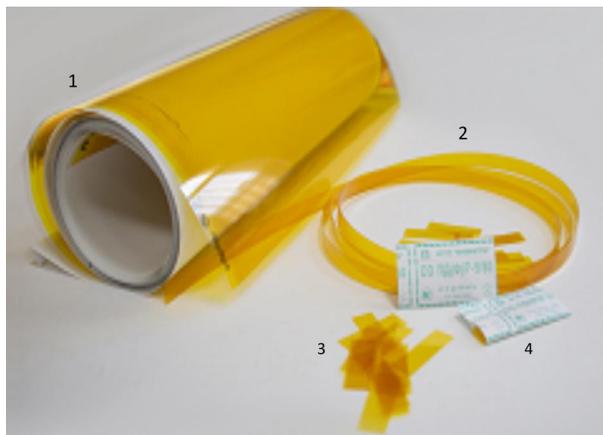


Рис. 2. Изготовление партии заготовок стандартных образцов поглощенной дозы: 1 – рулон пленки-сырца; 2 – вырезанные длинные (до 2 м) полоски шириной ~ (10–12) мм; 3 – заготовки стандартного образца длиной (30–35) мм; 4 – герметично упакованная в бумажные контейнеры партия стандартного образца, по 3–5 шт. в партии

Fig. 2. Manufacture of a batch of blanks of reference materials of absorbed dose: 1 is a raw film roll; 2 is cut long (up to 2 m) strips ~ (10–12) mm wide; 3 is blanks of a reference material with a length of (30–35) mm; 4 is a batch of a reference material sealed in paper containers, 3–5 pieces per batch

Отбор пленок по значению начальной оптической плотности

Первым шагом определяли распределение реально-го диапазона ОП длинных пленок либо набора необлученных образцов-заготовок измерением ОП на спектрофотометре Specord-210 Plus, фирмы Analytik Jena AG, Германия (рис. 3). Измерения оптической плотности CO ПД проводили на длинных полосках (см. рис. 2, позиция 2) шириной 10–12 мм, отобранных случайным образом из партии.

Как видно из рисунка, для данной партии пленки начальная ОП распределена в пределах от 0,150 до 0,164 по площади рулона-сырца. Этому рисунку соответствует приведенная на рис. 4 функция распределения числа образцов-заготовок пленки в зависимости от оптической плотности.

Таким образом, ОП (соответственно плотность и толщина РЧС) по площади рулона пленки-сырца для

изготовления CO весьма неоднородна, что приводит к большой неточности (неопределенности) значения оптической плотности и, соответственно, большой неточности при измерениях ПД после облучения пленок в поле ионизирующего излучения.

Как видно из результатов измерений начальной ОП пленок (рис. 4), максимальное количество пленки имеет место для ОП ~ 0,156, с неравномерным убыванием числа пленок при удалении от среднего значения ОП всей партии.

Из полученных образцов были собраны комплекты по 5 пленок с близкими значениями ОП в пределах значений ОП

$$A_k - 0,001 \leq A_{ko} \leq A_k + 0,001, \quad (3)$$

где A_k выбиралось через шаг 0,001 в диапазоне оптических плотностей 0,150–0,164 выбранной партии (см. рис. 3).

Облучательные установки Государственного эталона ГЭТ209-2014 с радионуклидными источниками

Каждый комплект, содержащий по 5 одинаковых фрагментов пленки ПОР, упакованных в герметичный влагостойкий бумажный контейнер, отобранных в соответствии с рис. 5, подвергался облучению дозами в диапазоне от 200 до 25 000 Гр в цилиндрическом фантоме из алюминия высотой 90 мм, диаметром 30 мм и толщиной стенок 1,8 мм на лабораторной гамма-установке для микробиологических и биохимических исследований ЛМБ-γ-1М (Россия) с радионуклидами ^{137}Cs мощностью дозы 0,5 Гр/сек и лабораторной гамма-установке для микробиологических и радиационно-химических исследований МРХ-γ-100 (Россия) с радионуклидами ^{60}Co мощностью дозы 2,5 Гр/сек. В этих экспериментах фантом с пленками находился на расстоянии 40 мм в центре капсул с источниками ИИ, расположенными в виде цилиндрического беличьего колеса ($\varnothing \sim 80$ мм).

Средства измерения оптической плотности

Измерения оптической плотности пленок проводили на разных режимах спектрофотометра Specord-210 Plus в режиме карусель (в режиме карусель измеряется

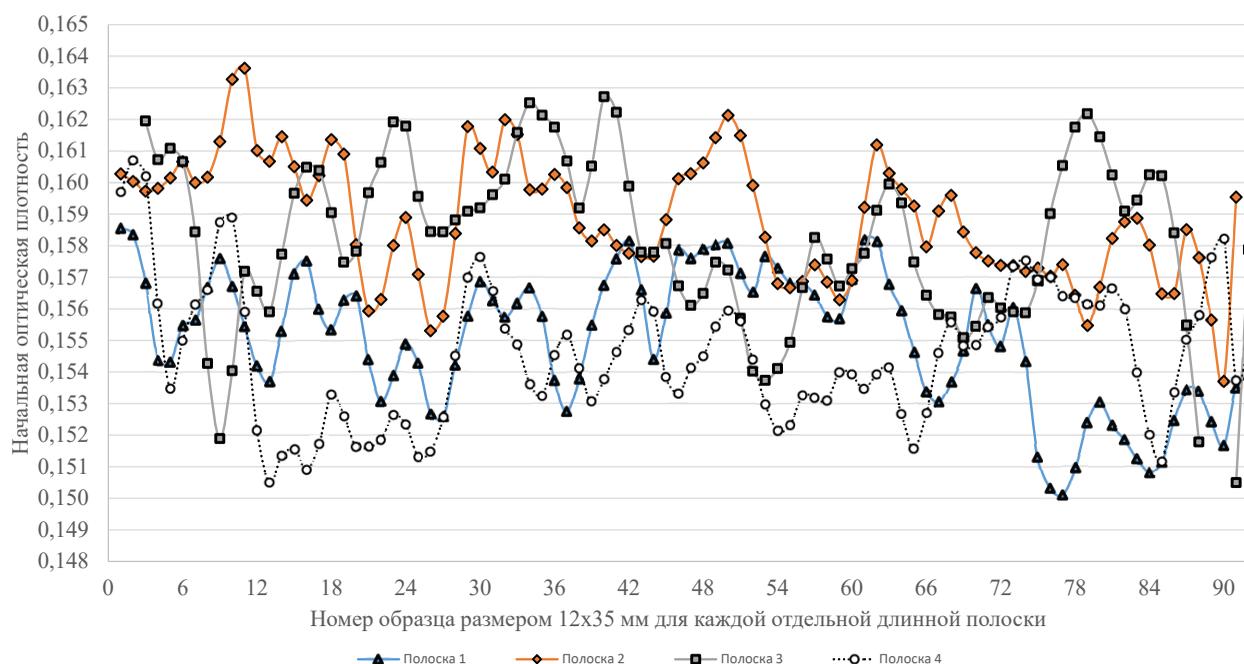


Рис. 3. Распределение оптической плотности одной партии необлученных пленок

Fig. 3. Optical density distribution of one batch of unirradiated films

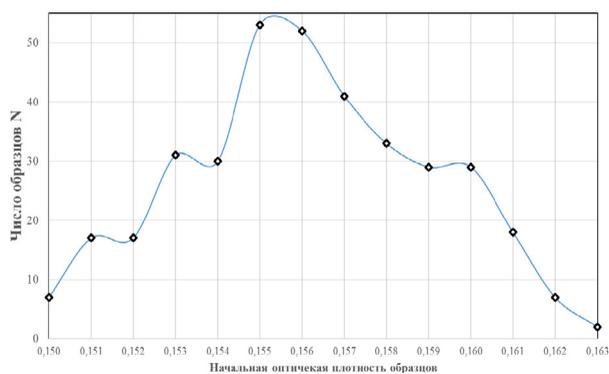
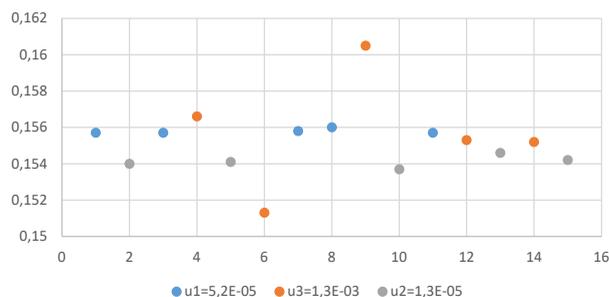


Рис. 4. Распределение числа образцов-заготовок по оптической плотности в партии пленки-сырца

Fig. 4. Distribution of the number of samples-blanks by the optical density in a raw film batch

последовательно ОП 15-ти образцов за один прием). Экспериментально установлено, что наведенная оптическая плотность (НОП) в режиме измерения поглощения насыщается на уровне 3-го, а его пространственное разрешение – не хуже 1 мм (размер оптического пучка $\sim 7 \times 1 \text{ мм}^2$). Максимальная чувствительность отобранных образцов заготовок ПОР, как и для первоначальной, наблюдается на длине волны 550 нм, на которой и производилось чтение НОП. НОП всех комплектов облученных пленок начинали через ~ 5 минут после окончания облучения (время, затраченное на извлечение образцов

Рис. 5. Отбор комплектов по 5 шт. образцов пленки из 15 образцов-заготовок с близкими значениями ОП. Во вставке показаны оценки неопределенности u для каждого из 3-х комплектов отобранных пленокFig. 5. Selection of sets of five pieces of film samples from 15 blank samples with similar OD values. The inset shows estimates of the uncertainty u for each of the three sets of selected films

из камеры облучения, доставки и установки их в держатель спектрофотометра).

Первоначально измеряли спектральное распределение ОП облученных по поглощенной дозе до 10 кГр с целью установления той длины волны, где пленки проявляют максимальную чувствительность (наибольшая чувствительность в диапазоне 540–560 нм с максимумом на 550 нм). Затем оптические плотности облученных комплектов пленок при значениях 200, 250, 750, 1000 Гр и при значениях 5, 15, 20, 25 кГр (по воде) измеряли на фиксированной длине волны 550 нм.

Измерения проводили также в режиме сканирования во времени с фиксированными интервалами с целью установления изменения ОП после облучения (постэффект). Линейность оптической плотности пленки в зависимости от поглощенной дозы оценивалась графическим методом в программе Excel. Стабильность во времени, зависимость показаний от энергии ИИ пленочных радиохромных систем будет опубликовано в отдельном сообщении.

Результаты и обсуждение

Зависимость наведенной оптической плотности отобранных комплектов пленок от поглощенной дозы

На рис. 6 приведена экспериментальная зависимость наведенная в соответствии с JCGM 100:2008, ISO/ASTM 51261:2013, ISO/ASTM 51707:2015.

Во всем диапазоне облученных доз от 200 Гр до 20 кГр значение НОП А математически описывается линейной функцией

$$A = 0,908 \times D, (R^2 = 0,998), \quad (3)$$

где D – поглощенная доза, R² – коэффициент линейной детерминации (рис. 6).

Однако при более подробном рассмотрении, как следует из данных во вставках к рис. 6, при малых (200–800 Гр) и больших (15 кГр и выше) зависимость ОП от ПД носит нелинейный характер. Такое поведение ОП при малых дозах связано с недостаточно эффективным поглощением РЧС энергии ионизирующего излучения, а нелинейность при больших дозах связана, очевидно, с насыщением оптической плотности РЧС на основе сополимера с 4-диэтиламиноазобензоловым красителем.

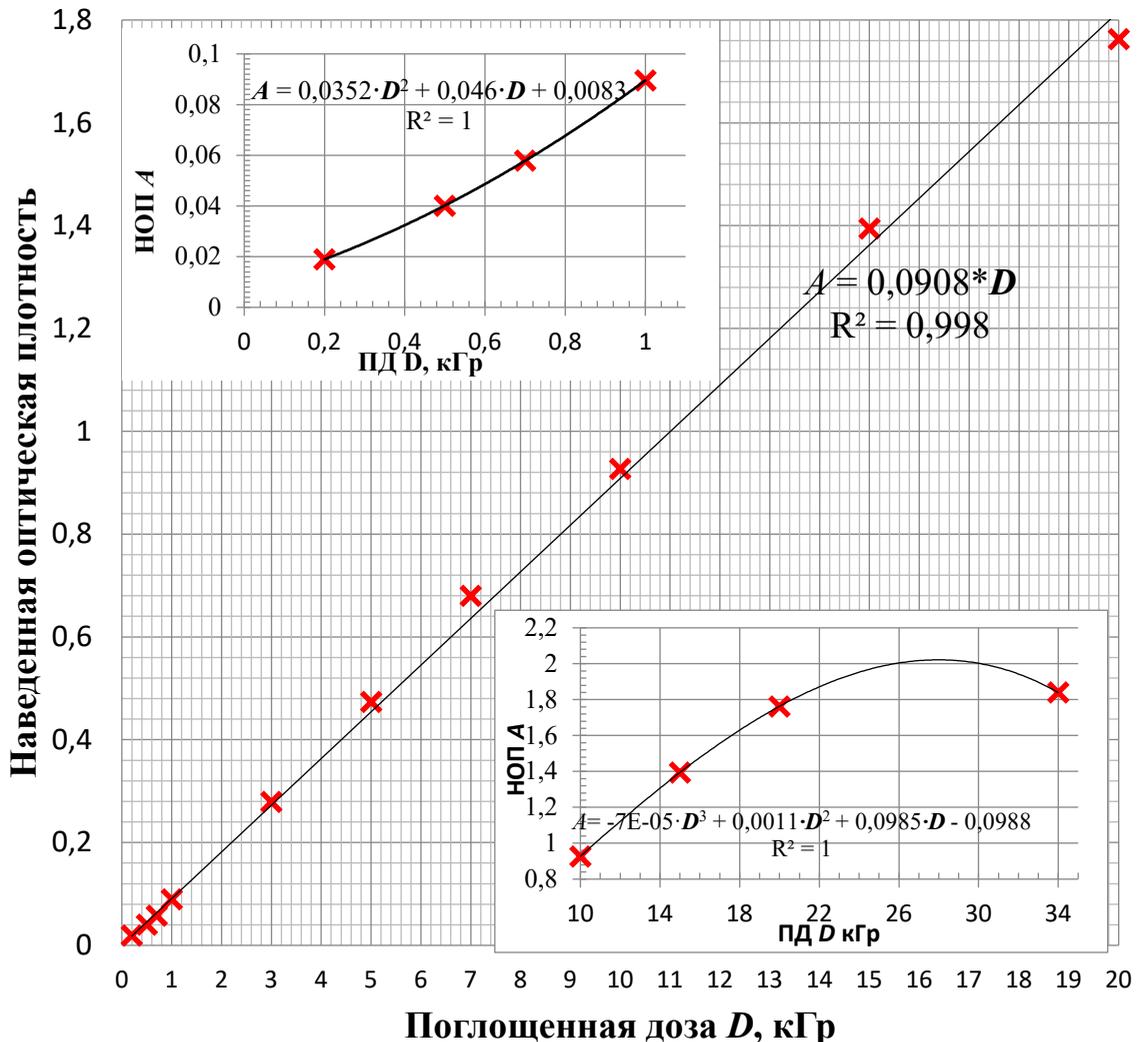


Рис. 6. Диаграмма зависимости наведенной оптической плотности отобранных комплектов пленок от поглощенной дозы D
 Fig. 6. Diagram of the dependence of the induced optical density of the selected sets of films on the absorbed dose D

В этом исследовании сравнивалась эффективность описанного метода (с отбором пленок по начальным ОП) дозиметрии с обычной процедурой безотборной пленочной дозиметрии с широким спектром начальных ОП. На рис. 7 представлены результаты сравнения относительных значений НОП u/A_{cp} для различных партий пленок (с отбором и без отбора комплектов по начальным значениям ОП необлученных пленок) во всем диапазоне исследованных поглощенных доз.

Заклучение

В настоящей работе предложен новый способ расширения динамического диапазона измерений ПД радиохромными планочными дозиметрами и улучшения их точностных характеристик. Проверочные эксперименты показали, что диапазон измеряемых доз из заготовок стандартных образцов поглощенной дозы СО ПД(Ф)-1/10 (рис. 7) для комплектов с отобранными образцами пленок с начальными оптическими плотностями в интервале $A_0 - 0,001 \leq A \leq A_0 + 0,001$ составляет от 200 Гр вплоть до 20 кГр со стандартной

неопределенностью не хуже 0,8 %, в то время как комплекты образцов, неотобранные по ОП со значениями в интервале $A_0 - 0,01 \leq A \leq A_0 + 0,01$, проявляют в утвержденном диапазоне ПД (1–10) кГр стандартную неопределенность не лучше 2 %.

Таким образом, метод отбора комплектов пленок в узком интервале ОП в отличие от комплектов пленок в широком диапазоне ОП (без отбора) дает существенно лучший результат по оценке как динамического диапазона, так и стандартной неопределенности измеренных доз.

Полученные результаты свидетельствуют о следующем:

1. Стандартные образцы поглощенной дозы утвержденного типа СО ПД(Ф)-1/10 могут быть использованы в существенно широком диапазоне поглощенных доз от 200 Гр до 25 кГр и со стандартной неопределенностью измерений вплоть до 0,8 %.

2. Согласно Государственной поверочной схеме, в качестве вторичных эталонов и компараторов МПД допускаются средства измерений с суммарным

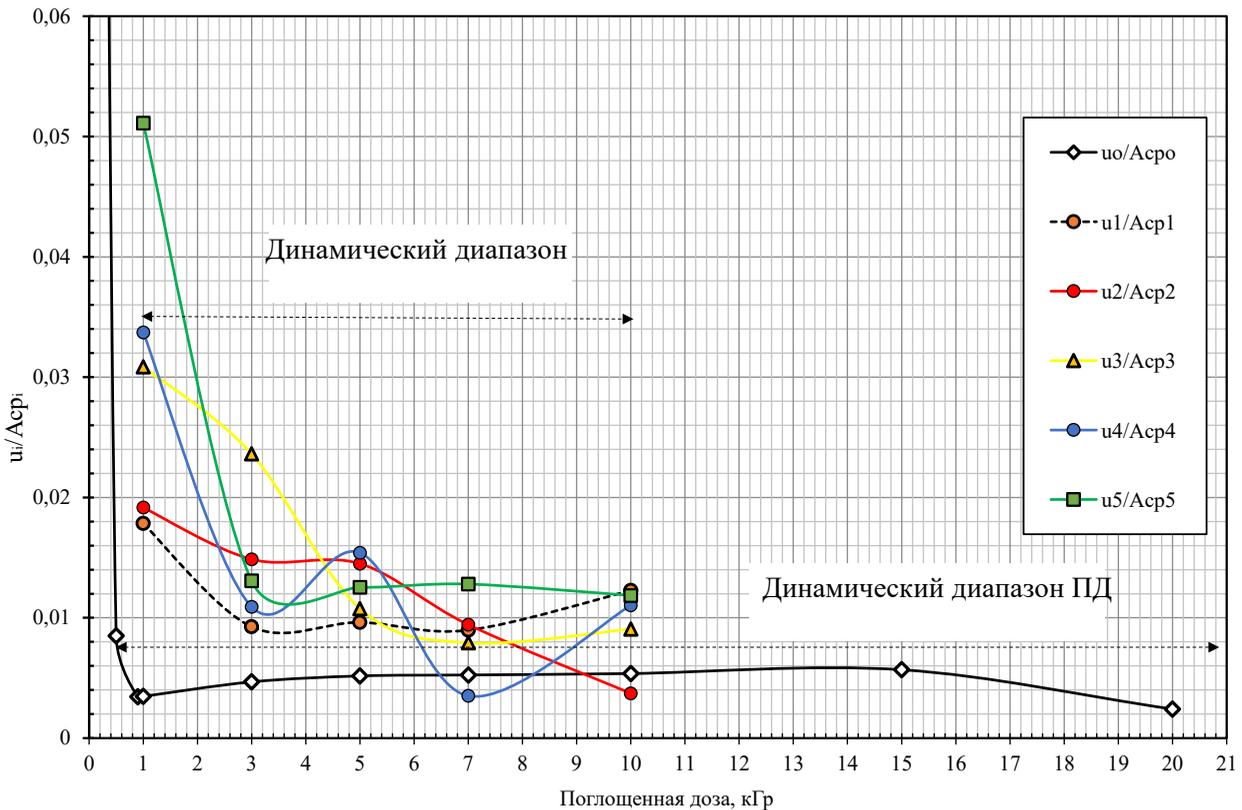


Рис. 7. Относительная неопределенность (u_i/A_{cpi}) средних арифметических значений ОП по 6 партиям для каждого значения ПД, где индекс $i=0$, что соответствует комплектам пленок, отобранных по начальной ОП, а индексы $i=1...6$ соответствуют комплектам с неотобранными ОП

Fig. 7. Relative uncertainty (u_i/A_{cpi}) of the arithmetic mean values of OD for six batches for each value of AD, where index $i=0$, which corresponds to sets of films selected according to the initial OD, and indices $i=1...6$ correspond to sets with unselected OD

относительным СКО результатов измерений (0,8–2,5)%, включая нестабильность за межповерочный интервал. Результаты настоящих исследований показывают, что радиоохромные пленочные стандартные образцы утвержденного типа при определенных условиях отбора комплектов пленок могут быть использованы в качестве вторичных эталонов – *компараторов МПД*.

Благодарности: Автор выражает благодарность сотрудникам лаборатории технологической дозиметрии ФГУП «ВНИИФТРИ» за содействие и поддержку при выполнении данной работы.

Acknowledgments: All measurements were carried out using the equipment of the All-Russian Scientific Research Institute of Physical, Technical and Radio Engineering Measurements.

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. Обеспечение единства измерений в радиационных технологиях / П. А. Абдулов [и др.] // Альманах современной метрологии. 2015. № 2. С. 198–206.
2. Государственный первичный специальный эталон единицы мощности поглощенной дозы интенсивного фотонного, электронного и бета-излучений для радиационных технологий ГЭТ 209–2014 / В. В. Алейкин [и др.] // Альманах современной метрологии. 2015. № 5. С. 54–74.
3. Коваленко О. И., Тенишев В. П. Средства измерений для контроля поглощенной дозы при радиационной обработке пищевой и сельскохозяйственной продукции // Ядерно-физические исследования и технологии в сельском хозяйстве: сборник докладов Международной научно-практической конференции, Обнинск, 16–18 сентября 2020 г. Обнинск: ФГБНУ ВНИИРАЭ, 2020. С. 335–337.
4. Громов А. А., Жанжора А. П., Коваленко О. И. Применение стандартных образцов поглощенной дозы при валидации процессов радиационной стерилизации медицинских изделий и радиационной обработки пищевой продукции // Эталоны. Стандартные образцы. 2021. Т. 17, № 4. С. 23–32. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-4-23-32>
5. Tenishev V. P., Emelyanenko I. A. Radiation-sensitive film compositions for measuring absorbed doses within the 100–1000 Gy range. In: Medvedevskikh S., Kremleva O., Vasil'eva I., Sobina E. (eds.). *Reference Materials in Measurement and Technology*. RMMT 2018. Springer, Cham. 2020. https://doi.org/10.1007/978-3-030-32534-3_13
6. Тенишев В. П. Спектральные, дозиметрические и метрологические характеристики радиоохромных радиационно-чувствительных композиций // Измерительная техника. 2020. № 8. С. 59–65. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2020-8-59-65>
7. Тенишев В. П. Спектральные и дозиметрические свойства многослойных структур радиоохромных эталонов поглощенной дозы // Физический журнал: серия конференций. 2022. Сер. 2192 012017. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/2192/1/012017>

REFERENCE

1. Abdulov R. A., Aleikin V. V., Generalova V. V., Gromov A. A., Gurskii M. N., Emel'ianenko I. A. et al. Ensuring the uniformity of measurements in radiation technologies. *AI'Manac of Modern Metrology*. 2015;2:198–206. (In Russ.).
2. Aleykin V. V., Generalova V. V., Gromov A. A., Gurskiy M. N., Zhanzhora A. P., Emel'yanenko I. A. et al. National primary special standard for the unit of absorbed dose rate of intense photon, electron, and beta radiation for radiation technologies GET209–2014. *AI'Manac of Modern Metrology*. 2015;5:54–74. (In Russ.).
3. Kovalenko O. I., Tenishev V. P. Measuring instruments for monitoring the absorbed dose during radiation processing of food and agricultural products. In: *Nuclear physics research and technologies in agriculture: collection of reports of the International Scientific and Practical Conference, 16–18 September 2020, Obninsk, Russia*. Obninsk: RIRAE; 2020. P. 335–337. (In Russ.).
4. Gromov A. A., Zhanzhora A. P., Kovalenko O. I. Application of certified reference materials of absorbed dose for process validation of irradiation of medical supplies and food products. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2021;17(4):23–32. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-4-23-32> (In Russ.).
5. Tenishev V. P., Emelyanenko I. A. Radiation-sensitive film compositions for measuring absorbed doses within the 100–1000 Gy range. In: Medvedevskikh S., Kremleva O., Vasil'eva I., Sobina E. (eds.). *Reference Materials in Measurement and Technology*. RMMT 2018. Springer, Cham. 2020. https://doi.org/10.1007/978-3-030-32534-3_13

6. Tenishev V. P. Spectral, dosimetric, and metrological characteristics of radiochromic radiation-sensitive compositions. *Measurement Techniques*. 2020;8:59–65. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2020-8-59-65> (In Russ.).
7. Tenishev V. P. Spectral and dosimetric properties of multilayer structures of radiochromic absorbed dose reference materials. *Journal of Physics: Conference Series*. 2192012017. 2022. <https://doi.org/10/1088/1742-6596/2192/1/012017>

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений мощности поглощенной дозы интенсивного фотонного, электронного и бета-излучений для радиационных технологий: приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 ноября 2018 г. № 2515 // МетрКонсалт [сайт]. URL: <https://metrcons.ru/upload/iblock/24e/24efd22b2debc54b3cef5acd5871ffd3.pdf> (дата обращения: 04.08.2022).

ГСО 8916–2007 СО поглощенной дозы фотонного и электронного излучений (сополимер с 4-диэтиламиноазобензоловым красителем) СО ПД(Э)-1/10 // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/391269> (дата обращения: 04.08.2022 г.).

ТУ 2379-026-13271746-06 Пленка окрашенная радиационно-чувствительная типа ПОР-2. М.: Стандартиформ, 2006. 13 с.

JCGM 100:2008 Evaluation of measurement data – Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement. URL: https://www.bipm.org/documents/20126/2071204/JCGM_100_2008_E.pdf/cb0ef43f-baa5-11cf-3f85-4dcd86f77bd6

ISO/ASTM 51261:2013 Practice for calibration of routine dosimetry systems for radiation processing // ISO. 2013. URL: <https://www.iso.org/standard/60211.html>

ISO/ASTM 51707:2015 Guide for estimation of measurement uncertainty in dosimetry for radiation processing // ISO. 2013. URL: <https://www.iso.org/standard/66730.html>

ГЭТ 2090–2014 Государственный первичный специальный эталон единицы мощности поглощенной дозы интенсивного фотонного, электронного и бета-излучений для радиационных технологий // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397897>

Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology>

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Тенишев Владимир Петрович – канд. физ.-мат. наук, старший научный сотрудник лаборатории технических и радиотехнических измерений ФГУП «ВНИИФТРИ»

Россия, 141570, Московская область, п. Менделеево
e-mail: tenishev@vniiftri.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Vladimir P. Tenishev – Cand. Sci. (Phys.-Math.), Senior Researcher, Laboratory of Technological Dosimetry All-Russian Scientific Research Institute of Physical Technical and Radio Technical Measurements (VNIIFTRI)

Moscow region, Mendeleevo, 141570, Russia
e-mail: tenishev@vniiftri.ru

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Научная статья
УДК 006.9:621.318.13
<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-73-81>



Разработка стандартных образцов динамических магнитных свойств стали электротехнической холоднокатаной изотропной

С. В. Сердюков , Т. И. Маслова, И. С. Цай, Е. А. Волегова 

УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», г. Екатеринбург, Россия
 serdyukovsv@uniim.ru

Аннотация: Электротехническая сталь – это магнитомягкий материал, применяемый при изготовлении различного электротехнического оборудования, предназначенного для передачи и преобразования электроэнергии и используемого преимущественно в переменных магнитных полях промышленных частот. Ключевыми характеристиками такого материала являются динамические магнитные свойства, которые нормируются при оценке соответствия материала требованиям, предъявляемым как российскими, так и зарубежными стандартами.

В статье представлены сведения об аспектах разработки стандартных образцов динамических магнитных свойств стали электротехнической холоднокатаной изотропной, выполненных в форме полос для аппарата Эпштейна. Главной особенностью этих стандартных образцов является то, что величина одной из двух аттестуемых характеристик – удельной мощности магнитных потерь – передается напрямую от государственного первичного эталона, а другой – амплитуды магнитной индукции – определяется в соответствии с аттестованной методикой измерений. Их применение позволит обеспечить возможность полного и достоверного определения магнитных характеристик образцов изотропной электротехнической стали, нормируемых в соответствии с требованиями действующих стандартов.

Ключевые слова: магнитомягкие материалы, изотропная электротехническая сталь, аппарат Эпштейна, динамические магнитные свойства, удельная мощность магнитных потерь, магнитная индукция, стандартные образцы

Используемые сокращения: ГОСТ – государственный стандарт; ГСО – стандартный образец утвержденного типа; ГЭТ – государственный первичный эталон; КВИ – катушка взаимной индуктивности; МММ – магнитомягкий материал; СО – стандартный образец.

Ссылка при цитировании: Разработка стандартных образцов динамических магнитных свойств стали электротехнической холоднокатаной изотропной / С. В. Сердюков [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 4. С. 73–81. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-73-81>

Статья поступила в редакцию 10.10.2022; одобрена после рецензирования 15.01.2023; принята к публикации 25.05.2023.

REFERENCE MATERIALS

Research Article

Development of Reference Materials for AC Magnetic Properties of Cold-rolled Non-oriented Electrical Steel

Sergey V. Serdjukov ✉, Tatiana I. Maslova, Irina S. Tsay, Ekaterina A. Volegova 

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

✉ serdyukovsv@uniim.ru

Abstract: Electrical steel is a soft magnetic material used in the manufacture of various electrical equipment intended for the transmission and conversion of electricity and used mainly in alternating magnetic fields of industrial frequencies. The key properties of such a material are AC magnetic properties, which are standardized when assessing the compliance of the material with the requirements of both Russian and foreign standards. The article presents information about the aspects of the development of reference materials for AC magnetic properties of electrical cold-rolled non-oriented steel made in the form of strips for the Epstein frame. The main feature of these reference materials is that the value of one of the two certified characteristics (specific power of magnetic losses) is transmitted directly from the State primary standard, and the other (magnetic induction amplitude) is determined in accordance with a certified measurement procedure. Their use will provide the possibility of a comprehensive and reliable determination of the magnetic characteristics of samples of non-oriented electrical steel normalized in accordance with the requirements of current standards.

Keywords: soft magnetic materials, non-oriented electrical steel, Epstein frame, AC magnetic properties, specific power of magnetic losses, magnetic induction, reference materials

Abbreviations used in the article: GOST – National standard; GSO – Certified reference material; GET – State primary standard; SMM – Soft magnetic material; RM – Reference material.

For citation: Serdjukov S. V., Maslova T. I., Tsay I. S., Volegova E. A. Development of reference materials for ac magnetic properties of cold-rolled non-oriented electrical steel. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(4):73–81. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-73-81>

The article was submitted 10.10.2022; approved after reviewing 15.01.2023; accepted for publication 25.05.2023.

Введение

Электротехнические стали – магнитомягкий материал (далее – МММ), широко применяемый в промышленности для изготовления генераторов, трансформаторов, различных электродвигателей и прочего электротехнического оборудования, предназначенного для передачи и преобразования электрической энергии. Важнейшими характеристиками МММ, определяющими их потребительское качество, являются динамические магнитные свойства: удельная мощность магнитных потерь при заданных значениях амплитуды магнитной индукции и частоты перемагничивания, а также амплитуда магнитной индукции при заданных значениях амплитуды напряженности магнитного поля и частоты перемагничивания [1–7]. Обе эти величины определяют

качество материала и нормируются в стандартах, регламентирующих технические требования к материалам. Технические условия для проката из электротехнической стали в РФ представлены в стандартах технических требований ГОСТ 21427.2–83, ГОСТ 32482–2013, ГОСТ 33212–2014.

Объем выработки и, соответственно, потребления электроэнергии в России в 2021 году составил 1,131 трлн кВт·ч. Если сократить потери энергии при производстве, передаче и потреблении электрической энергии хотя бы в размере долей процента, можно сэкономить миллиарды кВт·ч электроэнергии. Добиться этого можно, улучшая качество выпускаемых МММ путем применения новых технологических процессов (например, на Новолипецком металлургическом комбинате

готовится к запуску новый комплекс для лазерной обработки трансформаторной электротехнической стали мощностью 54 тыс. тонн в год). Другой способ сокращения потерь – повышение точности контроля качества динамических магнитных характеристик МММ.

Традиционно измерения динамических магнитных характеристик проводятся на образцах, выполненных в форме колец, листов или наборов полос для аппарата Эпштейна. Общий принцип заключается в пропуске переменного тока заданной величины через первичную (намагничивающую) обмотку и измерении напряжения со вторичной (измерительной) обмотки. Материал образца выступает в качестве магнитопровода. При этом заданная величина намагничивающего тока определяет напряженность магнитного поля в образце, а измеряемое напряжение пропорционально магнитной индукции, возникающей в исследуемом материале при его перемагничивании. При измерении образцов кольцевой формы обмотки наносятся непосредственно на сам образец, а для проведения измерений характеристик полосовых и листовых образцов используются специальные намагничивающие аппараты. Способ измерения образцов полосовой формы в аппарате Эпштейна получил наиболее широкое применение для определения свойств МММ и, как правило, в нормативных документах указывается в качестве арбитражного метода при установлении характеристик испытываемого материала.

Анализ ФИФ ОЕИ показал, что в настоящий момент в России зарегистрировано несколько утвержденных типов стандартных образцов (далее – СО) динамических магнитных свойств, изготовленных из анизотропной электротехнической стали. Например, выполненных в виде колец (ГСО 10270–2013), листов (ГСО 2129–89) и полос для аппарата Эпштейна (ГСО 10271–2013). Основной аттестуемой характеристикой для данных СО является величина удельной мощности магнитных потерь, воспроизводимая Государственным первичным эталоном единиц мощности магнитных потерь, магнитной индукции постоянного магнитного поля в диапазоне от 0,1 до 2,5 Тл и магнитного потока в диапазоне от $1 \cdot 10^{-5}$ до $3 \cdot 10^{-2}$ Вб ГЭТ 198–2017. В соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений мощности магнитных потерь МММ и магнитных характеристик магнитотвердых материалов величина удельных магнитных потерь передается непосредственно от ГЭТ 198–2017 к ГСО.

Актуальность разработки нового типа СО динамических магнитных свойств стали электротехнической холоднокатаной изотропной, выполненных в форме полос

для аппарата Эпштейна, обусловлена тем, что они смогут использоваться для метрологического обеспечения средств измерений магнитных свойств МММ сразу по обеим динамическим магнитным характеристикам (удельная мощность магнитных потерь и амплитуда магнитной индукции).

Таким образом, целью настоящего исследования являлась разработка СО, которые смогут обеспечить возможность полного и достоверного определения магнитных характеристик образцов изотропной электротехнической стали в соответствии с требованиями, предъявляемыми к этим характеристикам, обеспечивая при этом достаточную стабильность магнитных свойств во времени.

Задачами исследования стали анализ и учет характерных особенностей материала, определение требований к подготовке материала и геометрическим размерам образцов, изготовление опытной партии СО, установление метрологических характеристик СО.

Материалы и методы

Одним из основных критериев при разработке новых типов СО является обеспечение прослеживаемости аттестованных значений к эталонам единиц величин. Поэтому важная особенность материала для разрабатываемого типа СО заключается в том, что при аттестации СО необходимо характеризовать изотропную электротехническую сталь сразу по двум магнитным величинам.

Было принято решение о том, что передача размера единицы величины удельной мощности магнитных потерь будет проводиться путем прямых измерений на ГЭТ 198–2017. В качестве кандидата СО были выбраны образцы стали электротехнической холоднокатаной изотропной, выполненные в форме полос для аппарата Эпштейна. Сталь изготовлена по ГОСТ 21427.2–83.

Для определения аттестованных значений СО по величине амплитуды магнитной индукции была разработана и аттестована методика измерения магнитной индукции в переменных магнитных полях образцов МММ индукционным методом М.261.0059/RA.RU.311866/2022. В основе методики измерений лежит индукционный метод с аналого-цифровым преобразованием мгновенных значений напряжения на измерительной обмотке образца (намагничивающего устройства) и напряжения на вторичной обмотке катушки взаимной индуктивности, первичная обмотка которой включена последовательно с первичной обмоткой образца (намагничивающего устройства), в цифровые коды с последующим вычислением магнитных характеристик.

Определение метрологических характеристик

При оценке неопределенности результатов измерений амплитуды магнитной индукции использованы подходы, изложенные в ГОСТ 34100.3–2017/ISO/IEC Guide 98–3:2008. Стандартную неопределенность типа А, u_A , Тл, измерений амплитуды магнитной индукции рассчитывали как среднее квадратическое отклонение среднего значения

$$u_{Aj} = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (X_{ij} - \bar{X}_j)^2}, \quad (1)$$

где X_{ij} – результат определения j -той магнитной характеристики, Тл;

\bar{X}_j – среднееарифметическое значение результатов измерений амплитуды магнитной индукции при j -тых условиях измерений (заданные значение частоты перемагничивания и амплитуды напряженности магнитного поля), Тл;

n – число измерений на образце амплитуды магнитной индукции при j -тых условиях измерений (заданные значение частоты перемагничивания и амплитуды напряженности магнитного поля).

Стандартную неопределенность типа В, u_B , Тл, оценивали как композицию составляющих неопределенности, обусловленных неопределенностью результатов используемых средств измерений и влиянием применяемого метода измерений.

Стандартную неопределенность типа В результата измерений амплитуды магнитной индукции рассчитывали по формуле

$$u_B = \sqrt{\sum_{z=1}^m \left(\frac{\partial f}{\partial x_z} \right)^2 \cdot u^2(x_z)} = \sqrt{\sum_{z=1}^m c^2(x_z) \cdot u^2(x_z)}, \quad (2)$$

где x_z – оценка z -той входной величины, вносящей вклад в стандартную неопределенность типа В;

$u(x_z)$ – стандартная неопределенность оценки z -той входной величины;

$c(x_z)$ – коэффициент чувствительности, описывающий изменение выходной величины при изменении z -той входной величины.

Коэффициенты чувствительности $c(x_z)$ для каждой входной величины x_z , вносящей вклад в u_B , определяли как частные производные модели измерений. Для расчета численных значений коэффициентов чувствительности использовали экспериментальные данные измерений образцов МММ.

Суммарную стандартную неопределенность аттестованных значений СО рассчитывали по формуле

$$u_C = \sqrt{u_{char}^2 + u_{stab}^2}, \quad (3)$$

где u_{char} – относительная стандартная неопределенность от характеристики, %;

u_{stab} – относительная стандартная неопределенность от нестабильности, %.

Расширенную неопределенность рассчитывали по формуле

$$U = k \cdot u_C, \quad (4)$$

где k – коэффициент охвата, $k = 2$ для $P = 0,95$.

Межэкземплярная и внутриэкземплярная неоднородность СО не исследовались, так как проводится поэкземплярная аттестация СО, при этом аттестованное значение присваивается всему образцу.

Уравнение измерений амплитуды магнитной индукции, Тл, при заданном значении частоты перемагничивания и амплитуды напряженности магнитного поля

$$B_m = \frac{U_{cp}}{4fSW_2} + \Delta(B_m)_{\Delta H_m}, \quad (5)$$

где $\Delta(B_m)_{\Delta H_m}$ – составляющая неопределенности изменения амплитуды магнитной индукции, обусловленная неопределенностью установления амплитуды напряженности магнитного поля, Тл;

U_{cp} – среднее значение напряжения на вторичной обмотке образца или намагничивающего устройства, В;

f – частота перемагничивания, Гц;

S – площадь поперечного сечения образца, определяемая формой и геометрическими размерами образца, м²;

W_2 – число витков вторичной (измерительной) обмотки образца или намагничивающего устройства.

Стандартную неопределенность типа В рассчитывали по формуле

$$u_B = \sqrt{\left(\frac{u(U_{cp})}{4fSW_2} \right)^2 + \left(\frac{u(f)U_{cp}}{4f^2SW_2} \right)^2 + \left(\frac{u(S)U_{cp}}{4fS^2W_2} \right)^2 + \left(\frac{\partial B_m}{\partial H_m} u(H_m) \right)^2}, \quad (6)$$

где $u(U_{cp})$ – стандартная неопределенность измерения переменного напряжения переменного тока синусоидальной формы на вторичной обмотке, В;

$u(f)$ – стандартная неопределенность установления частоты перемагничивания, Гц;

$u(S)$ – стандартная неопределенность определения площади поперечного сечения образца, м²;
 $u(H_m)$ – неопределенность установления заданного значения H_m , определяемая по формуле

$$u(H_m) = \sqrt{\left(\frac{u(U_{cpM})W_1}{4fM_{cp}}\right)^2 + \left(\frac{U_{cpM}W_1u(f)}{4f^2M_{cp}}\right)^2 + \left(\frac{U_{cpM}W_1u(M)}{4fM^2l_{cp}}\right)^2}, \quad (7)$$

где $u(U_{cpM})$ – стандартная неопределенность измерения напряжения переменного тока на первичной обмотке катушки взаимной индуктивности (далее – КВИ), соответствующего заданному значению H_m , В;

$u(M)$ – неопределенность определения коэффициента взаимной индуктивности КВИ, определенная при калибровке, Гн;

$u(f)$ – стандартная неопределенность установления частоты перемангничивания, Гц;

l_{cp} – средняя линия магнитного пути, определяемого формой и размерами образца, м;

$\frac{\partial B_m}{\partial H_m}$ – изменение амплитуды магнитной индукции

при изменении амплитуды напряженности магнитного поля образца вблизи измеряемого значения B_m , Тл · А⁻¹ · м, определяемое из экспериментально определенных динамических кривых намагничивания образцов различных партий МММ.

При этом неопределенности входных величин (частота, напряжение на первичной обмотке, напряжение на вторичной обмотке, коэффициент взаимной индуктивности КВИ, геометрические размеры образца) определялись из результатов калибровки применяемых средств измерений. Пример бюджета неопределенности результата измерений амплитуды магнитной индукции полосового образца при заданной частоте перемангничивания $f = 400$ Гц и амплитуде напряженности $H_m = 40$ А/м приведен в табл. 1.

При оценке неопределенности результатов измерений удельной мощности магнитных потерь,

Таблица 1. Бюджет неопределенности результата измерений амплитуды магнитной индукции полосового образца при $f = 400$ Гц, $H_m = 40$ А/м

Table 1. Uncertainty budget of the measurement result of the magnetic flux density amplitude of a strip sample at $f = 400$ Hz, $H_m = 40$ A/m

Тип	Источник	Оценка величины	Оценка стандартной неопределенности		Коэффициент влияния		Закон распр.	Число степ. своб., ν_j	Вклад в неопределенность	
			u_j	ед. изм.	$c_j = \frac{\partial f}{\partial x_j}$	ед. изм.			$c_j u_j$	ед. изм.
A	u_A	0,8052	$0,63 \cdot 10^{-3}$	Тл	1	–	N	9	$0,63 \cdot 10^{-3}$	Тл
B	U_{cpM}	0,8594	$0,43 \cdot 10^{-3}$	В	46,542	$\frac{A/M}{B}$	R	∞	$0,20 \cdot 10^{-1}$	А/м
B	f	400	$1 \cdot 10^{-6}$	Гц	0,750	$\frac{A/M}{Гц}$	R	∞	$0,75 \cdot 10^{-6}$	А/м
B	M	0,01	$2,5 \cdot 10^{-6}$	Гн	4131,7	$\frac{A/M}{Гн}$	R	∞	$1,03 \cdot 10^{-2}$	А/м
B	H_m	40	$1,05 \cdot 10^{-2}$	А/м	0,01525	$\frac{Тл}{A/M}$	R	∞	$0,16 \cdot 10^{-3}$	Тл
B	S	$0,593 \cdot 10^{-4}$	$0,12 \cdot 10^{-7}$	м ²	$12,94 \cdot 10^4$	$\frac{Тл}{M^2}$	R	∞	$1,54 \cdot 10^{-3}$	Тл
B	U_{cp}	53,487	$0,449 \cdot 10^{-2}$	В	0,1230	$\frac{Тл}{B}$	R	∞	$0,55 \cdot 10^{-3}$	Тл
Стандартная неопределенность типа A, u_A									$0,63 \cdot 10^{-3}$	Тл
Стандартная неопределенность типа B, u_B									$1,64 \cdot 10^{-3}$	Тл
Суммарная стандартная неопределенность, u_C									$1,76 \cdot 10^{-3}$	Тл
Расширенная неопределенность, U ($k = 2, P = 0,95$)									$3,52 \cdot 10^{-3}$	Тл
Относительное значение расширенной неопределенности, \tilde{U}									0,44	%

полученных путем прямых измерений на ГЭТ 198–2017, руководствовались методикой расчета неопределенности воспроизведения единиц мощности магнитных потерь МРН 02-ГЭТ 198–2016. Методика устанавливает порядок расчета неопределенности воспроизведения единиц мощности и удельной мощности магнитных потерь на государственном первичном эталоне. В эталоне реализован индукционный метод измерений с аналого-цифровым преобразованием мгновенных значений напряжения на измерительной обмотке образца и напряжения на образцовом резисторе в намагничивающей цепи в цифровые коды, записываемые в память и используемые для вычисления магнитных характеристик.

Исследование стабильности свойств кандидата СО проводили согласно алгоритмам, приведенным в ГОСТ ISO Guide 35–2015, с использованием результатов измерений, полученных в период с 2018 по 2022 гг. Для исследований были отобраны 5 образцов различной толщины полос со значениями магнитных характеристик во всех интервалах допускаемых значений аттестуемых характеристик.

Результаты и обсуждение

По результатам проведенных исследований для разрабатываемого типа СО были получены метрологические характеристики, приведенные в таблице 2.

Величина погрешности (неопределенности) зависит от величины напряженности магнитного поля и частоты перемагничивания. Значения аттестуемых характеристик СО могут быть определены в диапазоне частот перемагничивания от 50 до 5000 Гц. Предполагаемая периодичность повторного определения метрологических характеристик составляет 2 года.

Кроме этого, установлен ряд требований к геометрическим размерам полос: длина от 280 до 350 мм, ширина $(30 \pm 0,2)$ мм, толщина от 0,1 до 0,5 мм. Полосы не должны различаться по длине более чем на $\pm 0,5$ мм. Площадь поперечного сечения образца должна быть в интервале от $0,5 \cdot 10^{-4}$ до $1,5 \cdot 10^{-4}$ м².

После нарезания полосы должны быть подвергнуты отжигу для снятия механических напряжений. Для стабилизации магнитных свойств полосы после отжига должны быть подвергнуты старению. Количество полос в образце должно быть кратно 4, одна половина полос нарезана вдоль направления прокатки (предельный угол между направлением реза и направлением прокатки не более $\pm 5^\circ$), другая половина – поперек направления прокатки.

Полученные результаты позволяют включить в назначение данного типа СО применение их для аттестации методик измерений, для проведения калибровки и поверки средств измерений, а также для контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении испытаний в целях утверждения типа.

Заключение

В ходе исследования предложен и апробирован подход к созданию СО для метрологического обеспечения динамических магнитных свойств стали электротехнической холоднокатаной изотропной, выполненных в форме полос для аппарата Эпштейна. По результатам исследования авторы разработали практические рекомендации к геометрическим размерам образцов и процессу подготовки материала СО. Отмечено, что величина погрешности (неопределенности) напрямую зависит от величины напряженности магнитного поля и частоты перемагничивания.

Таблица 2. Метрологические характеристики разрабатываемого типа СО
Table 2. Metrological characteristics of the developed RMs

Аттестуемые характеристики СО		Полученный результат
Удельная мощность магнитных потерь	диапазон допускаемых значений аттестуемой характеристики	от 0,1 до 100,0 Вт/кг
	допускаемые значения относительной расширенной неопределенности	от 0,3 до 1,5 %
	границы допускаемых значений относительной погрешности	от $\pm 0,3$ до $\pm 1,5$ %
Амплитуда магнитной индукции	диапазон допускаемых значений аттестуемой характеристики	от 0,01 до 2,0 Тл
	допускаемые значения относительной расширенной неопределенности	от 0,5 до 1,5 %
	границы допускаемых значений относительной погрешности	от $\pm 0,5$ до $\pm 1,5$ %

Установлены метрологические характеристики исследуемого типа СО:

– удельная мощность магнитных потерь в диапазоне от 0,1 до 100,0 Вт/кг с допускаемыми значениями относительной расширенной неопределенности от 0,3 до 1,5 % и границами допускаемых значений относительной погрешности от $\pm 0,3$ до $\pm 1,5$ %;

– амплитуда магнитной индукции в диапазоне от 0,01 до 2,0 Тл с допускаемыми значениями относительной расширенной неопределенности от 0,5 до 1,5 % и границами допускаемых значений относительной погрешности от $\pm 0,5$ до $\pm 1,5$ %.

Изготовлена опытная партия СО. Главной особенностью СО является то, что величина одной из двух аттестуемых характеристик – удельной мощности магнитных потерь – передается напрямую от ГЭТ 198–2017, а другой – амплитуды магнитной индукции – определяется в соответствии с аттестованной методикой измерений.

Достиженные результаты обладают практической значимостью, потому что разработанные СО могут обеспечить возможность полного и достоверного определения магнитных характеристик образцов изотропной электротехнической стали в соответствии с требованиями, предъявляемыми действующими стандартами.

Дальнейшие исследования будут направлены на разработку СО динамических магнитных свойств, выполненных в форме колец и листов, изготовленных для нужд более широкого круга потребителей и производителей различных МММ.

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: Сердюков С. В. – проведение исследовательских работ, написание чернового варианта статьи, подготовка визуальных материалов для представления результатов на конференции; Маслова Т. И. – разработка концепции исследования, разработка методологии, проведение исследовательских работ; Цай И. С. – планирование, руководство и контроль исследовательской деятельности; Волегова Е. А. – контроль проведения исследований, проверка и редакция текста статьи.

Contribution of the authors: Serdjukov S. V. – conducting research work, writing a draft version of the article, preparing visual materials for presenting the results at the conference; Maslova T. I. – development of the research concept, methodology development, conducting research work; Tsay I. S. – planning, management, and control of research activities; Volegova E. A. – control of research, manuscript revision and editing.

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

- 1337 EURAMET.EM.M-S2: Supplementary comparison of national standard facilities in the field of measuring the polarization and specific total power loss in soft magnetic materials / M. Albrecht [et al.] // Metrologia. 2018. Vol. 55, № 1A. P. 01006. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/55/1A/01006>
- Корзунин Г. С. Современное состояние контроля некоторых магнитных характеристик анизотропной электротехнической стали (обзор) // Дефектоскопия. 2005. № 10. С. 23–57.
- Дидик Ю. И., Малюк В. П. Метрологическое обеспечение контроля качества магнитомягких материалов // Законодательная и прикладная метрология. 1997. № 6. С. 36.
- Sievert J. The measurement of magnetic properties of electrical sheet steel – survey on methods and situation of standards // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2000. Vol. 215–216. P. 647–651. [https://doi.org/10.1016/S0304-8853\(00\)00251-1](https://doi.org/10.1016/S0304-8853(00)00251-1)

5. Sievert J., Ahlers H. The magnetic metrology of materials – A review // *Bulletin of Materials Science*. 1994. Vol. 17, № 7. P. 1393–1399. <https://doi.org/10.1007/BF02747236>
6. Magnetic measurements on electrical steels using Epstein and SST methods. Technical Report / J. Sievert [et al.]. Germany: PTB, 2001.
7. Вдовин Ю. А., Векслер А. З., Конева З. А. Стандартные образцы – эффективное средство контроля качества электротехнической стали // *Измерительная техника*. 1979. № 6. С. 54–56.
8. GET 198-2017, State Primary Standard of Unit of Power of Magnetic Losses and Unit of Magnetic Induction of Constant Magnetic Field in Range from 0.1 to 2.5 T and Magnetic Flux from $1 \cdot 10^{-5}$ to $3 \cdot 10^{-2}$ Wb / E. A. Volegova [et al.] // *Measurement Techniques*. 2018. Vol. 61, № 3. P. 199–202. <https://doi.org/10.1007/s11018-018-1409-2>

REFERENCES

1. Albrecht M., Malygin M. A., Kupec J., Ulvr M., Appino C., Hall M. et al. 1337 EURAMET.EM.M-S2: Supplementary comparison of national standard facilities in the field of measuring the polarization and specific total power loss in soft magnetic materials. *Metrologia* 2018;55(1A):01006. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/55/1A/01006>
2. Korzunin G. S. The modern status of inspection of certain magnetic characteristics of anisotropic electrical steel (review). *Russian Journal of Nondestructive Testing*. 2005;(10):23–57. (In Russ.).
3. Didik Iu. I., Maliuk V. P. Metrological assurance of quality control of soft magnetic materials. *Zakonodatelnaiia i Prikladnaia Metrologiia*. 1997;(6):36. (In Russ.).
4. Sievert J. The measurement of magnetic properties of electrical sheet steel – survey on methods and situation of standards. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2000;215–216:647–651. [https://doi.org/10.1016/S0304-8853\(00\)00251-1](https://doi.org/10.1016/S0304-8853(00)00251-1)
5. Sievert J., Ahlers H. The magnetic metrology of materials – A review. *Bulletin of Materials Science*. 1994;17(7):1393–1399. <https://doi.org/10.1007/BF02747236>
6. Sievert J., Ahlers H., Fiorillo F., Hall M., Henderson L., Rocchino L. Magnetic measurements on electrical steels using Epstein and SST methods. Technical Report. Germany: PTB; 2001.
7. Vdovin Iu. A., Veksler A. Z., Koneva Z. A. Reference materials – an effective means of quality control of electrical steel. *Izmeritel'naia Tekhnika*. 1979;(6):54–56. (In Russ.).
8. Volegova E. A., Malygin M. A., Maslova T. I., Volegov A. S. GET 198-2017, State Primary Standard of Unit of Power of Magnetic Losses and Unit of Magnetic Induction of Constant Magnetic Field in Range from 0.1 to 2.5 T and Magnetic Flux from $1 \cdot 10^{-5}$ to $3 \cdot 10^{-2}$ Wb. *Measurement Techniques*. 2018;61(3):199–202. <https://doi.org/10.1007/s11018-018-1409-2>

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

- ГОСТ 21427.2–83 Сталь электротехническая холоднокатаная изотропная тонколистовая. Технические условия (с Изменениями N1–5, с Поправкой). М.: ИПК Издательство стандартов, 2003, 120 с.
- ГОСТ 32482–2013 Прокат тонколистовой холоднокатаный из электротехнической анизотропной стали для трансформаторов. Технические условия. М.: Стандартинформ, 2014. 14 с.
- ГОСТ 33212–2014 Прокат тонколистовой холоднокатаный из электротехнической изотропной стали. Технические условия. М.: Стандартинформ, 2015, 14 с.
- ГОСТ ISO Guide 35–2015 Стандартные образцы. Общие и статистические принципы сертификации (аттестации). М.: Стандартинформ, 2017. 60 р
- ГСО 10270–2013 Стандартный образец динамических магнитных свойств стали электротехнической холоднокатаной анизотропной // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/389912> (дата обращения: 28.07.2022).
- ГСО 10271–2013 Стандартный образец динамических магнитных свойств стали электротехнической холоднокатаной анизотропной (СОТЭС) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/389911> (дата обращения: 28.07.2022).
- ГСО 2129–89 Стандартный образец удельных магнитных потерь (сталь электротехническая холоднокатаная анизотропная) комплект СОТЭСЛ // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/393998> (дата обращения: 28.07.2022).
- ГЭТ 198 Государственный первичный эталон единиц мощности магнитных потерь, магнитной индукции постоянного магнитного поля в диапазоне от 0,1 до 2,5 Тл и магнитного потока в диапазоне от $1 \cdot 10^{-5}$ до $3 \cdot 10^{-2}$ Вб / институт-хранитель УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397884> (дата обращения: 28.07.2022).
- M.261.0059/RA.RU.311866/2022 Методика измерений магнитной индукции в переменных магнитных полях образцов магнитомягких материалов индукционным методом // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/16/items/1400432> (дата обращения: 28.07.2022).

МРН 02-ГЭТ 198–2016 (2 редакция) Методика расчета неопределенности воспроизведения единиц мощности магнитных потерь на ГЭТ 198. Екатеринбург, 2016.

Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений мощности магнитных потерь магнитомягких материалов и магнитных характеристик магнитотвердых материалов: приказ Росстандарта от 29.12.2018 № 2816 // Росстандарт : официальный сайт. URL: www.gost.ru (дата обращения: 28.07.2022).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Сердюков Сергей Владимирович – научный сотрудник лаборатории метрологии магнитных измерений и неразрушающего контроля УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

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

E-mail: serdyukovsv@uniim.ru

Researcher ID: AAE-5131–2022

Маслова Татьяна Ивановна – старший научный сотрудник лаборатории метрологии магнитных измерений и неразрушающего контроля УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

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

E-mail: maslova@uniim.ru

Researcher ID: AAE-5161–2022

Цай Ирина Сергеевна – и. о. зав. лабораторией метрологии магнитных измерений и неразрушающего контроля УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

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

E-mail: tsay@uniim.ru

Researcher ID: AAE-5173–2022

Волегова Екатерина Александровна – научный сотрудник лаборатории метрологии магнитных измерений и неразрушающего контроля УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

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

E-mail: maslova@uniim.ru

Researcher ID: O-5295–2018

<https://orcid.org/0000-0002-3754-0743>

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Sergey V. Serdjukov – Researcher, Laboratory of Metrology of Magnetic Measurements and Non-Destructive Testing, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology

4 Krasnoarmeyskaya str., Yekaterinburg, 620075, Russia

e-mail: serdyukovsv@uniim.ru

Researcher ID: AAE-5131–2022

Tatiana I. Maslova – Senior Researcher, Laboratory of Metrology of Magnetic Measurements and Non-Destructive Testing, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology

4 Krasnoarmeyskaya str., Yekaterinburg, 620075, Russia

e-mail: maslova@uniim.ru

Researcher ID: AAE-5161–2022

Irina S. Tsay – Acting Head of the Laboratory of Metrology of Magnetic Measurements and Non-Destructive Testing, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology

4 Krasnoarmeyskaya str., Yekaterinburg, 620075, Russia

e-mail: tsay@uniim.ru

Researcher ID: AAE-5173–2022

Ekaterina A. Volegova – Researcher, Laboratory of Metrology of Magnetic Measurements and Non-Destructive Testing, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology.

4 Krasnoarmeyskaya str., Yekaterinburg, 620075, Russia

e-mail: maslova@uniim.ru

Researcher ID: O-5295–2018

<https://orcid.org/0000-0002-3754-0743>

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Обзорная статья

УДК 006.91:641.1

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-83-98>



Первичные референтные методики измерений в пищевой промышленности: опыт применения и перспективы развития

А. С. Сергеева¹  , А. В. Касилюнас¹ , Е. Г. Парфенова¹ , С. В. Медведевских²  

¹ УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», г. Екатеринбург, Россия

 sergeevaas@uniim.ru

² ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия

 s.v.medvedevskih@vniim.ru

Аннотация: Настоящее исследование посвящено решению одной из актуальных проблем количественного химического анализа, связанной с обеспечением метрологической прослеживаемости при измерении обобщенных, «трудноформализуемых», «методозависимых» величин путем разработки и внедрения Государственных первичных референтных методик измерений (ГПРМИ) массовой доли жира, золы и углеводов в пищевых продуктах и продовольственном сырье, ГПРМИ массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе. Цель настоящей работы – выявить перспективные направления исследований и сформировать план мероприятий в области разработки новых ГПРМИ и стандартных образцов (СО) для обеспечения метрологической прослеживаемости измерений показателей пищевой ценности пищевой продукции.

В разработанных ГПРМИ измерение массовой доли жира проводится методом Рэнделла, массовой доли золы – термогравиметрическим методом, массовой доли углеводов – йодометрическим титрованием. ГПРМИ используются для разработки СО состава молочных и мясных продуктов, яичного порошка, крахмала, детского питания, масличных культур и продуктов на их основе, комбикормов. В процессе внедрения ГПРМИ выявлена необходимость расширения номенклатуры выпускаемых СО для новых групп продукции. На измерительной базе ГПРМИ разработаны и аттестованы высокоточные методики измерений, использованные для определения метрологических характеристик СО состава молочных продуктов, филе минтая, сухарей пшеничных.

В период с 2019 по 2022 гг. в 6 раз возросло количество выпускаемых экземпляров СО. ГПРМИ и СО были использованы при организации межлабораторных сличительных испытаний, проведении испытаний в целях утверждения типа и поверок анализаторов пищевых продуктов и продовольственного сырья.

Опыт применения ГПРМИ выявил необходимость проведения работ по созданию и внедрению новых ГПРМИ. Составленный план мероприятий по разработке новых ГПРМИ и СО позволит охватить основные группы пищевой продукции, представленные в Технических регламентах Таможенного и Евразийского экономического союзов.

Ключевые слова: первичная референтная методика измерений, прослеживаемость, стандартные образцы, пищевые продукты, продовольственное сырье, пищевая ценность

Используемые сокращения: ГПРМИ – Государственная первичная референтная методика измерений; ГСО – стандартный образец утвержденного типа; МСИ – межлабораторные сличительные испытания; ПРМИ – первичная референтная методика измерений; РМИ – референтная методика измерений; СО – стандартный образец; ФИФ – Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Ссылка при цитировании: Первичные референтные методики измерений в пищевой промышленности: опыт применения и перспективы развития / А. С. Сергеева [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 4. С. 83–98. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-83-98>

Статья поступила в редакцию 21.03.2023; одобрена после рецензирования 22.04.2023; принята к публикации 25.05.2023.

MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

Research Article

Primary Reference Measurement Procedures in the Food Industry: Usage Experience and Development Prospects

Anna S. Sergeeva¹  , Anastasia V. Kasilyunas¹ , Elena G. Parfenova¹ ,
Sergey V. Medvedevskikh²  

¹UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology, Yekaterinburg, Russia
 sergeevaas@uniim.ru

²D. I. Mendeleev Institute for Metrology, St. Petersburg, Russia
 s.v.medvedevskikh@vniim.ru

Abstract: This article reviews the usage experience and development prospects of four state primary reference measurement procedures (SPRMPS) created to provide metrological support of measurements in the food and agricultural industries. The SPRMPS certified in 2016–2019 include those of the mass fraction of fat, ash, and carbohydrates in food products and raw materials; of the mass fraction of crude fat (oil content) in oilseeds and related products. The mass fraction of fat, crude fat, and oil content is measured using the Randall method; the mass fraction of ash is determined by the thermogravimetric method; the mass fraction of carbohydrates (total sugar) is defined by iodometric titration. The considered SPRMPS were used to develop reference materials (RMs) for the composition of dairy and meat, egg powder, starch, baby food, oilseeds, related products, and compound feeds. SPRMPS implementation required extending the range of the manufactured RMs for new product groups. High-precision procedures for measuring the mass fraction of fat in liquid dairy products, fish, pastry, confectionery, and pasta products, as well as the mass fraction of lactose in liquid dairy products were developed and certified to describe the characteristics of dairy, pollock fillets, and wheat crackers composition.

Keywords: primary reference measurement procedures, traceability, certified reference materials, food products, food raw materials, nutritional value

Abbreviations: SPRMP – state primary reference measurement procedure; CRMs – certified reference materials; ILCs – interlaboratory comparisons; PRMP – primary reference measurement procedure; RMP – reference measurement procedure; RMs – reference materials; FIF EUM – Russian Federal Information Fund for Ensuring the Uniformity of Measurements.

For citation: Sergeeva A. S., Kasilyunas A. V., Parfenova E. G., Medvedevskikh S. V. Primary reference measurement procedures in the food industry: usage experience and development prospects. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(4):73–81. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-83-98>

The article was submitted 21.03.2023; approved after reviewing 22.04.2023; accepted for publication 25.05.2023.

Введение

Консультативный комитет по количеству вещества [1] утвердил следующее: «первичный метод измерений – это метод, имеющий наивысшие метрологические характеристики, действие которого может быть полностью описано и для которого неопределенность может быть указана в единицах СИ». Методами, потенциально относящимися к первичным методам анализа, являются масс-спектрометрия с изотопным разбавлением; кулонометрия; гравиметрия и ряд других [2]. В 2007 году понятия «первичная референтная методика измерений» и «референтная методика измерений» (ПРМИ и РМИ) были включены в Международный словарь по метрологии VIM (ISO/IEC Guide 99:2007). Появление ПРМИ и РМИ прежде всего связано с необходимостью построения метрологической иерархии, вершиной которой является ПРМИ, позволяющая получать результаты измерения величины без их прослеживаемости к эталону единицы величины того же рода и применяемая для контроля правильности результатов измерений, полученных по другим методикам. ПРМИ разрабатываются и утверждаются для метрологического обеспечения так называемых «методозависимых» величин, определяемых по эмпирическим методиками измерений [3]. ПРМИ и РМИ получили наибольшее распространение в мировой метрологической практике, связанной с биоанализом и клинической диагностикой. Разработаны стандарты, устанавливающие требования к РМИ в области лабораторной медицины, например, ISO 15195:2018. Ведутся дискуссии о возможности признания калибровочных и измерительных возможностей Национальных метрологических институтов для операционно-определяемых величин путем их включения в базу данных Международного бюро мер и весов (BIPM)¹ [4–7].

В Российской Федерации ПРМИ и РМИ были введены в сферу государственного регулирования обеспечения единства измерений в 2014 году в рамках принятия 254-ФЗ от 21.07.2014 «О внесении изменений в Федеральный закон 102-ФЗ от 26.06.2008 «Об обеспечении единства измерений». Порядок аттестации ПРМИ и РМИ и область их применения были установлены Приказом Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 15 декабря 2015 г. № 4091. Наиболее эффективным применение ПРМИ оказалось при разработке метрологического обеспечения в области пищевой и сельскохозяйственной промышленности для обеспечения метрологической прослеживаемости

измерений обобщенных, «трудноформализуемых» показателей пищевой ценности пищевых продуктов и продовольственного сырья, таких как содержание жира, золь и углеводов.

В период с 2016 по 2019 гг. были разработаны и утверждены в качестве государственных следующие ПРМИ:

– ГПРМИ массовой доли жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье М.241.01/RA.RU.311866/2018 (Номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ФИФ) – ФР.ПР1.31.2019.00001);

– ГПРМИ массовой доли золы в пищевых продуктах и продовольственном сырье М.241.02/RA.RU.311866/2018 (ФР.ПР1.31.2019.00002);

– ГПРМИ массовой доли углеводов в пищевых продуктах и продовольственном сырье (ФР.ПР1.31.2019.00005);

– ГПРМИ массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе (ФР.ПР1.31.2019.00009).

Результаты разработки ГПРМИ представлены в работах [8–11]. Согласно схеме, описанной в работе [12], в качестве основного средства передачи единиц, характеризующих пищевую ценность, от ГПРМИ к результатам рутинным измерений могут быть использованы стандартные образцы (СО) состава пищевых продуктов и продовольственного сырья, охарактеризованные с применением ГПРМИ. В связи с этим актуальным является исследование применимости предложенной схемы для обеспечения единства измерений в пищевой и сельскохозяйственной промышленности.

Цель настоящей работы – выявить перспективные направления исследований и сформировать план мероприятий в области разработки новых ГПРМИ и СО для обеспечения метрологической прослеживаемости измерений показателей пищевой ценности пищевой продукции. Решение поставленной цели предполагает реализацию следующих задач: 1) проведение анализа статистических данных по выпуску СО с использованием ГПРМИ, а также применению выпускаемых СО для обеспечения метрологической прослеживаемости при организации межлабораторных сличительных испытаний (МСИ), проведении испытаний в целях утверждения типа и поверок анализаторов пищевых продуктов; 2) сопоставление номенклатуры выпускаемых СО с перечнем групп пищевой продукции, указанных в Технических регламентах Таможенного и Евразийского экономического союзов, выявление неохваченных групп продукции и выбор материалов-кандидатов для разработки СО; 3) составление плана мероприятий по разработке новых ГПРМИ

¹ BIPM – Bureau International des Poids et Mesures [Сайт]. URL: <https://www.bipm.org>

и СО для обеспечения метрологической прослеживаемости измерений показателей пищевой ценности.

Материалы и методы

В разработанных ГПРМИ измерение массовой доли жира проводится с использованием метода Рэнделла, основанного на количественной экстракции свободного и химически или механически связанного жира из проб продукта с его последующим взвешиванием. В случае определения общего жира в молочных, мясных, сухих яичных продуктах и детском питании метод реализован с предварительной стадией гидролиза. При определении сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе, зерне зерновых и зернобобовых культур, комбикормах и кормовых компонентах предварительный гидролиз не проводится.

Измерение массовой доли золы проводится с использованием термогравиметрического метода, включающего пробоподготовку, обугливание, озоление навески пробы продукта и последующее гравиметрическое измерение массы минерального остатка после озоления.

Измерение массовой доли углеводов (общего сахара) проводится с использованием метода йодометрического титрования, основанного на окислении редуцирующих сахаров в щелочной среде йодом и титровании неизрасходованного йода раствором тиосульфата натрия.

Оценивание метрологических характеристик ГПРМИ и высокоточных методик измерений проводится с учетом источников неопределенности, входящих в уравнения измерений, вкладов от методических параметров, неоднородности материала проб и влияния оператора с использованием алгоритмов, изложенных в ISO 5725–5:1998, РМГ 61–2010, Руководстве ЕВРАХИМ/СИТАК [3].

Исследование метрологических СО состава пищевых продуктов и продовольственного сырья проводится в соответствии с ISO Guide 35:2006.

Межлабораторные сличительные испытания (МСИ) по определению показателей качества и пищевой ценности проводятся в соответствии с ISO/IEC17043:2010.

Результаты и обсуждения

ГПРМИ массовой доли жира, золы и углеводов в пищевых продуктах и продовольственном сырье, ГПРМИ массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе предназначены для проведения высокоточных измерений, оценки правильности результатов измерений, полученных с использованием других методик (методов) измерений, в том числе применяемых для подтверждения соответствия продукции обязательным требованиям, установленным в технических регламентах, а также для калибровки средств измерений и определения характеристик СО. Объекты измерений и метрологические характеристики ГПРМИ представлены в табл. 1.

Таблица 1. Объекты измерений и метрологические характеристики ГПРМИ
Table 1. Measurement objects and metrological characteristics of SPRMPs

Номер в ФИФ	Объекты измерений	Измеряемая величина	Диапазон измерений, %	Расширенная неопределенность ($k = 2$), %
ФР.ПР1.31.2019.00001	молочные, зерно-молочные, зерновые, мясные, сухие яичные продукты, в том числе для детского питания	массовая доля жира	0,1–80	0,08–0,80
ФР.ПР1.31.2019.00009	зерно зерновых и зернобобовых культур, семена масличных культур и продукты на их основе, комбикорма и кормовые компоненты	массовая доля сырого жира (масличность)	0,2–70	0,15
ФР.ПР1.31.2019.00002	зерно, зернопродукты, крахмал, сахар, продукты молочные, низколактозные, безлактозные, в том числе для детского питания, комбикорма и кормовые компоненты	массовая доля золы	0,1–40	0,003–0,30

Окончание табл. 1
End of Table 1

Номер в ФИФ	Объекты измерений	Измеряемая величина	Диапазон измерений, %	Расширенная неопределенность ($k = 2$), %
ФР.ПР1.31.2019.00005	молочные, зерновые, зерно-молочные, низколактозные и безлактозные продукты, в том числе для детского питания	массовая доля редуцирующих сахаров в пересчете на моногидрат лактозы	0,5–80	0,25
		массовая доля нередуцирующих сахаров в пересчете на сахарозу	0,5–50	0,30
		массовая доля углеводов (общего сахара)	1–80	0,40

ГПРМИ совместно с Государственным первичным эталоном единиц массовой доли, массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах ГЭТ 173-2017 [13, 14] и Государственным вторичным эталоном единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе объемного титриметрического метода анализа ГВЭТ 176-1-2010 [15] использованы для характеристики СО состава пищевых продуктов и продовольственного сырья с аттестованными характеристиками, определяющими пищевую ценность – массовые доли влаги, белка (сырого протеина), жира (сырого жира, масличности), золы, углеводов (лактозы) [12, 16, 17].

В процессе внедрения ГПРМИ выявлена необходимость расширения номенклатуры выпускаемых СО для новых групп продукции. На измерительной базе ГПРМИ были разработаны и аттестованы высокоточные методики измерений массовой доли жира в жидких молочных продуктах (ФР.1.31.2020.36184), рыбе (ФР.1.31.2020.36183), хлебобулочных, кондитерских и макаронных изделиях (ФР.1.31.2022.43775) методом Рэнделла, а также массовой доли лактозы в жидких молочных продуктах методом йодометрического титрования (ФР.1.31.2020.36183). Объекты измерений и метрологические характеристики высокоточных методик на оборудовании для реализации ГПРМИ представлены в табл. 2.

Таблица 2. Высокоточные методики измерений на оборудовании для реализации ПРМИ
Table 2. High-precision measurement procedures using the equipment for implementing SPRMPs

Номер в ФИФ	Объекты измерений	Измеряемая величина	Диапазон измерений, %	Расширенная неопределенность ($k = 2$), %
ФР.1.31.2020.36184	молоко питьевое	массовая доля жира	0,5–6	0,05
	сливки питьевые		9–42	0,06
ФР.1.31.2020.36183	молоко питьевое	массовая доля лактозы	4–5,5	0,08
	сливки питьевые		3–8	
ФР.1.31.2021.39190	рыба свежая, охлажденная, отварная, лиофилизированная	массовая доля жира	0,5–20	0,25
ФР.1.31.2022.43775	хлебобулочные, кондитерские и макаронные изделия	массовая доля жира	0,5–50	0,25

Методики измерений, указанные в табл. 2, использованы для определения характеристик СО: ГСО 11504-2020/ГСО 11505-2020 состава молочных продуктов [18], ГСО 11687-2021 состава филе минтая сублимационной сушки, ГСО 11962-2022 состава сухарей пшеничных. Метрологические характеристики СО представлены в табл. 3 и 4.

В дополнении к ГПРМИ массовой доли углеводов в пищевых продуктах и продовольственном сырье (ФР.ПР1.31.2019.00005) проведена разработка методик

измерений массовой доли основного вещества в моно- и дисахаридах с применением методов йодометрического титрования и материального баланса («сто минус сумма примесей») с последующим созданием следующих СО: ГСО 11820-2021 состава лактозы моногидрата, ГСО 11839-2021/ГСО 11843-2021 состава моно- и дисахаридов (D(+)-галактозы, D-глюкозы ангидрид, лактозы моногидрата, лактулозы, D(-)-фруктозы), ГСО 11884-2022 состава арабинозы, ГСО 11885-2022 состава маннозы, ГСО 11886-2022 состава сахарозы [11, 19].

Таблица 3. Метрологические характеристики ГСО 11504–2020/ГСО 11505–2020 состава молочных продуктов: молоко питьевое (МС-1–1), сливки питьевые (МС-1–2)

Table 3. Metrological characteristics of GSO 11504–2020/GSO 11505–2020 of dairy products composition: drinking milk (MS-1–1), drinking cream (MS-1–2)

Аттестуемая характеристика	Индекс СО	Интервал аттестованных значений, %	Абсолютная расширенная неопределенность (k = 2), %
Массовая доля жира	МС-1–1	0,50–6,00	0,05
	МС-1–2	9,00–42,0	0,06
Массовая доля белка	МС-1–1	2,00–4,00	0,04
	МС-1–2	1,50–3,50	0,06
Массовая доля сухих веществ	МС-1–1	8,0–15,0	0,1
	МС-1–2	20,0–55,0	
Массовая доля лактозы	МС-1–1	4,00–5,50	0,08
	МС-1–2	3,00–8,00	

Таблица 4. Метрологические характеристики ГСО 11687–2021, ГСО 11962–2022

Table 4. Metrological characteristics of GSO 11687–2021, GSO 11962–2022

Наименование СО	Аттестуемая характеристика	Интервал аттестованных значений, %	Абсолютная расширенная неопределенность (k = 2), %
ГСО 11687–2021 состава филе минтая сублимационной сушки	Массовая доля влаги	1,0–10,0	0,2
	Массовая доля азота*	11,20–15,84	0,08
	Массовая доля белка*	70,0–99,0	0,5
	Массовая доля жира*	1,0–15,0	0,4
ГСО 11962–2022 состава сухарей пшеничных	Массовая доля влаги	4,00–15,00	0,15
	Массовая доля азота*	1,00–5,00	0,08
	Массовая доля белка*	6,0–30,0	0,5
	Массовая доля жира*	1,5–15,0	0,2

* Значения приведены в пересчете на сухое вещество

В табл. 5 представлено распределение СО по основным группам пищевой продукции, указанным в Технических регламентах Таможенного и Евразийского экономического союзов. Наряду с СО, аттестованными с применением ГПРМИ и высокоточных методик, в табл. 5 перечислены также ранее разработанные и широко применяемые на практике СО с аттестованными значениями массовой доли влаги, установленные на ГЭТ 173-2017, и массовой доли азота, белка, установленные на ГВЭТ 176-1-2010: ГСО 8989-2008 массовой доли влаги зерна 1-го разряда; ГСО 8990-2008 массовой доли влаги зерна 2-го разряда; ГСО 9564-2010

массовой доли влаги в продуктах переработки зерна [20]; ГСО 10148-2012 массовой доли влаги в сухих молочных продуктах [21]; ГСО 9563-2010 состава молока сухого [15] и ГСО 9734-2010 состава зерна и продуктов его переработки [22]. Здесь же приведены материалы-кандидаты для разработки СО для неохваченных групп пищевых продуктов.

На рис. 1 представлены данные по выпуску СО с использованием ГПРМИ и высокоточных методик измерений на оборудовании для реализации ГПРМИ для различных групп продукции, которые демонстрируют ежегодное повышение спроса на выпускаемые СО.

Таблица 5. Распределение СО по группам пищевой продукции
Table 5. Distribution of RMs by food product groups

Технический регламент	Группа продукции	Стандартные образцы	Номер в ФИФ
ТР ТС 015/2011	зерно для пищевых и кормовых целей	пшеница, ячмень, рожь, соя, комбикорма, продукты переработки масличных культур	ГСО 8989-2008, ГСО 8990-2008, ГСО 9734-2010, ГСО 11268-2019/ ГСО 11270-2019, ГСО 11279-2019/ ГСО 11283-2019
ТР ТС 021/2011	мукомольно-крупяная продукция	мука пшеничная, из твердой пшеницы, ржаная хлебопекарная, ржано-пшеничная, пшенично-ржаная, кукурузная; крупа пшеничная, гречневая, овсяная, пшено шлифованное, ячменная, рисовая, кукурузная, манная; отруби пшеничные, ржаные; крупка пшеничная; мука соевая*	ГСО 9564-2010
	крахмалопродукты	крахмал кукурузный, крахмал картофельный	ГСО 11338-2019/ГСО 11339-2019
	сахар	сахароза, лактоза моногидрат, галактоза, глюкоза ангидрид, лактулоза, фруктоза, арабиноза, манноза	ГСО 11820-2021, ГСО 11839-2021/ ГСО 11843-2021, ГСО 11884-2022, ГСО 11885-2022, ГСО 11886-2022
	хлебобулочные, макаронные изделия	сухари пшеничные	ГСО 11962-2022
	кондитерские изделия	шоколад*, паста десертная*	СО отсутствуют
	плодоовощная продукция	томатный порошок*, мука ореховая*	СО отсутствуют
	яйца и продукты их переработки	яичный порошок	ГСО 11271-2019
ТР ТС 024/2011	масличное сырье	подсолнечник, соя, горчица, рапс, лен, хлопчатник	ГСО 11284-2019/ГСО 11289-2019

Окончание табл. 5
End of Table 5

Технический регламент	Группа продукции	Стандартные образцы	Номер в ФИФ
ТР ТС 027/2012	специализированная пищевая продукция	каша сухая рисовая, гречневая, кукурузная, мультизлаковая	ГСО 11144/ГСО 11147–2018
	компоненты для специализированной пищевой продукции	изолят соевого белка*	СО отсутствуют
ТР ТС 033/2013	молоко и молочные продукты	молоко сухое обезжиренное, молоко сухое цельное, сметана с/с, творог с/с, сыр сухой, молоко питьевое, сливки питьевые	ГСО 9563-2010, ГСО 10148-2012, ГСО 11086-2018/ГСО 11091-2018, ГСО 11399-2019, ГСО 11504-2020/ГСО 11505-2020
	продукция детского питания на молочной основе	смесь молочная сухая для детского питания, каша молочная сухая рисовая, гречневая, кукурузная, мультизлаковая	ГСО 11088-2018, ГСО 11127-2018/ГСО 11130/2018
ТР ТС 034/2013	мясо и мясная продукция	говядина с/с, свинина с/с	ГСО 11274-2019, ГСО 11275-2019
ТР ЕАЭС 040/2016	рыба и рыбная продукция	филе минтая с/с,	ГСО 11687-2021
ТР ЕАЭС 051/2021	мясо птицы и продукция ее переработки	мясо птицы с/с, консервы*	ГСО 11276-2019

* Материалы-кандидаты для разработки СО

В 2019, 2020, 2021 и 2022 годах было выпущено соответственно 69, 106, 274 и 428 экземпляров СО. Наиболее востребованными являются СО состава молочных продуктов. За последний год также значительно увеличился спрос на СО состава мясных продуктов, крахмала, каш зерновых и зерно-молочных для детского питания.

СО и образцы для МСИ, проанализированные с применением ГПРМИ, обеспечивают метрологическую прослеживаемость приписанных значений массовых долей влаги, белка, жира и золы при реализации программ проверки квалификации испытательных лабораторий в области измерений показателей качества молока и молочных продуктов, крахмала и крахмалопродуктов, яичного порошка. Всего проведено 7 раундов, общее число участников составило 121.

С использованием СО, аттестованных с применением ГПРМИ и высокоточных методик измерений, проведены испытания в целях утверждения типа и разработаны

методики поверки для экспрессных анализаторов пищевых продуктов и продовольственного сырья (табл. 6).

Выпускаемые СО состава пищевых продуктов и продовольственного сырья также позволили значительно упростить и ускорить процедуру проведения поверки ранее утвержденных типов экспрессных анализаторов, например, анализаторов качества молока Лактан (рег. №№ 46032-10, 73987-19), анализаторов пищевых продуктов Infratec (рег. № 63200-16). Прежде, ввиду отсутствия соответствующих СО, для поверки таких анализаторов использовали рабочие пробы пищевой продукции, проанализированные стандартизованными методами. Необходимость установления аттестованных значений массовых долей компонентов в рабочих пробах требовало от организаций, проводящих поверку, наличия дополнительного специализированного помещения, испытательного оборудования, квалифицированного персонала, использования большого объема реактивов, значительных временных затрат.

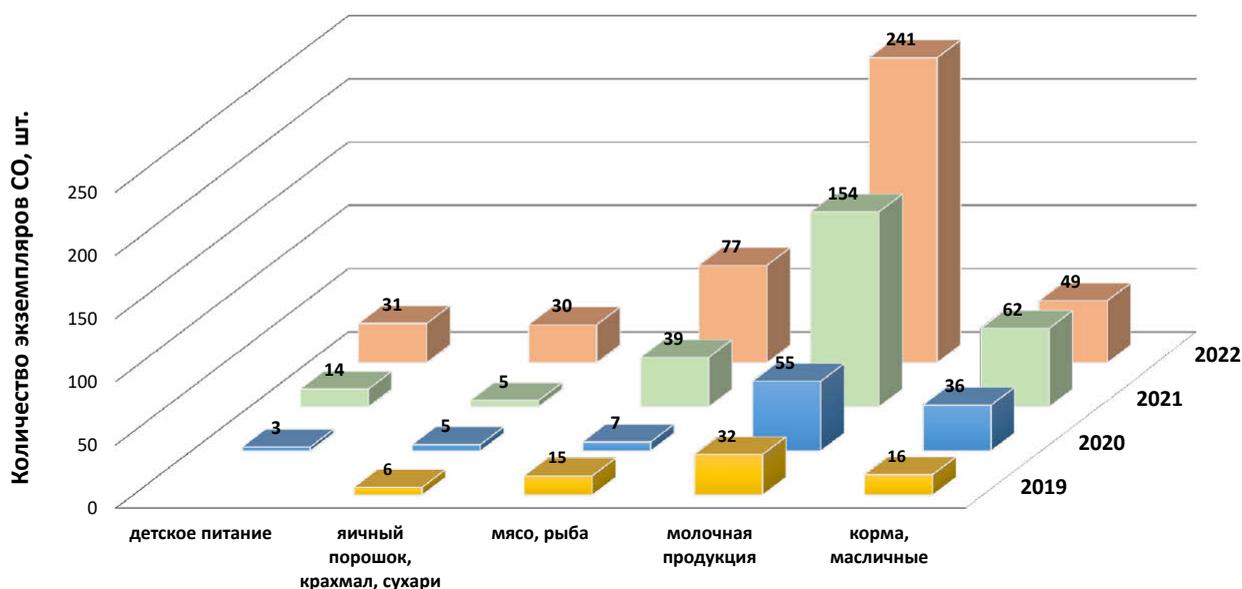


Рис. 1. Производство СО состава пищевых продуктов и продовольственного сырья с применением ГПРМИ и высокоточных методик измерений

Fig. 1. Production of RMs of food products and raw materials composition using SPRMPs and high-precision measurement procedures

Таблица 6. Средства измерений, прошедшие испытания в целях утверждения типа с применением СО
Table 6. Measuring instruments tested for type approval using RMs

Номер в ФИФ	Наименование и тип средств измерений	Изготовитель
72990–18	Анализатор пищевых продуктов Foodscan 2	FOSS Analytical A/S, Дания
77391–20	Анализаторы зерна и зернопродуктов INFRANEO	Chopin Technologies, Франция
78730–20	Анализаторы молока и молочных продуктов LactoScore FT-A	PerkinElmer Analytical Solution B. V., Нидерланды
79313–20	Анализаторы молока и молочных продуктов MIRA	Bruker Optik GmbH, Германия
80513–20	Анализаторы молока и молочных продуктов MilkoScan FT3	FOSS Analytical A/S, Дания
81771–21	Анализаторы инфракрасные Infracont	Infracont Instruments Ltd., Венгрия
85700–22	Анализаторы инфракрасные GrainSense	GrainSense Oy, Финляндия
86418–22*	Анализаторы молока Milkotester	Milkotester LTD, Болгария

* Испытания в целях утверждения типа проведены в ФГБУ «ВНИИМС»

В настоящее время ежегодно с применением разработанных СО выполняется поверка экспрессных анализаторов пищевых продуктов и продовольственного сырья. Всего в период с 2020 по 2022 гг. проведено более 190 поверок (рис. 2).

Таким образом, представленные данные демонстрируют высокую эффективность применения ГПРМИ для обеспечения метрологической прослеживаемости измерений в пищевой и сельскохозяйственной промышленности. В то же время выявлена необходимость



Рис. 2. Сведения о количестве проверок анализаторов с применением СО, аттестованных с применением ГПРМИ и высокоточных методик измерений

Fig. 2. Information on the no. of analyzers verifications using RMs, certified using SPRMPs and high-precision measurement procedures

проведения работ по разработки ГПРМИ для неохваченных групп продукции и их дальнейшему внедрению для метрологического обеспечения измерений показателей пищевой ценности, в ходе которых должны быть решены следующие задачи:

1) анализ Технических регламентов, стандартизованных методик измерений, парка средств измерений; составление планов разработки СО для неохваченных групп пищевой продукции; обоснование области применения и диапазонов измерений ГПРМИ, установление требований к показателям точности ГПРМИ, обеспечивающих запас по точности по отношению к стандартизованным методикам измерений и рабочим средствам измерений не менее чем в 2–3 раза;

2) установление параметров измерений и диапазонов измерений показателей пищевой ценности с привлечением независимых физико-химических методов (высокоэффективной жидкостной хроматографии, спектрометрического анализа, термогравиметрического анализа с масс-спектрометрическим детектированием), а также математических методов планирования эксперимента и обработки данных (последовательного поиска, дихотомии, многофакторного эксперимента, регрессионного и дисперсионного анализа);

3) оценивание метрологических характеристик ГПРМИ с учетом источников неопределенности, входящих в уравнения измерений, вкладов от методических параметров, неоднородности материала проб и влияния оператора с использованием алгоритмов, изложенных в ISO 5725–5:1998, РМГ 61-2010, Руководстве ЕВРАХИМ/СИТАК [3];

4) подтверждение наивысшей точности и эквивалентности ГПРМИ путем проведения сличений с метрологическими институтами других стран, российскими научными отраслевыми институтами, организациями

МСИ с участием российских испытательных лабораторий с последующей обработкой по алгоритму [23], анализа зарубежных сертифицированных СО производства Национального института стандартов и технологий США (NIST)² и Европейского института стандартных образцов и измерений (IRMM)³;

5) разработка и проведение испытаний в целях утверждения типа СО, представляющих ранее неохваченные группы пищевых продуктов (кондитерские изделия, плодоовощная продукция, компоненты для специализированной пищевой продукции, консервы).

Решение поставленных задач позволит завершить разработку ГПРМИ и СО, охватывающих основные группы пищевой продукции, указанные в Технических регламентах Таможенного и Евразийского экономического союзов, с целью реализации метрологической прослеживаемости измерений массовой доли жира, золы и углеводов в пищевых продуктах и продовольственном сырье.

Заключение

ГПРМИ массовой доли жира, золы и углеводов в пищевых продуктах и продовольственном сырье, ГПРМИ массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе, а также высокоточные методики измерений на оборудовании для реализации ГПРМИ были использованы для разработки 39 типов СО состава пищевых продуктов и продовольственного сырья. С применением разработанных СО проведены испытания в целях утверждения типа и разработаны методики проверки для восьми экспрессных анализаторов пищевых продуктов, а также выполняется ежегодная проверка ультразвуковых и инфракрасных анализаторов молочных продуктов, инфракрасных анализаторов зерновых, масличных, кормов, пищевой продукции. ГПРМИ и СО использованы для организации семи раундов проверки квалификации испытательных лабораторий в области измерений показателей качества молока и молочных продуктов, крахмала и крахмалопродуктов, яичного порошка. Таким образом, представленные данные демонстрируют высокую эффективность применения ГПРМИ для обеспечения метрологической прослеживаемости измерений в пищевой и сельскохозяйственной промышленности, повышения точности и достоверности измерений показателей пищевой ценности, и, следовательно, содействия улучшению качества пищевой продукции.

² NIST – National Institute of Standards and Technology [Сайт]. URL: <https://www.nist.gov>

³ IRMM – Institute for Reference Materials and Measurements [Сайт]. URL: https://joint-research-centre.ec.europa.eu/reference-measurement/reference-materials-rm_en

Вместе с тем, по результатам исследования выявлена необходимость проведения работ по созданию и внедрению новых ГПРМИ. Представлен план мероприятий по разработке новых ГПРМИ и СО в целях охвата основных групп пищевой продукции, представленных в Технических регламентах Таможенного и Евразийского экономического союзов.

С точки зрения теоретической значимости, результаты работы продемонстрировали возможность распространения концепции ПРМИ для обеспечения прослеживаемости результатов измерений обобщенных, «трудноформализуемых», «методозависимых» величин, действующей в области лабораторной медицины, на пищевую и сельскохозяйственную промышленность.

Благодарности: Исследование выполнено в рамках ОКР «Чистота-2» «Проведение исследований в области измерений физико-химического состава и свойств веществ по разработке государственных эталонов сравнения в виде высокочистых веществ для воспроизведения и передачи единиц величин, характеризующих химический состав твердых и жидких веществ и разработка референтных методик измерений».

Acknowledgements: This study was conducted within the framework of the experimental design work «Purity-2» «Conducting research in the field of measurements of the physical and chemical composition and properties of substances for developing state reference materials in the form of high-purity substances for reproducing and transmitting units of quantities characterizing the chemical composition of solid and liquid substances and developing reference measurement methods».

Вклад соавторов: Сергеева А. С.— разработка замысла исследования, курирование данных, написание черного варианта статьи, проверка и редакция текста статьи; Касилюнас А. В.— разработка методик, валидация;

Парфенова Е. Г.— проведение исследовательских работ, внедрение разработок; Медведевских С. В.— разработка методологии, осуществление формального анализа.

Contribution of the authors: Sergeeva A. S.— development of the research concept, data curation, writing a draft version of the article, proofreading, and editing the text of the article; Kasilyunas A. V.— development of methods, validation; Parfenova E. G.— conducting research, implementation of developments; Medvedevskikh S. V.— development of methodology, implementation of formal analysis.

Конфликт интересов: Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов. Автор Медведевских С. В. входит в состав редакционной коллегии журнала «Эталоны. Стандартные образцы».

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 author Medvedevskikh S. V. are members of the Editorial Board of the journal «Measurement Standards. Reference Materials».

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

- Minutes from the fifth meeting (February 1998) of the Consultative Committee on the Quantity of Material (CCQM) of the Bureau International des Poids et Mesures (BIPM). Sèvres. France: 1998.
- Kaaris R., Quinn T. J. The Comité Consultatif pour la Quantité de Matière: a brief review of its origin and present activities // *Metrologia*. 1997. Vol. 34. № 1. P. 1–5. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/34/1/1>
- Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, EURACHEM/CITAC. 3rd ed. 2012. URL: https://www.citac.cc/QUAM2012_P1.pdf (дата обращения: 26.08.2022).
- Brown R. J. C., Andres H. How should metrology bodies treat method-defined measurands? // *Accreditation and Quality Assurance*. 2020. Vol. 25. P. 161–166. <https://doi.org/10.1007/s00769-020-01424-w>
- Simonet B. M., Lendl B., Valcarcel M. Method-defined parameters: measurands sometimes forgotten // *TrAC Trends in Analytical Chemistry*. 2006. Vol. 25. № 5. P. 520–527. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2005.09.007>
- Bievre De. P. Essential for metrology in chemistry, but not yet achieved: truly internationally understood concepts and associated terms // *Metrologia*. 2008. Vol. 45. № 3. P. 335–341. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/45/3/011>

7. Report of the CCQM task group on method defined measurands. 2019. URL: <https://www.bipm.org/documents/20126/28432509/working-document-ID-11268/6eae4b21-bb0a-db3e-372a-86398d0f107a> (дата обращения: 26.08.2011).
8. Reference measurement procedure for the determination of mass fraction of fat content in food / S. V. Medvedevskikh [et al.] // *Accreditation and Quality Assurance*. 2021. Vol. 26. P. 165–175. <https://doi.org/10.1007/s00769-021-01472-w>
9. Государственная первичная референтная методика измерений массовой доли золы в пищевых продуктах и продовольственном сырье / М. Ю. Медведевских [и др.] // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2019. Т. 85. № 6. С. 70–80. <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2019-85-6-70-80>
10. Сергеева А. С., Парфенова Е. Г., Голынец О. С. Разработка первичной референтной методики измерений и стандартных образцов массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе // *Эталоны. Стандартные образцы*. 2020. Т. 16. № 3. С. 37–51. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2020-16-3-37-51>
11. Разработка методик измерений для характеристики стандартных образцов углеводного состава молочных продуктов / О. С. Голынец [и др.] // *Эталоны. Стандартные образцы*. 2022. Т. 18, № 2. С. 35–56. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-2-35-56>
12. Медведевских М. Ю., Сергеева А. С. Вопросы обеспечения метрологической прослеживаемости результатов измерений показателей качества пищевых продуктов и продовольственного сырья // *Измерительная техника*. 2020. № 3. С. 64–70. <https://doi.org/10.32446/0132-4713.2020-3-64-70>
13. Государственный первичный эталон единиц массовой доли и массовой концентрации влаги в твердых веществах и материалах / В. В. Горшков [и др.] // *Измерительная техника*. 2010. № 4. С. 24–27.
14. Медведевских С. В., Медведевских М. Ю., Карпов Ю. А. Общие подходы к оценке неопределенности результатов воспроизведения единиц содержания воды в твердых веществах и материалах // *Измерительная техника*. 2015. № 8. С. 65–70.
15. Оценка метрологических характеристик стандартного образца состава молока сухого с использованием первичного и вторичного государственных эталонов / М. П. Крашенинина [и др.] // *Измерительная техника*. 2013. № 9. С. 67–71.
16. Сергеева А. С., Вострикова Н. Л., Медведевских М. Ю. Разработка комплекса метрологического обеспечения пищевой промышленности // *Эталоны. Стандартные образцы*. 2021. Т. 17. № 1. С. 21–33. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-1-21-33>
17. Применение первичных референтных методик измерений в сфере обеспечения единства измерений / А. С. Сергеева [и др.] // *Законодательная и прикладная метрология*. 2020. № 5 (167). С. 5–9.
18. Стандартные образцы состава молочных продуктов для проверки ИК-анализаторов молока / М. Ю. Медведевских [и др.] // *Пищевая промышленность*. 2021. № 1. С. 16–19. <https://doi.org/10.24411/0235-2486-2021-10003>
19. Key development stages of reference material for lactose monohydrate composition / A. V. Kasilyunas [et al.] // *Journal of Physics: Conference Series*. 2022. Vol. 2192. P. 012020. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/2192/1/012020>
20. Запорожец А. С., Парфенова Е. Г., Гущина М. О. Состояние и перспективы развития системы метрологического обеспечения методов и средств измерений влажности на основе стандартных образцов // *Стандартные образцы*. 2013. № 3. С. 45–49.
21. Применение стандартных образцов массовой доли влаги в сухих молочных продуктах для производственного контроля качества мороженого / Е. Г. Парфенова [и др.] // *Стандартные образцы*. 2013. № 4. С. 51–54.
22. Разработка стандартных образцов массовой доли влаги и белка в зерне и зернопродуктах / В. И. Коряков [и др.] // *Измерительная техника*. 2011. № 10. С. 62–65.
23. Аронов П. М. Оценка согласованного значения результатов межлабораторных измерений с минимальным увеличением их неопределенности // *Эталоны. Стандартные образцы*. 2019. № 4. С. 49–52. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2019-15-4-49-52>

REFERENCES

1. Minutes from the fifth meeting (February 1998) of the Consultative Committee on the Quantity of Material (CCQM) of the Bureau International des Poids et Mesures (BIPM). Sèvres. France. 1988.
2. Kaaris R., Quinn T. J. The Comité Consultatif pour la Quantité de Matière: a brief review of its origin and present activities. *Metrologia*. 1997;34(1):1–5. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/34/1/1>
3. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, EURACHEM/CITAC. 3rd ed. 2012. Available via CITAC. https://www.citac.cc/QUAM2012_P1.pdf. (дата обращения: 26.08.2022).
4. Brown R. J. C., Andres H. How should metrology bodies treat method-defined measurands? *Accreditation and Quality Assurance*. 2020;25:161–166. <https://doi.org/10.1007/s00769-020-01424-w>
5. Simonet B. M., Lendl B., Valcarcel M. Method-defined parameters: measurands sometimes forgotten. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*. 2006;25(5):520–527. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2005.09.007>
6. Bievre De. P. Essential for metrology in chemistry, but not yet achieved: truly internationally understood concepts and associated terms. *Metrologia*. 2008;45(3):335–341. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/45/3/011>
7. Report of the CCQM task group on method defined measurands (2019). Available via BIPM. <https://www.bipm.org/documents/20126/28432509/working-document-ID-11268/6eae4b21-bb0a-db3e-372a-86398d0f107a>. (дата обращения: 26.08.2022).
8. Medvedevskikh S. V., Baranovskaya V. B., Medvedevskikh M. Yu., Krasheninina M. P., Sergeeva A. S. Reference measurement procedure for the determination of mass fraction of fat content in food. *Accreditation and Quality Assurance*. 2021;26:165–175. <https://doi.org/10.1007/s00769-021-01472-w>

9. Medvedevskikh M. Yu., Sergeeva A. S., Krasheninina M. P., Shokhina O. S. State primary reference procedure for the measurement of ash mass fraction in food, foodstuff and alimentary raw materials. *Industrial Laboratory. Diagnostics of materials*. 2019;85(6):70–80. <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2019-85-6-70-80> (In Russ.).
10. Sergeeva A. S., Parfenova E. G., Golynets O. S. Development of primary reference measurement procedure and reference materials for mass fraction of crude fat (oil content) in oilseeds and other products on their base. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2020;16(3):37–51. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2020-16-3-37-51> (In Russ.).
11. Golynets O. S., Sergeeva A. S., Krasheninina M. P., Shokhina O. S. Development of measurement procedures for the characterization of reference materials for carbohydrate composition of dairy products. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2022;18(2):35–56. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-2-35-56> (In Russ.).
12. Medvedevskikh M. Y., Sergeeva A. S. Problems of ensuring metrological traceability of quality control measurement results for food products and food raw materials. *Measurement Techniques*. 2020;63(3):242–248. <https://doi.org/10.1007/s11018-020-01777-1>
13. Gorshkov V. V., Koryakov V. I., Medvedevskikh M. Yu., Medvedevskikh S. V. State primary standard of unit of mass fraction and unit of mass concentration of moisture in solid substances and solid fabricated materials. *Measurement Techniques*. 2010;53(4):386–390. <https://doi.org/10.1007/s11018-010-9515-9>
14. Medvedevskikh S. V., Medvedevskikh M. Y., Karpov Y. A. General approaches to the estimation of uncertainty in the results of reproducing units of water content in solids and materials. *Measurement Techniques*. 2015;58(8):926–933. <https://doi.org/10.1007/s11018-015-0819-7>
15. Krasheninina M. P., Medvedevskikh M. Yu., Medvedevskikh S. V., Neudachina L. K., Sobina E. P. An estimate of the metrological characteristics of a standard sample of the composition of dried whole milk using primary and secondary state standards. *Measurement Techniques*. 2013;56(9):1076–1082. <https://doi.org/10.1007/s11018-013-0333-8>
16. Sergeeva A. S., Vostrikova N. L., Medvedevskikh M. Yu. Development of food industry metrological assurance complex. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2021;17(1):21–33. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-1-21-33> (In Russ.).
17. Sergeeva A. S., Medvedevskikh M. Y., Studenok V. V., Parfenova E. G. Use of primary reference measurement techniques in the field of assurance of measurement uniformity. *Legal and Applied Metrology*. 2020;5(167):5–9. (In Russ.).
18. Medvedevskikh M. Yu., Sergeeva A. S., Kasilyunas A. V., Shatskikh E. V., Kolberg N. A. Certified reference materials of dairy products composition for IR milk analyzers verification. *Food Industry*. 2021;1:16–19. <https://doi.org/10.24411/0235-2486-2021-10003> (In Russ.).
19. Kasilyunas A. V., Medvedevskikh M. Y., Krasheninina M. P., Sergeeva A. S. Key development stages of reference material for lactose monohydrate composition. *Journal of Physics: Conference Series*. 2022;2192:012020. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/2192/1/012020>
20. Zaporozhets A. S., Parfenova E. G., Guschina M. O. Current state and prospects of development of measurement assurance system for humidity measuring methods and instruments on the basis of certified reference materials. *Reference Materials*. 2013;3:45–49. (In Russ.).
21. Parfenova E. G., Zaporozhets A. S., Guschina M. O., Iliy M. V. The use of certified reference materials of moisture mass fraction in dry dairy products for in-process quality control of ice-cream. *Reference Materials*. 2013;4:51–54. (In Russ.).
22. Koryakov V. I., Medvedevskikh M. Yu., Medvedevskikh S. V., Parfenova E. G., Sobina E. P. Development of standard samples of mass fractions of moisture and protein in grain and grain products. *Measurement Techniques*. 2012;54(10):1198–1202. <https://doi.org/10.1007/s11018-012-9871-8> (In Russ.).
23. Aronov P. M. Estimation of consensus value of interlaboratory measurement results accompanied by a minimum increase in associated uncertainty. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2019;15(4):49–52. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2019-15-4-49-52> (In Russ.).

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

46032-10 Анализаторы качества молока Лактан 1–4 М // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/537137> (дата обращения: 26.08.2022).

73987-19 Анализаторы качества молока Лактан // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/537137> (дата обращения: 26.08.2022).

63200-16 Анализаторы пищевых продуктов Infratec 1241, Infratec Sofia и Infratec Nova // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/376785> (дата обращения: 26.08.2022).

ISO/IEC Guide 99:2007 International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM). <https://www.iso.org/standard/45324.html>

ISO 15195:2018 Laboratory medicine Requirements for the competence of calibration laboratories using reference measurement procedures. <https://www.iso.org/standard/69824.html>

ISO 5725-5:1998. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 5: Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method. <https://www.iso.org/standard/1384.html>

ISO Guide 35:2006 Reference materials Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability. <https://www.iso.org/standard/60281.html>

ISO/IEC17043:2010. Conformity assessment – General requirements for the competence of proficiency testing providers. <https://www.iso.org/standard/80864.html>

ГВЭТ 176-1-2010 Государственный вторичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе объемного титриметрического метода анализа / институт-хранитель УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

ГСО 11504-2020/ГСО 11505-2020 Стандартные образцы состава молочных продуктов (набор МС-1 СО УНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1211469>. (дата обращения: 26.08.2022).

ГСО 11687-2021 Стандартный образец состава филе минтая сублимационной сушки (РП-1 СО УНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1386484>. (дата обращения: 26.08.2022).

ГСО 11962-2022 Стандартный образец состава сухарей пшеничных (ХБ-1 СО УНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1402489>. (дата обращения: 26.08.2022).

ГСО 11820-2021 Стандартный образец состава лактозы моногидрата (Лактоза СО УНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1395358>. (дата обращения: 26.08.2022).

ГСО 11839-2021/ГСО 11843-2021 Стандартные образцы состава моно- и дисахаридов (набор УГЛЕВОДЫ СО УНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1395634>. (дата обращения: 26.08.2022).

ГСО 11884-2022 Стандартный образец состава арабинозы (Арабиноза СО УНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1397882>. (дата обращения: 26.08.2022).

ГСО 11885-2022 Стандартный образец состава маннозы (Манноза СО УНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1397883>. (дата обращения: 26.08.2022).

ГСО 11886-2022 Стандартный образец состава сахарозы (Сахароза СО УНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1397884>. (дата обращения: 26.08.2022).

ГСО 8989-2008 Стандартный образец массовой доли влаги зерна 1-го разряда // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/391196>. (дата обращения: 26.08.2022).

ГСО 8990-2008 Стандартный образец массовой доли влаги зерна 2-го разряда // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/391195> (дата обращения: 26.08.2022).

ГСО 9564-2010 Стандартный образец массовой доли влаги в продуктах переработки зерна // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/390621> (дата обращения: 26.08.2022).

ГСО 10148-2012 Стандартный образец массовой доли влаги в сухих молочных продуктах // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/390034> (дата обращения: 26.08.2022).

ГСО 9563-2010 Стандартный образец состава молока сухого (АСМ-1) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/390622> (дата обращения: 26.08.2022).

ГСО 9734-2010 Стандартный образец состава зерна и продуктов его переработки // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/390450> (дата обращения: 26.08.2022).

ГЭТ 173-2017 Государственный первичный эталон единиц массовой доли, массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах / институт хранитель УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2022. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397857>. (дата обращения: 26.08.2022).

Об утверждении Порядка аттестации первичных референтных методик (методов) измерений, референтных методик (методов) измерений и методик (методов) измерений и их применения: приказ Министерства промышленности и торговли Рос. Федерации от 15 декабря 2015 г. № 4091 // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. Дата опубликования: 26.02.2016. Номер опубликования: 0001201602260008.

О внесении изменений в Федеральный закон «Об обеспечении единства измерений»: Федер. закон Рос. Федерации от 21 июля 2014 г. № 254-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 1 июля 2014 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 9 июля 2014 г. // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. Дата опубликования: 22.07.2014. Номер опубликования: 0001201407220077.

РМГ 61-2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки. М.: Стандартинформ. 2013 г. 60 с.

ФР.ПР1.31.2019.00001 Государственная первичная референтная методика измерений массовой доли жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье М.241.01/RA.RU.311866/2018 // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <http://195.96.167.250:5002/fundmetrology/registry/6> (дата обращения: 26.08.2022).

ФР.ПР1.31.2019.00002 Государственная первичная референтная методика измерений массовой доли золы в пищевых продуктах и продовольственном сырье М.241.02/RA.RU.311866/2018 // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <http://195.96.167.250:5002/fundmetrology/registry/6> (дата обращения: 26.08.2022).

ФР.ПР1.31.2019.00005 Государственная первичная референтная методика измерений массовой доли углеводов в пищевых продуктах и продовольственном сырье // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <http://195.96.167.250:5002/fundmetrology/registry/6> (дата обращения: 26.08.2022).

ФР.ПР1.31.2019.00009 Государственная первичная референтная методика измерений массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <http://195.96.167.250:5002/fundmetrology/registry/6> (дата обращения: 26.08.2022).

ФР.1.31.2020.36184 Методика измерений массовой доли жира в жидких молочных продуктах методом Рэнделла // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/16/items/971941>. (дата обращения: 26.08.2022).

ФР.1.31.2021.39190 Методика измерений массовой доли жира в рыбе методом Рэнделла М.241.0159/RA.RU.311866/2020 // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/16/items/1386024>. (дата обращения: 26.08.2022).

ФР.1.31.2022.43775 Методика измерений массовой доли жира в пробах хлебобулочных, кондитерских и макаронных изделий методом Рэнделла М.241.0074/RA.RU.311866/2022 // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/16/items/1401182>. (дата обращения: 26.08.2022).

ФР.1.31.2020.36183 Методика измерений массовой доли лактозы в жидких молочных продуктах методом йодометрического титрования // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/16/items/971924>. (дата обращения: 26.08.2022).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

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

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

e-mail: sergeevaas@uniim.ru

Researcher ID: AAE-7942-2021

<https://orcid.org/0000-0001-8347-2633>

Касильюнас Анастасия Владимировна – младший научный сотрудник лаборатории метрологии влагометрии и стандартных образцов УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

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

e-mail: kasilyunasav@uniim.ru

<https://orcid.org/0000-0003-3798-9556>

Парфенова Елена Геннадьевна – старший научный сотрудник лаборатории метрологии влагометрии и стандартных образцов УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

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

e-mail: vlaga@uniim.ru

<https://orcid.org/0009-0000-4941-6590>

Медведевских Сергей Викторович – канд. тех. наук, руководитель отделения механических измерений ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

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

e-mail: s.v.medvedevskikh@vniim.ru

<https://orcid.org/0000-0003-3084-1612>

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

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

4 Krasnoarmeyskaya str., Yekaterinburg, 620075, Russia

e-mail: sergeevaas@uniim.ru

Researcher ID: AAE-7942-2021

<https://orcid.org/0000-0001-8347-2633>

Anastasia V. Kasilyunas – junior researcher, laboratory for metrological support of moisture measurement and reference materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology

4 Krasnoarmeyskaya str., Yekaterinburg, 620075, Russia

e-mail: kasilyunasav@uniim.ru

<https://orcid.org/0000-0003-3798-9556>

Elena G. Parfenova – senior researcher, laboratory for metrological support of moisture measurement and reference materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology

4 Krasnoarmeyskaya str., Yekaterinburg, 620075, Russia

e-mail: vlaga@uniim.ru

<https://orcid.org/0009-0000-4941-6590>

Sergej V. Medvedevskikh – Cand. Sci. (Eng.), head of mechanical measurements department, D. I. Mendeleev Institute for Metrology

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

e-mail: s.v.medvedevskikh@vniim.ru

<https://orcid.org/0000-0003-3084-1612>

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Научная статья

УДК 006.91:543.06:53.089.68

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-99-113>



Методики измерений показателей состава воздушных сред: разработка и применение

О. Б. Пономарева ✉, Ю. В. Канаева, М. В. Гайко

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

✉ ponomareva@uniim.ru

Аннотация: Обеспечение достоверности измерений показателей состава воздушных сред (воздуха рабочей зоны, атмосферного воздуха, промышленных выбросов в атмосферу) имеет важное значение для принятия управленческих решений по поддержанию качества окружающей среды. Статья посвящена разработке и применению методик измерений показателей качества воздушных сред. В работе отражены недостатки существующих методик, описана используемая авторами методология создания соответствующих методик, указаны процедуры разработки стандартных образцов, необходимых для проведения внутреннего и внешнего контроля качества результатов измерений, оценивания метрологических характеристик методик, изложена процедура применения методик. Авторы рассматривают возможность разделения методик измерений показателей состава воздушных сред на две стадии: стадию отбора аналитической пробы и стадию измерений содержаний показателей в аналитической пробе, что существенно расширяет возможности разработки и аттестации таких методик и позволяет повысить достоверность информации о качестве измерений. С использованием указанной методологии на данный момент авторами статьи разработано 12 методик измерений показателей состава воздушных сред и 4 стандартных образца утвержденного типа. Работы в данном направлении продолжаются.

Ключевые слова: методика измерений, показатели состава воздушных сред, воздух рабочей зоны, атмосферный воздух, промышленные выбросы, погрешность, неопределенность, контроль точности, стандартный образец

Ссылка при цитировании: Пономарева О. Б., Канаева Ю. В., Гайко М. В. Методики измерений показателей состава воздушных сред: разработка и применение // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 4. С. 99–113. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-99-113>

Статья поступила в редакцию 09.01.2023; одобрена после рецензирования 05.04.2023; принята к публикации 25.05.2023.

MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

Research Article

Measurement Techniques for the Composition of Air Environments: Development and Application

Olga B. Ponomareva ✉, Yulia V. Kanaeva, Mariia V. Gaiko

UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology, Yekaterinburg, Russia
✉ ponomareva@uniim.ru

Abstract: Accurate and reliable measurements of the composition of air environments (workplace air, ambient air, industrial air emissions) form a solid basis for decision making in the area of environmental quality. This article deals with the problem of developing and testing techniques for measuring air quality parameters. The disadvantages of the existing techniques are identified. A methodology for creating appropriate techniques is proposed. Procedures for developing reference materials (RMs) for internal and external quality control of measurement results are described, along with approaches to estimating the metrological characteristics of measurement techniques. The process of applying measurement techniques is specified. It is shown that techniques for measuring air quality parameters may be divided for two basic stages, i. e., the stage of analytical sampling and the stage of measuring the required indicators in this sample. This approach expands the possibilities of developing and certifying such techniques, thereby increasing the reliability of measurement results. Using the developed approach, the authors have successfully developed 12 techniques for measuring air quality parameters and four certified reference materials (CRMs). Works in this direction are continued.

Keywords: measurement technique, air environment composition indicators, workplace air, ambient air, industrial emissions, measurement error, measurement uncertainty, accuracy assurance, reference material

For citation: Ponomareva O. B., Kanaeva Yu. V., Gaiko M. V. Measurement techniques for the composition of air environments: development and application. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(4):99–113. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-99-113>

The article was submitted 09.01.2023; approved after reviewing 05.04.2023; accepted for publication 25.05.2023.

Введение

Состояние воздушных сред имеет важное значение для здоровья населения, экологической безопасности России и планеты в целом [1, 2, 3]. Загрязнение воздуха промышленными выбросами ухудшает здоровье работников, занятых в производстве [4, 5].

Так, например, никель, хром, свинец относятся к высокотоксичным веществам 1-го класса опасности [6] и обладают выраженным аллергенным и канцерогенным действием. Хроническая интоксикация никелем или соединениями хрома приводит к возникновению заболеваний носоглотки, легких, появлению злокачественных новообразований и аллергическим поражениям в виде дерматитов и экзем. Постоянное вдыхание соединений Cr (VI) увеличивает риск возникновения рака легких, носа и пазух. При вдыхании пыли, содержащей

свинец, могут развиваться различные заболевания, такие как неврологические эффекты, желудочно-кишечные последствия, анемия и заболевания почек.

Длительное воздействие меди может вызвать раздражение глаз, носа и рта, головную боль, головокружение, рвоту и диарею. Превышение титана в организме наблюдается у работников химических и металлургических предприятий. Вдыхание пыли может вызвать кашель, боль и спазмы в груди, а также привести к проблемам с дыханием. Ощутимый вред здоровью человека может нанести пыль [7] с содержанием диоксида кремния в процессе ее вдыхания на промышленных производствах. Находясь в воздухе в виде аэрозоля, такая пыль вызывает раздражение верхних дыхательных путей и бронхов, заболевание желудочно-кишечного тракта.

Содержание вредных веществ в атмосфере воздействует на климат Земли, создает парниковые эффекты [8] и влечет за собой изменения климатических зон, природных явлений, растительности, животного мира, человека в разных регионах.

В свете вышеизложенных данных, для сокращения выбросов вредных веществ необходимы такие меры, как очистка промышленных выбросов [9], ужесточение требований к автомобилям и другие.

Существенным является и контроль выбрасываемых в атмосферу вредных веществ. Необходима достоверная информация о составе и свойствах воздушных сред (воздух рабочей зоны (ВРЗ), промышленные выбросы в атмосферу (ПВ), атмосферный воздух (АВ)) для принятия управленческих решений, призванных сохранять и поддерживать жизнь и здоровье населения.

Для решения этой задачи необходимы:

- новые методики измерений, позволяющие обеспечить достоверный контроль состава воздушных сред и отвечающие современным требованиям к составу сред и точности их измерений;
- методология разработки методик;
- аттестация методик;
- процедуры внедрения и применения методик;
- разработка и применение стандартных образцов утвержденных типов (СО), адекватных отобраным для проведения измерений аналитическим пробам.

Причины разработки новых методик измерений показателей состава воздушных сред

В Российской Федерации в 2021 году утверждены новые санитарные правила и нормы – СанПиН 1.2.3685–21 – которые касаются, в том числе, требований к допустимым содержаниям вредных веществ в АВ и ВРЗ, табл. 1.

Требования к промышленным выбросам в атмосферу определяются применительно к конкретным предприятиям и нормируются региональными уровнями исполнительной власти.

В соответствии с Федеральным законом РФ № 102-ФЗ осуществление деятельности в области охраны окружающей среды относится к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, и к таким измерениям предъявляются обязательные метрологические требования. Новые требования к диапазонам измерений содержаний вредных веществ в воздушных средах и к показателям точности их измерений введены в Перечне измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, утвержденном Постановлением Правительства РФ от 16 ноября 2020 г. №1847 (Перечень измерений) (выдержку из Перечня измерений см. в табл. 2).

Так, например, допустимая погрешность измерений массовой концентрации органических и неорганических веществ в ВРЗ в новом Перечне измерений была увеличена с 25 до 35 %. Кроме того, в указанном Перечне

Таблица 1. Выдержка из СанПиН 1.2.3685–21 для показателя массовая концентрация хрома
Table 1. Excerpt from SanPiN1.2.3685–21 for the chromium mass concentration

Объект измерений	Наименование вещества	Предельно допустимые концентрации, мг/м ³
Атмосферный воздух	Хром / в пересчете на хрома (VI) оксид	0,0015
Воздух рабочей зоны	Хром гидроксид сульфат / в пересчете на хром (III) / (хром сернокислый основной)	0,06/0,02
	Хром-2,6-дигидрофосфат / по хрому (III) / (хром фосфат однозамещенный)	0,06/0,02
	Хром (VI) триоксид (хром трехокись; хромовый ангидрид)	0,03/0,01
	диХром триоксид / по хрому (III) / (дихрома трехокись), хром окись	3/1
	Хром трифторид / по фтору / (хром фтористый)	2,5/0,5
	Хром трихлорид гексагидрат / по хрому (III)	0,03/0,01
	Хром фосфат (хром ортофосфат) / (хром фосфат трехзамещенный)	2
	Хромовой кислоты соли / в пересчете на хром (VI)	0,03/0,01

Таблица 2. Выдержка из Перечня измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, утвержденного Постановлением Правительства РФ от 16 ноября 2020 г. № 1847

Table 2. Excerpt from the List of measurements related to the state regulation of the uniformity of measurements, approved by the Government of the Russian Federation from November 16, 2020 No. 1847

Объект измерений	Норма точности
Атмосферный воздух	Пределы допускаемой погрешности измерений массовой концентрации органических и неорганических веществ в атмосферном воздухе $\delta_n = \pm (10...25)\%$
Промышленные выбросы в атмосферу	Пределы допускаемой погрешности измерений массовой концентрации органических и неорганических веществ в промышленных выбросах в атмосферу $\delta_n = \pm (8...25)\%$
Воздух рабочей зоны	Пределы допускаемой погрешности измерений массовой концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны $\delta_n = \pm (15...35)\%$ при единичных измерениях (при однократном отборе проб)

измерений установлена допускаемая погрешность 10 % при измерении расхода воздуха при отборе проб ВРЗ в диапазоне измерений (в $\text{дм}^3/\text{мин}$) от 0,1 до значения, установленного в аттестованной методике измерений, а также дополнительное требование к диапазонам измерений массовых концентраций вредных веществ в ВРЗ: «должно быть обеспечено избирательное измерение концентрации вредного вещества в присутствии сопутствующих компонентов на уровне $\leq 0,5$ предельно допустимой концентрации (ПДК), ($\text{мг}/\text{м}^3$)».

В соответствии с п. 72 СанПиН 2.1.3684–21 «санитарно-эпидемиологические мероприятия проводятся в отношении источников воздействия, создающих химическое, физическое, биологическое воздействие, превышающее 0,1 ПДК (ОБУВ¹) и (или) ПДУ²...».

В соответствии с ФЗ РФ 247-ФЗ в 2020 году были отменены устаревшие методики измерений, не удовлетворяющие современным требованиям.

В соответствии с ФЗ РФ № 102-ФЗ в сфере государственного регулирования должна быть обеспечена прослеживаемость результатов измерений, аналогичные требования предъявляются к лабораториям в п. 6.5 ГОСТ ISO/IEC17025–2019.

Результаты измерений по методикам должны соответствовать установленным показателям точности измерений, которые в Перечне измерений установлены через понятие «погрешность». В то же время, п. 7 ГОСТ ISO/IEC17025–2019 предлагает лабораториям улавливать неопределенность своих результатов измерений.

В связи с тем, что измерения содержаний компонентов в воздушных средах относятся к сфере

государственного регулирования обеспечения единства измерений, контроль точности результатов измерений (внутренний и внешний) необходимо проводить с использованием СО (при их наличии), адекватных отобраным аналитическим пробам.

В большей части методик (более 80 %) для оценивания их метрологических характеристик и контроля качества результатов измерений практически невозможно использование поверочных газовых смесей или источников микропотоков.

В этом случае в методиках измерений показателей состава воздушных сред, используемых в лабораториях, процедуру измерений условно можно поделить на две стадии: отбор аналитической пробы и аналитическую стадию [10].

Для таких методик отбор аналитической пробы проводят на месте отбора пробы воздушной среды, а сама аналитическая проба является не пробой воздушной среды, а сорбированными из воздушной среды на соответствующий поглотитель (фильтр, сорбент, поглотительный раствор) компонентами.

Методология разработки методик измерений

Авторами разработана и предложена структурная схема разработки методик, представленная на рис. 1.

Рассмотрим более подробно этапы, представленные на рис. 1.

Выбор объектов измерений и измеряемых показателей

В связи с тем, что процедуры измерений показателей в различных воздушных средах (ВРЗ, ПВ, АВ) идентичны, принимают решение о разработке одной

¹ ОБУВ – ориентировочно безопасный уровень воздействия.

² ПДУ – предельно допустимый уровень.



Рис. 1. Структурная схема разработки методик измерений состава воздушных сред
 Fig. 1. A structural scheme of development of measurement techniques for air environment composition

методики измерений для всех сред с уточнением процедуры отбора проб для каждой среды. Измеряемые показатели выбирают из числа наиболее востребованных в лабораториях.

Анализ методик измерений (действующих или действовавших ранее) для выбранных объектов и показателей

По результатам анализа методик выявлены следующие основные недостатки:

1. Наименования определяемых компонентов часто не соответствуют СанПиН, что приводит к несогласованности между заинтересованными сторонами.

2. В части методик отсутствует информация о скорости отбора проб, объеме отбираемой воздушной среды.

3. Нет полноты описания процедуры получения результатов измерений, сроков хранения растворов реактивов.

4. Описки в методиках часто дают некорректные результаты.

5. Используемые химические реакции не позволяют определять содержание конкретного соединения, в итоге по методике определяется суммарное содержание одинаковых анионов (или катионов) из разных соединений, содержащихся в аналитической пробе.

6. Не учтены мешающие влияния, которые приводят к завышению или занижению результатов измерений.

7. Требуется соблюдение изокINETИЧНОСТИ газовых потоков в течение времени проведения измерений, что практически невозможно.

8. Для построения градуировочной зависимости и контроля качества результатов измерений не используют СО, что противоречит ФЗ РФ № 102-ФЗ.

9. Контроль точности измерений чаще всего ограничивается контролем стабильности градуировочной характеристики.

10. Диапазон измерений не всегда соответствует требованиям нормативных правовых актов, тем более с введением СанПиН 1.2.3684–21.

11. Отсутствует информация о характеристике погрешности или показателе неопределенности результатов измерений.

Приведем некоторые примеры таких методик.

МУ 4945–88

1. В методике отсутствует информация, каким образом отбирается проба: используют ли фильтр (и какой) или, может быть, поглотительный раствор (какой). Нет информации о скорости и времени аспирирования воздушной среды.

2. Отсутствуют процедуры приготовления растворов, образцов для градуировки и контроля точности и т. п.

3. Проведение измерений начинается со слов «1–5 мл раствора пробы...». Возникает вопрос, на каком этапе появился этот раствор – при отборе пробы или при подготовке отобранной пробы к измерениям.

МУК 1637–77

1. По тексту методики предполагается, что объем пробы из одного поглотительного раствора зависит от содержания аммиака в пробе. Для этого отбирается «1 и 5 мл для проведения 2-х параллельных измерений массовой концентрации аммиака». В итоге часть исполнителей суммирует результаты, полученные с использованием разных аликвот.

2. В п. 4 методики измерений представлена формула получения окончательного результата измерений (см. формула 1).

Массовую концентрацию аммиака в мг/м³ воздуха X вычисляют по формуле:

$$X = \frac{GV_1}{VV_{CT}}, \quad (1)$$

где G – количество аммиака, найденное в анализируемом объеме раствора, мкг;

V – общий объем пробы, мл;

V_1 – объем пробы, взятый для анализа, мл;

V_{CT} – объем воздуха, отобранный для анализа, приведенный к стандартным условиям.

Учитывая тот факт, что данная формула некорректна, авторы предлагают объем пробы, взятый для анализа, и общий объем пробы поменять местами. Тогда при расчете массовой концентрации аммиака по формуле результат измерений уменьшается в несколько раз.

Выбор методов и процедуры измерений

Основные методы, используемые в настоящее время для анализа состава воздушных сред следующие [11, 12, 13] методы: фотометрии и спектрофотометрии; атомно-абсорбционной спектрометрии; титриметрии; потенциометрии; вольтамперометрии (полярография); хроматографии – газовой хроматографии или высокоэффективной жидкостной хроматографии.

При разработке методик выбраны наиболее доступные для лабораторий методы – фотометрия и титриметрия.

В соответствии с [10] процедура измерений делится на стадию отбора аналитической пробы и аналитическую стадию, что дает возможность описывать в методике стадию отбора аналитической пробы для

каждой воздушной среды отдельно, а далее – проводить измерение содержания компонента в аналитической пробе в соответствии с единой процедурой.

Выбор наименований определяемых компонентов

Наименования определяемых компонентов выбирают применительно к наименованиям, установленным в санитарных правилах и нормах, и исходя из возможности определения выбранных показателей установленным методом измерений, а также с учетом возможного влияния мешающих компонентов на результаты измерений показателей в анализируемых пробах.

Установление необходимых диапазонов измерений содержаний определяемых компонентов

Установление диапазонов измерений содержаний компонентов основано на требованиях действующих нормативных правовых актов (НПА) и нормативных документов (НД) таких, например, как Перечень измерений, СанПиН 1.2.3685–21, СанПиН 2.1.3684–21 и др. При этом учитывают диапазоны измерений содержаний компонентов в ранее разработанных методиках измерений, т. к. разработчики методик не имеют информации обо всех региональных НПА.

Кроме того, устанавливают для первой стадии – объем аспирируемой воздушной среды, для второй стадии – диапазон измерений массы анализируемого компонента в аналитической пробе.

Установление процедуры стадии отбора аналитической пробы

На данной стадии процедуры выбирают оборудование, реактивы, материалы, необходимые для отбора аналитической пробы.

Стадию отбора аналитической пробы необходимо описывать подробно и отдельно для каждой воздушной среды с учетом требований, действующих НПА и НД. При этом следует сделать особый акцент на указание необходимой скорости и времени аспирирования, а также объема аспирированной воздушной среды. При выборе этих параметров руководствуются также возможностями используемых при отборе проб средств измерений (СИ). Погрешности используемых СИ должны соответствовать требованиям НПА и НД.

При получении аналитической пробы определяемый компонент в процессе отбора из воздушной среды поглощается в соответствующий поглотительный раствор или сорбируется на выбранный фильтр (сорбент).

Кроме того, на стадии отбора аналитической пробы определяют атмосферное давление, температуру

воздушной среды применительно к точке отбора пробы, значение давления или разряжения на входе в пробоотборное устройство (для промышленных выбросов).

Установление процедуры аналитической стадии методики

А) Выбор процедуры установления градуировочной зависимости (при использовании спектрального метода).

1. Выбирают оборудование, реактивы, материалы, СО, необходимые для установления градуировочной характеристики (ГХ). При этом используют (при наличии) СО утвержденных типов состава раствора определяемого компонента, прослеживаемые к государственному эталону.

В методике допускается использование других СИ, вспомогательного оборудования, реактивов, материалов, СО, если их метрологические, технические, квалификационные характеристики не хуже, чем у указанных в методике.

2. Устанавливают диапазон ГХ.

3. Устанавливают процедуры приготовления образцов для градуировки (ОГ), при этом учитывают сроки хранения каждого раствора.

4. Устанавливают процедуру построения ГХ, при этом устанавливают линейную зависимость сигнала СИ от массы определяемого компонента в аналитической пробе.

5. Устанавливают количество параллельных сигналов при построении ГХ, их допустимый размах.

6. Устанавливают формулу зависимости массы компонента в аналитической пробе от сигнала СИ.

7. Устанавливают норматив и процедуру проверки линейности ГХ.

8. Устанавливают норматив и процедуру проверки стабильности ГХ.

Б) Установление процедуры измерений аналитической пробы.

Устанавливают процедуру подготовки аналитической пробы к измерениям, в т. ч. процедуру приготовления растворов (включая раствор аналитической пробы) и их сроков хранения, далее устанавливают процедуры измерений подготовленной аналитической пробы и получения результата измерений по аналитической стадии методики.

При необходимости предусматривают дополнительное аликвотирование и/или разбавление подготовленной аналитической пробы. В этом случае полученный результат измерений массы компонента с учетом аликвотирования и/или коэффициента разбавления должен попадать в диапазон измерений для аналитической стадии методики.

Исходя из объема аспирированной воздушной среды и массы определяемого компонента, в аналитической пробе определяют массовую концентрацию определяемого компонента. При этом используют объем аспирированной воздушной среды, приведенный к нормальным (для АВ и ПВ) или стандартным (для ВРЗ) условиям, учитывая атмосферное давление при отборе пробы, температуру воздушной среды применительно к точке отбора пробы, значение давления или разряжения на входе в пробоотборное устройство (для промышленных выбросов).

Установление показателей точности методики измерений

Показатели точности устанавливают в виде характеристики погрешности и показателя неопределенности результатов измерений.

Для стадии отбора аналитической пробы характеристику погрешности устанавливают расчетным или расчетно-экспериментальным методом с использованием приложения в РМГ 61–2010, а также [10] показатель неопределенности – с применением ГОСТ 34100.3–2017/ISO/IEC Guide 98–3:2008.

Для аналитической стадии показатель точности (как в виде характеристики погрешности, так и в виде показателя неопределенности) устанавливают с применением алгоритма с использованием образцов для оценивания, изложенного в п. 5 РМГ 61–2010. При этом используют образцы для оценивания, максимально возможно адекватные анализируемому аналитическим пробам.

Показатели точности методики измерений находят на основе суперпозиции показателей точности стадии отбора аналитической пробы и аналитической стадии.

Определение алгоритмов контроля точности результатов измерений

В связи с тем, что методика измерений делится на две стадии, то и контроль точности рекомендуется проводить для каждой стадии отдельно.

Качество выполнения стадии отбора аналитической пробы контролируют путем проверки всех используемых на этой стадии СИ и периодического визуального контроля правильности проведения отбора пробы.

Внутрилабораторный контроль качества результатов измерений (в данном случае – по аналитической стадии методики) в соответствии с РМГ 76–2014 состоит из двух элементов: оперативного контроля и контроля стабильности результатов измерений.

Алгоритмы контроля стабильности результатов измерений в методике не указывают, так как выбор таких

алгоритмов зависит от организации работ в конкретной лаборатории: частоты проведения измерений, разнообразия условий проведения измерений, диапазона рабочих измерений и т. п.

Для контроля качества измерений аналитической стадии методики используют алгоритм контроля с применением образцов для контроля по п. 5.5. РМГ 76–2014. В качестве образцов для контроля предлагается использовать образцы, адекватные аналитическим пробам и аналогичные тем, которые были использованы при оценивании метрологических характеристик этой стадии измерений.

Определение формы представления результатов измерений

В соответствии с РМГ 96–2009 при представлении результатов измерений в документах, предполагающих их использование, показатель точности должен иметь не более двух значащих цифр, а результат измерений должен оканчиваться цифрой того же разряда, что и показатель точности.

Формирование документа на методику измерений

Документ на методику измерений оформляют в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация методик

В соответствии с Федеральным законом № 102-ФЗ в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений методики измерений должны быть аттестованы, т. е. проведено исследование и подтверждение соответствия методик измерений установленным метрологическим требованиям к измерениям. Работы по аттестации методик измерений проводят в соответствии с Приказом Минпромторга от 15 декабря 2015 г. № 4091.

В сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений аттестованные методики вносятся в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (ФИФ ОЕИ), в котором им присваивают регистрационный номер.

Внедрение и применение методик

Методику применяют в санитарных, экоаналитических лабораториях или в других подразделениях организаций, выполняющих экологический контроль и (или) мониторинг качества воздушных сред. Методика может быть использована в других испытательных, аналитических лабораториях, специализирующихся на проведении аналогичных исследований.

В соответствии с п. 7.2.1.5 ГОСТ ISO/IEC17025–2019, «до внедрения методов в работу лаборатория должна подтвердить, что она может надлежащим образом применять выбранные методы, обеспечивая требуемое исполнение. Записи о верификации должны сохраняться».

Таким образом, для использования методики в своей лаборатории, лаборатория должна:

- выбрать (приобрести) оборудование, материалы, реактивы, СО, соответствующие требованиям методики;
- реализовать процедуру измерений;
- подтвердить, что показатели точности результатов измерений не превышают установленных в методике (например, путем реализации процедур внутреннего контроля, см. РМГ 76–2014), или установить свои показатели точности, не превышающие показатели точности методики измерений (например, по РМГ 76–2014, приложения А, Б);
- зафиксировать полученные решения в документе, например, в акте внедрения методики (при этом необходимо учитывать, что аттестованные методики измерений не подлежат валидации – изменению определяемых компонентов, диапазонов измерений, области применения);
- наладить систему контроля качества результатов измерений.

Для обеспечения доверия к результатам измерений, недопущения получения некачественной информации о состоянии воздушных сред лаборатория должна (по ГОСТ ISO/IEC17025–2019) осуществлять мониторинг достоверности результатов своей деятельности путем внутрилабораторного контроля и, по возможности, сравнения с результатами других лабораторий (участия в проверках квалификации – межлабораторных

сравнительных испытаниях (МСИ)) в соответствии с ГОСТ ISO/IEC17043–2013.

Разработка и применение СО, адекватных аналитическим пробам

Существующие СО [11, 12] не позволяют полностью решить задачу внутреннего и внешнего контроля качества измерений воздушных сред. Создание СО, адекватных аналитическим пробам, – задача, стоящая перед аналитическим сообществом. Подход к созданию таких образцов описан в [14].

Практическая реализация положений статьи

Используя методологию, описанную в настоящей статье, начиная с 2020 года специалистами УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» (далее – УНИИМ) разработано 12 методик анализа воздушных сред.

Для подтверждения соответствия методик измерений установленным метрологическим требованиям к измерениям проведена их аттестация. Методики аттестованы с использованием СО утвержденных типов, в них описаны процедуры контроля для каждой из двух стадий методики, для контроля аналитической стадии предусмотрено использование образцов для контроля, адекватных аналитическим пробам.

С целью обеспечения потребности в получении объективной и достоверной информации, используемой в целях защиты жизни и здоровья граждан, охраны окружающей среды, методики измерений внесены в ФИФ ОЕИ.

Информация о разработанных методиках приведена в табл. 3.

Таблица 3. Перечень методик измерений состава воздушных сред, разработанных в УНИИМ
Table 3. Measurement techniques for the composition of air environments developed at UNIIM

Шифр и наименование методики измерений, регистрационный номер в ФИФ по ОЕИ	Определяемый компонент	Диапазон измерений, мг/м ³		$\pm\delta^1$, % (U_0^2 , %)
М-222-1/2020 Методика измерений массовых концентраций железа и железа в пересчете на оксид железа (III) в воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе и промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом, ФР.1.31.2020.37587	Железо	АВ	от 0,025 до 4,0 включительно	25 (25)
		ВРЗ	от 0,17 до 267 вкл.	
		ПВ	от 1,0 до 2,0 · 10 ³ вкл.	
	Железо в пересчете на оксид железа (III)	АВ	от 0,036 до 5,7 вкл.	25 (25)
		ВРЗ	от 0,24 до 380 вкл.	
		ПВ	от 1,44 до 2,8 · 10 ³ вкл.	

Продолжение табл. 3
Continuation of Tabl. 3

Шифр и наименование методики измерений, регистрационный номер в ФИФ по ОЕИ	Определяемый компонент	Диапазон измерений, мг/м ³		±δ ¹ , % (U ₀ ² , %)
М-222-2/2020 Методика измерений массовых концентраций марганца и марганца в пересчете на оксид марганца (IV) в воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе и промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом, ФР.1.31.2020.37584	Марганец	АВ	от 0,005 до 2,7 вкл.	25 (25)
		ВРЗ	от 0,015 до 180 вкл.	
		ПВ	от 0,7 до 1,4 · 10 ³ вкл.	
	Марганец в пересчете на оксид марганца (IV)	АВ	от 0,008 до 4,3 вкл.	25 (25)
		ВРЗ	от 0,024 до 280 вкл.	
		ПВ	от 1,2 до 2,2 · 10 ³ вкл.	
М-222-3/2020 Методика измерений массовой концентрации пыли (взвешенных веществ) в воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе и промышленных выбросах в атмосферу гравиметрическим методом, ФР.1.31.2020.37773	Пыль (взвешенные вещества)	АВ ВРЗ ПВ	от 0,1 до 4000 вкл.	25 (25)
М-222-4/2020 Методика измерений массовой концентрации серной кислоты в воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе и промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом, ФР.1.31.2020.38606	Серная кислота	АВ	от 0,2 до 5,0 вкл.	23 (23)
		ВРЗ	от 0,5 до 25,0 вкл.	
		ПВ	от 0,5 до 30,0 вкл.	
М-222-5/2020 Методика измерений массовой концентрации соляной кислоты в воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе и промышленных выбросах в атмосферу турбидиметрическим методом, ФР.1.31.2021.39027	Соляная кислота	АВ ВРЗ ПВ	от 0,10 до 3000 вкл.	25 (25)
М-222-6/2021 Методика измерений массовой концентрации аммиака в воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе и промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом, ФР.1.31.2021.39683	Аммиак	АВ	от 0,02 до 500,0 вкл.	24 (24)
		ВРЗ	от 0,2 до 2 · 10 ³ вкл.	
		ПВ	от 0,1 до 3 · 10 ³ вкл.	

Продолжение табл. 3
Continuation of Tabl. 3

Шифр и наименование методики измерений, регистрационный номер в ФИФ по ОЕИ	Определяемый компонент	Диапазон измерений, мг/м ³		±δ ¹ , % (U ₀ ² , %)
M-222-7/2021 Методика измерений массовых концентраций хрома общего, хрома (VI), хрома (III), хрома общего в пересчете на триоксид хрома (хромовый ангидрид) в воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе и промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом, ФР.1.31.2021.40211	Хром (VI)	ВРЗ	от 0,011 до 9,0 вкл.	24 (24)
		АВПВ	от 0,01 до 9,0 вкл.	
	Хром (III)	ВРЗ	от 0,011 до 9,0 вкл.	25 (25)
		АВПВ	от 0,01 до 9,0 вкл.	
	Хром общий	ВРЗ	от 0,011 до 18,0 вкл.	25 (25)
		ПВ	от 0,01 до 18,0 вкл.	
		АВ	от 0,75 · 10 ⁻⁴ до 18,0 вкл.	
Хром общий в пересчете на триоксид хрома (хромовый ангидрид)	ВРЗ	от 0,02 до 34,6	25 (25)	
	ПВ			
Оксид азота (IV) (диоксид азота, двуокись азота)	ВРЗ	от 1,0 до 100 вкл.	24 (24)	
	АВ	от 0,02 до 100 вкл.		
	ПВ	от 0,02 до 1000 вкл.		
M-222-9/2021 Методика измерений суммарной массовой концентрации едких щелочей (в пересчете на гидроксид натрия) в воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе и промышленных выбросах в атмосферу титриметрическим методом, ФР.1.31.2022.41864	Едкие щелочи в пересчете на гидроксид натрия	ВРЗ	от 0,20 до 1000 вкл.	21 (21)
		АВ ПВ	от 0,20 до 1500 вкл.	
M-222-12/2021 Методика измерений массовой концентрации фенола в воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе и промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом, ФР.1.31.2022.42311	Фенол	АВ ВРЗ ПВ	от 0,001 до 100 вкл.	22 (22)
M-222-13/2021 Методика измерений массовой концентрации формальдегида в воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе и промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом, ФР.1.31.2022.42312	Формальдегид	АВ ВРЗ ПВ	от 0,005 до 200 вкл.	22 (22)

Окончание табл. 3
End of Table 3

Шифр и наименование методики измерений, регистрационный номер в ФИФ по ОЕИ	Определяемый компонент	Диапазон измерений, мг/м ³		±δ ¹ , % (U ₀ ² , %)
М-222-14/2022 Методика измерений массовых концентраций диоксида кремния аморфного, диоксида кремния кристаллического в воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе и промышленных выбросах в атмосфере фотометрическим методом, ФР.1.31.2022.43372	Диоксид кремния аморфный	АВ	от 0,0020 до 100 вкл.	25 (25)
		ВРЗ ПВ	от 1,00 до 100 вкл.	
	Диоксид кремния кристаллический	АВ	от 0,0020 до 100 вкл.	25 (25)
		ВРЗ ПВ	от 1,00 до 100 вкл.	

¹ Границы относительной погрешности ($P = 0,95$).

² Относительная расширенная неопределенность $k = 2$.

Образцы, адекватные аналитическим пробам, УНИИМ использует для аттестации разрабатываемых методик анализа воздушных сред. МСИ с применением таких образцов – имитаторов аналитической пробы провайдер МСИ УНИИМ проводит с 2014 года.

В настоящее время специалистами УНИИМ разработаны ГСО 11278–2019, ГСО 11277–2019, ГСО 1227–2023, ГСО 1228–2023.

Методики измерений, разработанные в УНИИМ, используются не только для определения состава воздушных сред, но и для характеристики СО и образцов для проверки квалификации, что повышает метрологический уровень проводимых работ. Разработанные СО используют для внутреннего контроля качества результатов измерений и для проведения МСИ.

Заключение

В статье обозначены причины разработки методик состава воздушных сред, описана разработанная и применяемая авторами статьи методология разработки методик, объяснена необходимость аттестации методик, процедуры внедрения и применения методик, перечислены вопросы разработки и применения СО, адекватных отобраным для проведения измерений аналитическим пробам. Также изложен ход практической реализации описанных процедур.

Работы в указанных направлениях в настоящее время развиваются. УНИИМ продолжает разработку новых методик и новых СО для обеспечения выдачи лабораториями достоверной информации о составе воздушных сред.

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

Acknowledgments: This research did not receive financial support in the form of a grant from any public, commercial, or non-profit sector organization.

Вклад соавторов: Пономарева О. Б. – анализ причин разработки и разработка концепции разработки методик измерений показателей качества воздушных сред, работа над текстом статьи, практическая реализация положений статьи; Канаева Ю. В. – разработка замысла исследований и общее руководство работами, анализ процедур внедрения и применения методик, практическая реализация положений статьи; Гайко М. В. – анализ недостатков существующих методик измерений показателей качества воздушных сред, практическая реализация положений статьи.

Contribution of the authors: Ponomareva O. B. – analysis of the reasons for developing and elaborating the concept of developing measurement techniques for air environment quality indicators, working on the article text, practical implementation of the statements of the article; Kanaeva Y. V. – developing the research design and overall management of the work, analyzing the procedures for implementation and application of the techniques, practical implementation of the statements of the article; Gaiko M. V. – analysis of existing methodological shortcomings in measuring air environment quality indicators, practical implementation of the statements 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. Health, wealth, and air pollution: advancing theory and methods / M. S. O'Neill [et al.] // *Environmental Health Perspectives*. 2003. Vol. 111, Is. 16. P. 1861–1870. <https://doi.org/10.1289/ehp.6334>
2. Air quality in urban areas: Comparing objective and subjective indicators in European countries / B. Chiarini [et al.] // *Ecological Indicators*. 2021. Vol. 121. P. 1–9.
3. Иситов Д. Т., Каблукова О. Д. Как загрязнение атмосферы влияет на природу // *Молодой учёный*. 2016. Т. 9, № 9.1 (113.1). С. 34–35.
4. Загрязнение воздуха промышленными выбросами // ЭКОЛОГИЯ справочник [сайт]. URL: <https://ru-ecology.info/term/77204/> (дата обращения: 04.08.2022).
5. Влияние промышленности на загрязнение воздуха // ЭКОЛОГИЯ справочник [сайт]. URL: <https://ru-ecology.info/term/77204/> (дата обращения: 04.08.2022).
6. Выбросы загрязняющих веществ в атмосферу: источники и нормирование // ЭКО-союз [сайт]. URL: <https://ecotoplivo-msk.ru/eko-bedy/promyshlennye-vybrosy.html> (дата обращения: 04.08.2022).
7. Monn C. Exposure assessment of air pollutants: a review on spatial heterogeneity and indoor/outdoor/personal exposure to suspended particulate matter, nitrogen dioxide and ozone // *Atmospheric Environment*. 2001. Vol. 35, № 1. P. 1–9. [https://doi.org/10.1016/S1352-2310\(00\)00330-7](https://doi.org/10.1016/S1352-2310(00)00330-7)
8. Павлова Е. Е. Проблемы выбросов в окружающую среду в России и мире // *Молодой ученый*. 2018. № 23 (209). С. 269–273.
9. Причины, последствия и решения промышленного загрязнения окружающей среды // EREPORT.RU2006–2023 [сайт]. URL: <http://www.ereport.ru/prel/prichiny-posledstviya-i-resheniya-promyshlennogo-zagryazneniya-okruzhayushchej-sredy.htm> (дата обращения: 04.08.2022).
10. Кропанев А. Ю. Методики анализа воздушных сред. Аттестация и организация внутрилабораторного контроля качества результатов анализа // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2018. Т. 84, № 8 (2018). С. 65–70.
11. Методы мониторинга загрязнения атмосферного воздуха промышленными выбросами // *ИнфоПедия* [сайт]. URL: <https://infopedia.su/8x671c.html> (дата обращения: 04.08.2022).
12. Standard reference materials (SRMs) for measurement of inorganic environmental contaminants / R. Zeisler [et al.] // *Analytical and Bioanalytical Chemistry*. 2006. Vol. 386. P. 1137–1151. <https://doi.org/10.1007/s00216-006-0785-7>
13. Якупова И. В., Попов Н. С. Методы и устройства наблюдения за окружающей средой. Экологический мониторинг: учебное пособие. Тамбов: Издательство Тамбовского государственного университета, 2009. 188 с.
14. Богачева А. М., Пономарева О. Б., Канаева Ю. В. Разработка образцов для МСИ и стандартных образцов для обеспечения качества результатов измерений показателей состава воздушных сред // *Стандартные образцы*. 2018. Т. 4. № 3–4. С. 43–50.

REFERENCES

1. O'Neill M. S., Jerrett M., Kawachi I., Levy J. I., Cohen A. J., Gouveia N. Health, wealth, and air pollution: advancing theory and methods. *Environmental Health Perspectives*. 2003;111(16):1861–1870. <https://doi.org/10.1289/ehp.6334>
2. Chiarini B., D'Agostino A., Marzano E., Regoli A. Air quality in urban areas: Comparing objective and subjective indicators in European countries. *Ecological Indicators*. 2021;121:1–9. <https://doi.org/10.1016/j.ecolind.2020.107144>
3. Isitov D. T., Kablukova O. D. How atmospheric pollution affects nature. *Molodoj uchenyj*. 2016;9.1(113.1):34–35. (In Russ.).
4. Air pollution from industrial emissions. Available via: *Ecology, reference book*. <https://ru-ecology.info/term/77204/> [Accessed 4 August 2022]. (In Russ.).
5. Impact of industry on air pollution. Available via: *Ecology, reference book*. <https://ru-ecology.info/term/77204/> [Accessed 4 August 2022]. (In Russ.).
6. Emissions of pollutants into the atmosphere: sources and regulation. Available via: *Eco-union*. <https://ecotoplivo-msk.ru/eko-bedy/promyshlennye-vybrosy.html> [Accessed 4 August 2022]. (In Russ.).

7. Monn C. Exposure assessment of air pollutants: a review on spatial heterogeneity and indoor/outdoor/personal exposure to suspended particulate matter, nitrogen dioxide and ozone. *Atmospheric Environment*. 2001;35(1):1–32. [https://doi.org/10.1016/S1352-2310\(00\)00330-7](https://doi.org/10.1016/S1352-2310(00)00330-7)
8. Pavlova E. E. Problems of emissions into the environment in Russia and the world. *Molodoj uchenyj*. 2018;23(209):269–273. (In Russ.)
9. Causes, effects and solutions of industrial pollution. Available via: *EREPORT.RU*. <http://www.ereport.ru/prel/prichiny-posledstviya-i-resheniya-promyshlennogo-zagryazneniya-okruzhayushchej-sredy.htm> [Accessed 4 August 2022]. (In Russ.)
10. Kropanev A. Yu. Methodologies for analysis of air environment. Certification and arrangement of intra laboratory control of the quality of analysis results. *Industrial laboratory. Diagnostics of materials*. 2018;84(8):65–70. <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2018-84-8-65-70> (In Russ.)
11. Methods for monitoring atmospheric air pollution by industrial emissions. Available via: *Infopedia*. <https://infopedia.su/8x671c.html> [Accessed 4 August 2022]. (In Russ.)
12. Zeisler R., Murphy K. E., Becker D. A., Clay D. W., Robert K. W., Long St. E. et al. Standard reference materials (SRMs) for measurement of inorganic environmental contaminants. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*. 2006;386:1137–1151. <https://doi.org/10.1007/s00216-006-0785-7>
13. Jakunina I. V., Popov N. S. Methods and devices for monitoring the environment. Environmental Monitoring: a study guide. Tambov: Izdatel'stvo Tambovskogo gosudarstvennogo tehniceskogo universiteta; 2009. 188 p. (In Russ.)
14. Bogacheva A. M., Ponomareva O. B., Kanaeva Y. V. Development of interlaboratory comparison test samples and reference materials for the quality assurance of air composition measurements. *Reference Materials*. 2018;14(3–4):43–50. <https://doi.org/10/20915/2077-1177-2018-14-3-14-43-50> (In Russ.)

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

ГОСТ 34100.3–2017/ISO/IEC Guide 98–3:2008 Межгосударственный стандарт. Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения = Uncertainty of measurement. Part 3. Guide to the expression of uncertainty in measurement. М.: Стандартинформ, 2018. 106 с.

ГОСТ ISO/IEC17025–2019 Межгосударственный стандарт. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий = General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. М.: Стандартинформ, 2021. 28 с.

ГОСТ ISO/IEC17043–2013 Межгосударственный стандарт. Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации = Conformity assessment. General requirements for proficiency testing. М.: Стандартинформ, 2014. 33 с.

ГОСТ Р 8.563-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений. М.: Стандартинформ, 2019. 15 с.

ГСО 11277–2019 СО массовой концентрации железа, осажденного на фильтр АФА-ХА из воздушной среды (В-Fe-02 СО УНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/583285> (дата обращения: 04.08.2022 г.).

ГСО 11278–2019 СО массовой концентрации марганца, осажденного на фильтр АФА-ХА из воздушной среды (В-Mn-03 СО УНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/583284> (дата обращения: 04.08.2022 г.).

ГСО 12227–2023 СО массовой концентрации пыли, осажденной на фильтр АФА-ВП из воздушной среды (В-Пыль-01-МК СО УНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1409946> (дата обращения: 04.08.2022 г.).

ГСО 12228–2023 СО массовой концентрации пыли, осажденной на фильтр АФА-ВП из воздушной среды (В-Пыль-01-СМ СО УНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19> (дата обращения: 04.08.2022 г.).

МУ 4945–88 Методические указания по определению вредных веществ в сварочном аэрозоле (твердая фаза и газы). М.: Информационно-издательский центр Госкомсанэпиднадзора России, 1992 г. 111 с.

МУК 1637–77 Методические указания на фотометрическое определение аммиака в воздухе. М.: ЦРИА «Морфлот», 1981 г. 252 с.

Об обеспечении единства измерений: Федеральный закон Российской Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ: принят Государственной Думой 11 июня 2008 г.: одобрен Советом Федерации Федерального Собрания Российской Федерации 18 июня 2008 г. (в редакции от 11 июня 2021 г. № 170-ФЗ) // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. URL: <http://pravo.gov.ru/proxy/ips/?docbody=&firstDoc=1&lastDoc=1&nd=102122832> (дата обращения: 04.08.2022).

Об обязательных требованиях в Российской Федерации: Федеральный закон Российской Федерации от 31 июля 2020 г. № 247-ФЗ (с изменениями и дополнениями): принят Государственной Думой 22 июля 2020 г.: одобрен Советом Федерации

Федерального Собрания Российской Федерации 24 июля 2020 г. // Информационно-правовой портал ГАРАНТ.РУ [сайт]. URL: <https://base.garant.ru/74449388/> (дата обращения: 04.08.2022 г.).

Об утверждении перечня измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений: постановление Правительства Российской Федерации от 16 ноября 2020 г. № 1847 // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. URL: <http://publication.pravo.gov.ru/Document/View/0001202011230047> (дата обращения: 04.08.2022 г.).

Об утверждении Порядка аттестации первичных референтных методик (методов) измерений, референтных методик (методов) измерений и методик (методов) измерений и их применения: приказ Министерства промышленности и торговли РФ от 15 декабря 2015 г. № 4091 // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. URL: <http://publication.pravo.gov.ru/Document/View/0001201602260008> (дата обращения: 04.08.2022 г.).

Об утверждении санитарных правил и норм СанПиН 2.1.3684–21 «Санитарно-эпидемиологические требования к содержанию территорий городских и сельских поселений, к водным объектам, питьевой воде и питьевому водоснабжению, атмосферному воздуху, почвам, жилым помещениям, эксплуатации производственных, общественных помещений, организации и проведению санитарно-противоэпидемических (профилактических) мероприятий»: постановление Главного государственного санитарного врача Российской Федерации от 28.01.2021 № 3 // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <http://publication.pravo.gov.ru/Document/View/0001202102050027> (дата обращения: 04.08.2022 г.).

Об утверждении санитарных правил и норм СанПиН 1.2.3685–21 «Гигиенические нормативы и требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания»: постановление Главного государственного санитарного врача Российской Федерации от 28.01.2021 № 2 // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. URL: <http://publication.pravo.gov.ru/Document/View/0001202102030022> (дата обращения: 04.08.2022 г.).

РМГ 61–2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки. М.: Стандартинформ, 2013. 58 с.

РМГ 76–2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа. М.: Стандартинформ, 2015. 104 с.

ПМГ 96–2009 Результаты и характеристики качества измерений. Формы представления. М.: Стандартинформ, 2010. 14 с.

Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology> (дата обращения: 04.08.2022 г.).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Пonomareva Ольга Борисовна – ведущий научный сотрудник лаборатории метрологии аналитических измерений и межлабораторных сравнительных испытаний УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

Россия, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
E-mail: ponomareva@uniim.ru

Канаева Юлия Владимировна – и. о. заведующего лаборатории метрологии аналитических измерений и межлабораторных сравнительных испытаний УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

Россия, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
E-mail: metod224@uniim.ru

Гайко Мария Владимировна – старший инженер лаборатории метрологии аналитических измерений и межлабораторных сравнительных испытаний УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

Россия, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
E-mail: metod224@uniim.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Olga B. Ponomareva – Leading Researcher, Laboratory for Metrology of Analytical Measurements and Interlaboratory Comparisons, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology

4 Krasnoarmeyskaya St., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: ponomareva@uniim.ru

Yulia V. Kanaeva – Acting Head of the Laboratory for Metrology of Analytical Measurements and Interlaboratory Comparisons, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology

4 Krasnoarmeyskaya St., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: metod224@uniim.ru

Mariia V. Gaiko – Senior Engineer of the Laboratory for Metrology of Analytical Measurements and Interlaboratory Comparisons, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology

4 Krasnoarmeyskaya St., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: metod224@uniim.ru

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Научная статья

УДК 006.9:543.551:53.089.68

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-115-127>



Количественное определение кофеина методом высокоточного кулонометрического титрования

А. Ю. Шимолин  

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

 alex-shimolin@uniim.ru

Аннотация: Кофеин традиционно используется для оценивания и контроля метрологических характеристик жидкостных хроматографов, в том числе при испытаниях в целях утверждения типа средств измерений. В последние годы с ростом требований к вопросу обеспечения метрологической прослеживаемости как результатов измерений, получаемых с помощью средств измерений, так и средств испытаний использование кофеина в виде реактива при поверке, калибровке, испытаниях в целях утверждения типа стало противоречить требованиям действующих нормативных правовых актов в области обеспечения единства измерений.

Цель исследования состояла в разработке и апробации методики количественного определения кофеина в кофеине первичным методом кулонометрического титрования для метрологического обеспечения метода ВЭЖХ с точностью не более 1 % абс.

В ходе данного исследования проведен подробный анализ методов определения содержания кофеина в различных матрицах, а также разработана и апробирована методика определения массовой доли кофеина в кофеине методом кулонометрического титрования. Для разработанной методики измерений определены метрологические характеристики: диапазон измерений массовой доли кофеина от 97,00 % до 99,99 %, расширенная неопределенность ($P = 0,95$, $k = 2$) 0,14 %, что в 2–6 раз превосходит по точности используемые титриметрические методики анализа. Сопоставление полученных результатов с результатами измерений массовой доли кофеина методом ВЭЖХ подтвердили коммутативность метода кулонометрического титрования с методом ВЭЖХ, что позволяет его применить для разработки СО состава кофеина для метрологического обеспечения метода ВЭЖХ.

Теоретическая значимость исследования состоит в доказательстве теоретических аспектов возможности применения метода кулонометрического йодометрического титрования для высокоточного количественного определения чистых органических соединений пуринового ряда.

Практическая значимость полученных результатов заключается в возможности применения разработанной методики количественного определения кофеина в кофеине первичным методом кулонометрического титрования с применением ГЭТ 176 для разработки стандартного образца состава кофеина и обеспечении на его основе метрологической прослеживаемости результатов измерений методом ВЭЖХ к государственным первичным эталонам, воспроизводящим единицу величины «массовая доля компонентов», и единицам международной системы единиц SI.

Ключевые слова: эталон, ГЭТ 176, кулонометрия, йодометрия, кофеин, ВЭЖХ, высокоэффективная жидкостная хроматография, прослеживаемость, методика, кулонометрическое титрование

Используемые сокращения: ВЭЖХ – высокоэффективная жидкостная хроматография; ГВЭТ 208–1 – Государственный вторичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе газовой и жидкостной хроматографии; ГПЭ – Государственный первичный эталон; ГЭТ 176 – Государственный первичный эталон единиц

массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии; ИК-спектр – спектр длин волн в инфракрасном диапазоне; СИ – средства измерений; СО – стандартный образец; ФИФ ОЕИ – Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений; УФ-спектр – спектр длин волн в ультрафиолетовом диапазоне; ЭУ КТ – эталонная установка, реализующая метод кулонометрического титрования, входящая в состав ГЭТ 176.

Ссылка при цитировании: Шимолин А. Ю. Количественное определение кофеина методом высокоточного кулонометрического титрования // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 4. С. 115–127. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-115-127>

Статья поступила в редакцию 18.01.2023; одобрена после рецензирования 02.02.2023; принята к публикации 25.05.2023.

MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

Research Article

Caffeine Quantification Via High-Precision Coulometric Titration

Alexandr Yu. Shimolin  

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

 alex-shimolin@uniim.ru

Abstract: Caffeine has traditionally been used to assess and control the metrological characteristics of liquid chromatographs. In recent years, with increasing requirements for the traceability of measurement results, the use of caffeine as a reagent for verification, calibration, and type approval tests has started to contradict the effective regulations governing measurement uniformity. This study aims to develop and test a procedure of caffeine quantification in caffeine via primary coulometric titration for the metrological support of high-performance liquid chromatography (HPLC) with an accuracy of no more than 1 % abs. In the course of work, a detailed analysis of methods for determining caffeine content in various matrices was carried out; in addition, a procedure for determining caffeine mass fraction in caffeine via coulometric titration was developed and tested. A comparison of the obtained results with caffeine mass fraction measurements performed using HPLC confirmed the commutativity of coulometric titration and HPLC. The developed procedure of caffeine quantification in caffeine via primary coulometric titration employing GET 176 can be used to develop a caffeine composition reference material and to provide metrological traceability of HPLC measurements on its basis to state primary standards reproducing the «mass fraction of components» and to SI units (Système international d'unités, SI).

Keywords: standard, GET 176, coulometry, iodometry, caffeine, HPLC, high-performance liquid chromatography, traceability, procedure, coulometric titration

Abbreviations used: FIF EUM – Federal Information Fund for Ensuring the Uniformity of Measurements; HPLC – high-performance liquid chromatography; GVET 208-1 – State Secondary Standard of the units of mass fraction and mass (molar) concentration of organic components in liquid and solid substances and materials based on gas and liquid chromatography; GET 176 – State Primary Standard of the units of mass (molar, atomic) fraction and mass (molar) concentration of components in liquid and solid substances and materials based on coulometry; IR spectrum – infrared wavelength spectrum;

MI – measuring instrument; RM – reference material; UV spectrum – ultraviolet wavelength spectrum; SS CT – standard system implementing coulometric titration as part of GET 176.

For citation: Shimolin A. U. Caffeine quantification via high-precision coulometric titration. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2022;19(4):115–127. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-115-127>

The article was submitted 18.01.2023; approved after reviewing 02.02.2023; accepted for publication 25.05.2023.

Введение

Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии (далее – ВЭЖХ) находит широкое применение в химической, фармацевтической, пищевой, нефтеперерабатывающей промышленности, охране окружающей среды и других отраслях. ВЭЖХ применяют для контроля качества сырья и готовой продукции, контроля технологических процессов, в научных исследованиях, а также для контроля показателей экологической безопасности и решения других аналитических задач. Кофеин как химическое соединение традиционно используется для контроля метрологических характеристик жидкостных хроматографов, оснащенных спектрофотометрическими детекторами (в том числе с диодной матрицей), рефрактометрическими, испарительными детекторами светорассеяния. Однако в Российской Федерации по состоянию на 01.01.2022 отсутствовали стандартные образцы (далее – СО) кофеина в статусе СО утвержденного типа, необходимые для поверки, калибровки, испытаний средств измерений (далее – СИ), в том числе в целях утверждения типа, а также построения калибровочных (градуировочных) характеристик жидкостных хроматографов и контроля точности методик измерений в процессе их применения. Стоит отметить, что анализ ФИФ ОЕИ показал также отсутствие и методик измерений массовой доли кофеина в диапазоне от 97 % до 100 % с точностью не хуже 1 %.

Согласно сведениям из ФИФ ОЕИ по состоянию на май 2022 г., из 62 типов жидкостных хроматографов кофеин применяется для поверки 14 типов хроматографов. Только в 2021 году с применением реактива кофеина была проверена 1 421 единица таких хроматографов. Учитывая требования Приказа Росстандарта от 31.07.2020 № 2510 и общие требования Федерального закона от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ, подобная практика является некорректной в силу нарушения принципа прослеживаемости результатов измерений к Государственным первичным эталонам (далее – ГПЭ). Более того, современный уровень науки и техники предъявляет серьезные требования к метрологическим характеристикам СО, используемым в качестве калибрантов. Таким образом, разработка высокоточной методики определения массовой доли кофеина в кофеине,

основанной на первичном методе анализа [1], для последующего выпуска СО состава кофеина является очень актуальной метрологической задачей.

В аналитической практике известно несколько способов количественного определения кофеина в кофеинсодержащих матрицах. Так, определение микроколичеств кофеина в лекарственных препаратах, согласно [2], предлагается проводить методом вольтамперометрии с применением йода, фотогенерированного из раствора иодида калия.

В ГОСТ 29148–97 в качестве основного метода анализа кофеина в кофе предложен метод фотометрического определения, основанный на гидролитическом окислении кофеина в тетраметилпурпуровую кислоту и последующем фотометрическом измерении интенсивности окраски ее раствора при длине волны 540 нм. Однако фотометрический метод рассчитан на относительно невысокое содержание кофеина до 2,3 % и нормирует повторяемость результатов измерений 0,15 % абс. (6,5 % отн.) и межлабораторную прецизионность 0,3 % абс. (13 % отн.), что очевидным образом не удовлетворяет требованиям к разрабатываемой методике. Кроме того, согласно [3], метод не учитывает особенностей реальных образцов кофе, а именно – изменения спектральных характеристик исследуемого кофейного экстракта вследствие возможного присутствия примесей в зависимости от сортовых особенностей кофе. В результате смещения максимума поглощения раствора от 540 нм могут получаться существенно заниженные данные. Также в приложении к ГОСТ 29148–97 приведен арбитражный, сложный в исполнении спектрофотометрический метод, требующий применения диатомитовой земли, но предназначенный для столь же низких содержаний кофеина и существенно не увеличивающий точность анализа.

До введения ГОСТ 29148–97 для определения кофеина в кофе и кофеинсодержащих продуктах широко применялся метод йодометрического титрования. Метод основан на количественном осаждении кофеина в форме его периодида в присутствии серной кислоты раствором йода в калии йодистом с последующим разрушением этого соединения этиловым спиртом. Выделившийся йод титруют раствором натрия

тиосульфата с добавлением в качестве индикатора крахмала в конце титрования. Определение возможно и с потенциометрическим фиксированием точки эквивалентности [4]. Метод продолжает применяться для качественной идентификации вещества «Кофеин» по одноименной статье Госфармакопеи ГФ 14 ФС.2.1.0116.18.

Метод безводного кислотно-основного титрования рассмотрен в [5] и [6] и основан на проявлении кофеином ярко выраженных основных свойств в ледяной уксусной кислоте, позволяющих его оттитровать стандартным раствором хлорной кислоты. При незначительной модификации метод вошел в ГФ 14 ФС.2.1.0116.18 как наиболее предпочтительный для количественного определения кофеина. Метод позволяет достичь точности до 0,3 % отн. Однако его применение связано с необходимостью работы с веществами, входящими в Перечень наркотических средств, психотропных веществ и их прекурсоров, подлежащих контролю, утвержденный Постановлением Правительства РФ от 02.07.2015 № 665, что затрудняет использование данной методики.

Предлагаемая в настоящей статье методика основана на первичном методе анализа [1] – кулонометрическом титровании, – который устанавливает метрологическую прослеживаемость до единиц Международной системы единиц (килограмма, ампера и секунды). Метод основан на применении электрогенерированного йода и кулонометрически стандартизованного раствора тиосульфата натрия и по сути является развитием метода йодометрии. При том, что условия 100 %-го выхода по току при электрогенерации йода и методика стандартизации тиосульфата натрия описаны в [7–9], методики определения кофеина методом кулонометрического титрования ранее описано не было. В России метод кулонометрического титрования реализован в Государственном первичном эталоне единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019 (далее – ГЭТ 176) [10], измерительные возможности которого в области применения методов, основанных на электрогенерации йода для аттестации стандартных образцов, были подтверждены в рамках международных ключевых сличений CCQM K152 «Assay of potassium iodate» [11] и опубликованы в базе данных калибровочных и измерительных возможностей МБМВ (СМС) [12].

В работах Соловьевой С. И. [4] и Воронцова О. С. [3] представлены сведения о сопоставимости результатов измерений кофеина в органических матрицах методами йодометрии, ВЭЖХ, а также фотоколориметрии и капиллярного электрофореза в диапазоне измерений

массовой доли кофеина от 0,02 % до 6,0 %. Однако, несмотря на наличие литературных данных о хорошей сопоставимости результатов определения кофеина вышеуказанными методами, требуется проведение дополнительных исследований сопоставимости (коммутативности) методов кулонометрического титрования и ВЭЖХ при определении кофеина в чистом веществе с точностью не более 1 % абс.

Таким образом, целью настоящего исследования являлась разработка методики количественного определения кофеина в кофеине методом кулонометрического титрования для метрологического обеспечения метода ВЭЖХ при определении кофеина в чистом веществе с точностью не более 1 % абс.

Задачами исследования стали: разработка и апробация методики определения массовой доли кофеина в чистом кофеине методом кулонометрического титрования; установление метрологических характеристик методики; проведение сопоставления полученных результатов с результатами, полученными методом ВЭЖХ.

Материалы и методы

Материал стандартного образца

В качестве материала для исследования был выбран промышленно выпускаемый реактив кофеина для фармакопеи, партия № 0618, поставляемый ООО «ХимМикс» (Россия). Материал представляет собой белые кристаллы, растворимые в воде. Молярная масса – 194,1908 г/моль [13].

Реактивы

В ходе исследования использовались следующие вещества и материалы: стандартный образец утвержденного типа состава йодата калия (KIO₃ СО УНИИМ) ГСО 11713–2021, партия № 1 [14]; натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный, раствор с концентрацией 0,1 моль/дм³; ацетатный буферный раствор с pH 4,4–4,6 с концентрацией 0,5 моль/дм³ (анолит); натрий азотнокислый, раствор с концентрацией 0,5 моль/дм³ (католит); калий йодистый квалификации х. ч.; кислота серная, квалификации х. ч., раствор с концентрацией 2 моль/дм³; натрий углекислый квалификации х. ч.

Оборудование

Исследования проводили с применением эталонной установки, реализующей метод кулонометрического титрования, входящей в состав ГЭТ 176, представленной на рис. 1. Кулонометрическая система ЭУ КТ была настроена для проведения йодометрического титрования



Рис. 1. Эталонная установка, реализующая метод кулонометрического титрования в составе Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019

Fig.1. Standard system implementing the coulometric titration as a part of GET 176-2019 State Primary Standard of the units of mass (molar, atomic) fraction and mass (molar) concentration of components in liquid and solid substances and materials based on coulometry

в соответствии с блок-схемой, применяемыми средствами измерений, реактивами и материалами, описанными в [9].

Идентификация кофеина

Для идентификации исследуемого вещества кофеина были сняты спектры в ультрафиолетовой и инфракрасной области, результаты представлены на рис. 2–4.

Идентификацию исследуемого вещества по УФ-спектру проводили с применением Государственного вторичного эталона единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе газовой и жидкостной хроматографии ГВЭТ 208-1-2016 [15] при следующих условиях:

Метод	ВЭЖХ, ГФ 14 ФС.2.1.0116.18
Колонка	ZORBAX Eclipse XDB-C18 (Analytical 4,6 × 250 mm 5-micron)
Подвижная фаза А (ПФА)	Тетрагидрофуран
Подвижная фаза В (ПФВ)	Ацетонитрил
Подвижная фаза С (ПФС)	1,36 г тригидрата ацетата натрия, растворенные в 1000 см ³ с ледяной уксусной кислотой при рН = (4,5±0,1)

Режим элюирования	Изократический, ПФА: ПФВ: ПФС (2,0:2,5:95,5)
Растворитель	2,0 см ³ ПФА, 2,5 см ³ ПФВ, 95,5 см ³ ПФС
Массовая концентрация раствора	0,21 мг/см ³
Вводимый объем	10 мм ³
Скорость потока	1 см ³ /мин
Температура термостата колонки	25 °С
Условия регистрации	275 нм
Время удерживания	13,1 мин

Идентификация вещества по ИК-спектру проводили с применением ИК-Фурье спектрометра Nicolet iS5 (Thermo, США).

Условия проведения измерений:

детектор	DTGS KBr
светоделиитель	KBr
диапазон волновых чисел, см ⁻¹	от 3495,26 до 499,96
число сканов пробы	16
число сканов сравнения	16
разрешение	4,000
скорость зеркала	0,4747
диафрагма	100,00

УФ-спектр исследуемого вещества составил 275 нм, что соответствует веществу «кофеин» (273 нм в соответствии с ГФ 14 ФС.2.1.0116.18).

На хроматограммах 2 и 3 идентифицированы примесные пики, соответствующие веществам: теобромин, теофиллин и бензойная кислота.

Результаты идентификации вещества по ИК-спектру приведены в табл. 1.

Процедура кулонометрического титрования

Пробу кофеина, достаточную для проведения 10 измерений (1 г), высушивали в течение 12-ти часов в сушильном шкафу (Binder, Германия) при температуре (70±1) °С, затем охлаждали до комнатной температуры в эксикаторе над оксидом фосфора (V).

Пробу йодата калия, достаточную для проведения 10 измерений (3 г), высушивали в течение 2-х часов в сушильном шкафу при температуре (110±5) °С, затем охлаждали до комнатной температуры в эксикаторе над оксидом фосфора (V).

Все электролиты готовили на деионизированной воде, дополнительно освобожденной от кислорода,

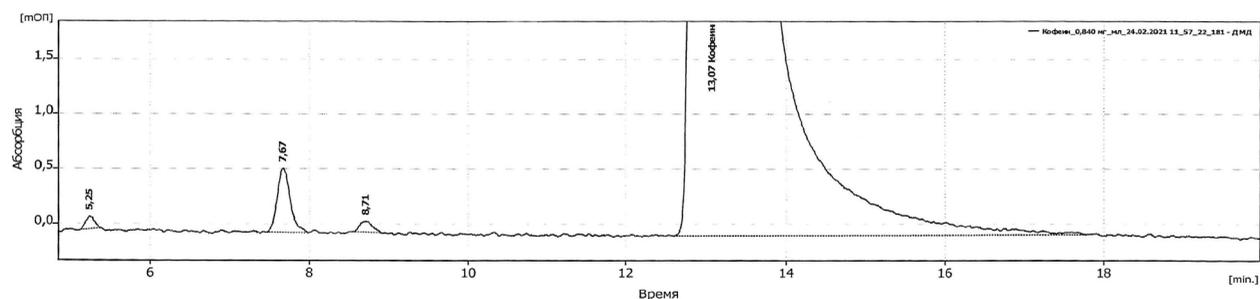


Рис. 2. Хроматограмма исследуемого вещества кофеина
Fig. 2. Chromatogram of the test substance (caffeine)

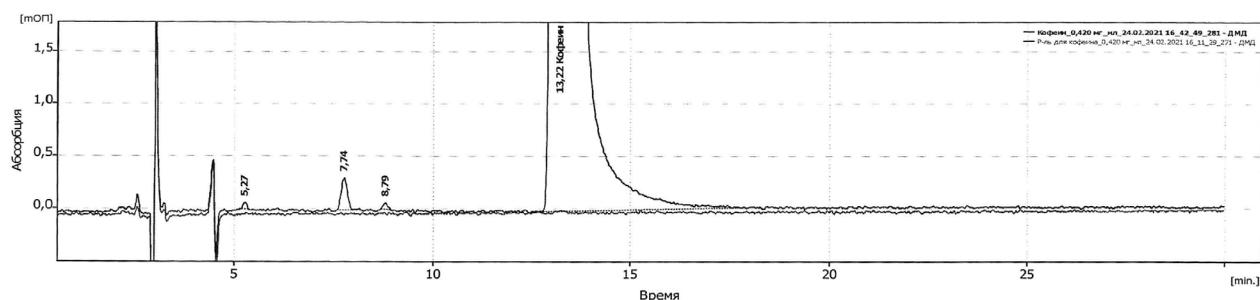


Рис. 3. Хроматограммы исследуемого вещества кофеина и растворителя
Fig. 3. Chromatograms of the test substance (caffeine) and solvent

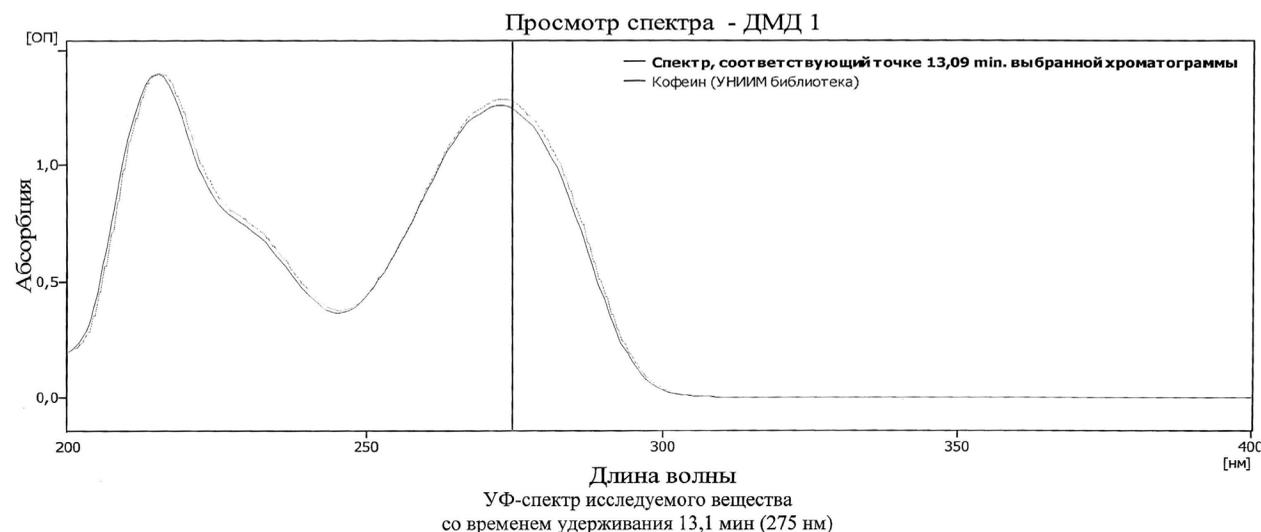


Рис. 4. УФ-спектр вещества с временем удерживания 13,1 мин при длине волны 275 нм
Fig. 4. UV spectrum of the substance with a retention time of 13.1 min at a wavelength of 275 nm

и хранили под постоянным потоком аргона высокой чистоты (далее – дегазированная вода).

Навеску кофеина ($0,050 \pm 0,002$ г) помещали в предварительно взвешенную колбу вместимостью 100 см^3 и взвешивали на весах лабораторных электронных CP225D (Sartorius, Германия) с дискретностью $1 \cdot 10^{-5}$ г

по методу замещения с учетом поправки на подъемную силу воздуха [16]. Массу навески рассчитывали по разности двух взвешиваний.

Навеску йодата калия ($0,070 \pm 0,002$ г) помещали в колбу, содержащую навеску кофеина, и взвешивали на весах с дискретностью $1 \cdot 10^{-5}$ г по методу замещения

Таблица 1. Результаты идентификации кофеина по ИК-спектру с применением ИК-Фурье спектрометра Nicolet iS5

Table 1. Results of caffeine identification on the basis of the IR spectrum using the Nicolet iS5 FT-IR spectrometer

Индекс	Степень соответствия, %	Соединение по справочнику	Спектральная библиотека
10	98,08	Caffeine	HR Spectra IR Demo
184	97,70	Caffeine	Georgia State Forensic Drugs
184	97,70	Caffeine in KBR	Georgia State Crime Lab Sample Library

Соответствие исследуемого вещества соединению «кофеин» установлено со степенью соответствия 97,70%.

с учетом поправки на подъемную силу воздуха. Массу навески рассчитывали по разности двух взвешиваний.

Навеску предварительно стандартизованного по [9] в условиях обеспечения стабильности [17] раствора тиосульфата натрия около 10 см³ отбирали при помощи одноразового шприца и взвешивали на весах с точностью до 1 · 10⁻⁵ г с учетом поправки на выталкивающую силу воздуха. Массу пробы определяли по разности двух взвешиваний. К смеси кофеина и йодата калия приливали дегазированную воду, доводя объем раствора до 30 см³. Колбу плотно закрывали пробкой и тщательно перемешивали до полного растворения кристаллов пробы.

В коническую колбу с 50 см³ разбавленной серной кислоты добавляли около 2 г йодида калия, интенсивно перемешивали до полного растворения кристаллов, затем незамедлительно отбирали около 20 см³ смеси и приливали в колбу с раствором кофеина и йодата калия. При этом раствор пробы приобретал насыщенный фиолетовый цвет и выпадал бурый осадок. Колбу с раствором плотно закрывали пробкой и взвешивали на весах с дискретностью 1 · 10⁻⁴ г с учетом поправки на выталкивающую силу воздуха. После взвешивания колбу выдерживали в темном шкафу в течение 15 минут. Проводили процедуру предварительного титрования на ЭУ КТ в соответствии с [9]. Затем с помощью шприца с торцевым фильтром с размером мембран не более 0,45 мкм от содержимого колбы отбирали аликвоту около 5 см³, удаляли фильтр, взвешивали шприц с аликвотой на весах с дискретностью 1 · 10⁻⁵ г по методу замещения с учетом поправки на подъемную силу воздуха и вносили в кулонометрическую ячейку. Далее в рабочую камеру ячейки вносили навеску тиосульфата натрия по каплям до падения индикаторного сигнала. Дотитровку избытка тиосульфата натрия проводили электрогенерированным йодом током 1 мА импульсами по 5 секунд.

Результат единичного измерения оценивали по сводной формуле, включающей каждый этап измерения:

$$A_{C_{fn}} = \frac{\frac{1}{4} \cdot M_{C_{fn}} \cdot \left(\frac{6 \cdot A_{KIO_3} \cdot m_{KOI_3} \cdot m_{ал}}{M_{KIO_3} \cdot m_{p-ра}} - C_{muo} \cdot m_{muo} + \frac{(U_1 \cdot (t'_1 - t_1) + U_2 \cdot t_2)}{z \cdot F \cdot R} \right) \cdot m_{ал}}{m_{p-ра}} \right) \cdot m_{ал}}{m_{p-ра}} \times 100\%$$

где $A_{C_{fn}}$ – массовая доля кофеина, %;

A_{KIO_3} – массовая доля йодата калия, установленная методом кулонометрического титрования с абсолютной расширенной неопределенностью ($k=2$, $P=0,95$) не более 0,05 %;

M_{KIO_3} , $M_{C_{fn}}$ – молярная масса йодата калия и кофеина, соответственно, г/моль;

m_{KIO_3} , $m_{C_{fn}}$, $m_{ал}$, $m_{p-ра}$ – масса навески йодата калия, кофеина, аликвоты и раствора после проведения реакции, соответственно, г;

C_{muo} – количественное содержание тиосульфата натрия в пробе, моль/кг раствора;

U_1 – значение напряжения генераторного тока при предварительном титровании, В;

U_2 – значение напряжения генераторного тока при основном титровании, В;

U_3 – значение напряжения генераторного тока при заключительном титровании, В;

t'_1 – общее время предварительного титрования, с;

t_1 – время, соответствующее точке конца предварительного титрования, с;

t_2 – время основного титрования, с;

t_3 – время, соответствующее точке конца заключительного титрования, с;

z – число электронов, участвующих в реакции ($z=2$);

F – постоянная Фарадея, Кл/моль

($F=96485,33212$ Кл/моль);

$m_{\text{тнo}}$ – масса пробы с учетом поправки на подъемную силу воздуха, г;

R – сопротивление эталонного резистора, Ом.

Для определения сопоставимости результатов измерений массовой доли кофеина методом кулонометрического титрования и ВЭЖХ были проведены количественные измерения кофеина на ГВЭТ 208-1 при условиях, регламентированных в ГФ 14 ФС.2.1.0116.18.

Результаты и обсуждение

В ходе исследования провели измерения пяти растворенных проб кофеина, по три параллельных определения в каждой. Результаты измерений приведены в табл. 2.

Бюджет неопределенности

Бюджет неопределенности оценивали по алгоритмам ГОСТ 34100.3–2017/ISO/IEC Guide 98-3:2008. Результаты расчетов приведены в табл. 3.

Для подтверждения коммутативности были получены пять результатов измерений массовой доли кофеина в кофеине методом ВЭЖХ на ГВЭТ 208-1. Результаты измерений приведены в табл. 4.

Результаты измерений массовой доли кофеина в кофеине продемонстрировали хорошую согласованность применяемых методов кулонометрического титрования и метода ВЭЖХ.

Стандартное отклонение результатов измерений между пробами на уровне 0,05 % говорит о достаточной

Таблица 2. Результаты измерений массовой доли кофеина в пяти растворенных пробах кофеина
Table 2. Results of measuring caffeine mass fraction in five dissolved samples of caffeine

Номер пробы, <i>n</i>	Результаты параллельных определений, %			Среднее значение массовой доли кофеина в пробе, %	СКО среднего в пробе, %
	1	2	3		
1	99,750	99,770	100,283	99,934	0,17
2	99,986	99,867	99,608	99,820	0,11
3	99,435	99,977	100,410	99,941	0,28
4	99,989	100,492	99,841	100,107	0,20
5	100,222	100,020	99,866	100,036	0,10
Среднее значение массовой доли кофеина в материале, %					99,968
Среднее квадратическое отклонение среднего результата измерений ($n = 15$), %					0,075

Таблица 3. Бюджет неопределенности измерения массовой доли кофеина в кофеине методом кулонометрического титрования на ГЭТ 176

Table 3. Results of measuring caffeine mass fraction in five dissolved samples of caffeine

Тип	Характеристика	Величина		Неопределенность		Распределение	Козф. чувствительности		Вклад		ν_i
		x_i	ед.	u_i	ед.		c_i	ед.	$c_i u_i$	ед.	
A	Повторяемость	99,968	%	0,074763	%	N	1	1	$7,48 \cdot 10^{-2}$	%	15
B	U_1	0,01007	B	$6,89 \cdot 10^{-5}$	B	R	$6,00 \cdot 10^{-1}$	%/B	$4,13 \cdot 10^{-5}$	%	∞
B	t'_1	67,6056	с	$1,03 \cdot 10^{-4}$	с	R	$2,10 \cdot 10^{-4}$	%/с	$2,16 \cdot 10^{-8}$	%	∞
B	t_1	38,84140	с	$5,59 \cdot 10^{-5}$	с	R	$2,10 \cdot 10^{-4}$	%/с	$1,17 \cdot 10^{-8}$	%	∞
B	U_3	0,01006	B	$7,83 \cdot 10^{-5}$	B	R	3,36	%/B	$2,63 \cdot 10^{-4}$	%	∞
B	t_3	160,8926	с	$1,03 \cdot 10^{-4}$	с	R	$2,10 \cdot 10^{-4}$	%/с	$2,16 \cdot 10^{-8}$	%	∞

Окончание табл. 3
End of Table 3

Тип	Характеристика	Величина		Неопределенность		Распределение	Козф. чувствительности		Вклад		v_i
		x_i	ед.	u_i	ед.		c_i	ед.	$c_i u_i$	ед.	
V	$m_{нав}$	5,288701	г	$1,14 \cdot 10^{-5}$	г	R	18,9	%/г	$2,16 \cdot 10^{-4}$	%	∞
V	$m_{тисо}$	0,51711	г	$7,78 \cdot 10^{-5}$	г	R	$2,03 \cdot 10^{-2}$	%/г	$1,58 \cdot 10^{-6}$	%	∞
V	R	10,001477	Ом	$5,00 \cdot 10^{-6}$	Ом	R	$3,98 \cdot 10^{-1}$	%/Ом	$1,99 \cdot 10^{-6}$	%	∞
V	M	194,1908	г/моль	$8,32 \cdot 10^{-3}$	г/моль	R	$5,15 \cdot 10^{-1}$	%/(г/моль)	$4,28 \cdot 10^{-3}$	%	∞
V	F	96485,332120	Кл/моль	$5,00 \cdot 10^{-6}$	Кл/моль	R	$4,13 \cdot 10^{-7}$	%/(Кл/моль)	$2,06 \cdot 10^{-12}$	%	∞
V	z	1	-	0	-	N	1	%/-	0	%	∞
V	$C_{тисо}$	0,19583	моль/кг	$3,77 \cdot 10^{-5}$	моль/кг	R	10,4	%/(моль/кг)	$3,92 \cdot 10^{-4}$	%	∞
V	Диффузия	-	моль/кг	$9,94 \cdot 10^{-7}$	моль/кг	R	1	%/(моль/кг)	$9,94 \cdot 10^{-7}$	%	∞
V	Влияние O ₂	-	моль/кг	$1,00 \cdot 10^{-2}$	моль/кг	R	1	%/(моль/кг)	$1,00 \cdot 10^{-2}$	%	∞
V	Засветка	-	моль/кг	$1,00 \cdot 10^{-3}$	моль/кг	R	1	%/(моль/кг)	$1,00 \cdot 10^{-3}$	%	∞
V	Чистота Ag	-	моль/кг	$1,86 \cdot 10^{-7}$	моль/кг	R	1	%/(моль/кг)	$1,86 \cdot 10^{-7}$	%	∞
V	Примеси	-	моль/кг	$1,65 \cdot 10^{-8}$	моль/кг	R	1	%/(моль/кг)	$1,65 \cdot 10^{-8}$	%	∞
V	m_{KIO_3}	0,157204	г	$7,78 \cdot 10^{-5}$	г	R	25,0	%/г	$1,95 \cdot 10^{-3}$	%	∞
V	M_{KIO_3}	219,9998	г/моль	$2,20 \cdot 10^{-3}$	г/моль	R	$3,72 \cdot 10^{-5}$	%/(г/моль)	$8,18 \cdot 10^{-8}$	%	∞
V	$m_{раств}$	115,95859	г	$7,78 \cdot 10^{-5}$	г	R	$2,93 \cdot 10^{-4}$	%/г	$2,28 \cdot 10^{-8}$	%	∞
V	$m_{ал}$	5,28870	г	$7,78 \cdot 10^{-5}$	г	R	$1,21 \cdot 10^{-3}$	%/г	$9,43 \cdot 10^{-8}$	%	∞
V	Полнота осаждения	-	моль/кг	$5,00 \cdot 10^{-2}$	моль/кг	R	1	%/(моль/кг)	$5,00 \cdot 10^{-2}$	%	∞
V	A_{KIO_3}	0,99964	г/г	$3,00 \cdot 10^{-4}$	г/г	R	3,94	%/(г/г)	$1,18 \cdot 10^{-3}$	%	∞
Аттестованное значение									99,968	%	
Абсолютная стандартная неопределенность типа A, u_A , %									0,048	%	
Абсолютная стандартная неопределенность типа B, u_B , %									0,051	%	
Абсолютная суммарная стандартная неопределенность, u_C , %									0,071	%	
Абсолютная расширенная неопределенность ($k = 2$, $P = 0,95$), U , %									0,14	%	

полноте извлечения йода, осаждения, степени фильтрации и минимизации ошибок, связанных с отбором аликвот и влиянием кислорода воздуха.

Показатели точности разработанной методики превосходят показатели широко применяемых безводных титриметрических методик (0,3 %) [5] и существенно превосходят описанные йодометрические

методики (0,9 %) [5]. Таким образом, разработанная методика определения массовой доли кофеина в кофеине методом кулонометрического титрования может быть применена при разработке стандартного образца состава кофеина для целей метрологического обеспечения измерений методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Таблица 4. Результаты измерений массовой доли кофеина в кофеине методом ВЭЖХ на ГВЭТ 208-1
Table 4. Results of measuring caffeine mass fraction in caffeine via HPLC by means of GVET 208-1

Номер измерения	Массовая доля кофеина в кофеине, %
1	99,970
2	99,971
3	99,972
4	99,972
5	99,969
Среднее значение массовой доли кофеина, A , %	99,97
Абсолютная стандартная неопределенность типа А, u_A , %	0,0005
Абсолютная стандартная неопределенность типа В, u_B , %	0,199
Абсолютная суммарная стандартная неопределенность, u_c , %	0,4
Абсолютная расширенная неопределенность ($k = 2$, $P = 0,95$), U , %	0,8

Заключение

Задача установления и контроля метрологических характеристик высокоэффективных жидкостных хроматографов является актуальной в силу их широкого применения в различных отраслях промышленности. Наиболее удобным средством метрологического обеспечения при проведении поверки, калибровки, испытаний в целях утверждения типа, а также построения градуировочных характеристик жидкостных хроматографов и контроля точности методик измерений в процессе их применения являются стандартные образцы состава чистых веществ и их растворов с метрологической прослеживаемостью до Международной системы единиц SI.

В ходе проведенного исследования разработана и апробирована методика измерений массовой доли кофеина в кофеине методом кулонометрического титрования. Для разработанной методики определены метрологические характеристики: диапазон измерений массовой доли кофеина от 97,00 % до 99,99 %, расширенная неопределенность ($P = 0,95$, $k = 2$) 0,14 %, что в 2–6 раз превосходит по точности используемые титриметрические методики анализа. Еще одним преимуществом предложенной методики является отсутствие необходимости применения реагентов, требующих специализированного учета (прекурсоров). Сопоставление полученных результатов с результатами измерений массовой доли кофеина методом ВЭЖХ подтвердили коммутативность метода кулонометрического титрования с методом ВЭЖХ, что позволяет его применить для разработки СО состава кофеина.

Теоретическая значимость исследования состоит в доказательстве теоретических аспектов возможности применения метода кулонометрического йодометрического титрования для высокоточного количественного определения чистых органических соединений пуринового ряда.

Практическая значимость полученных результатов заключается в возможности применения разработанной методики количественного определения кофеина в кофеине первичным методом кулонометрического титрования с применением ГЭТ 176 для разработки стандартного образца состава кофеина и обеспечении на его основе метрологической прослеживаемости результатов измерений методом ВЭЖХ к государственным первичным эталонам, воспроизводящим единицу величины «массовая доля компонентов», и единицам Международной системы единиц SI.

Благодарности: Исследование проведено при финансовой поддержке УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». Авторы выражают благодарность и глубокую признательность коллективу лаборатории метрологии влагометрии и стандартных образцов УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» за выполнение измерений массовой доли кофеина методом ВЭЖХ на ГВЭТ 208-1.

Acknowledgements: The study was funded by UNIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology. The authors express their gratitude and deep appreciation to staff from the Laboratory of Moisture

Measurement and Reference Materials of UNIIM for measuring caffeine mass fraction via HPLC by means of GVET 208–1.

Вклад соавторов: Шимолин А. Ю. – разработка методологии, программирование алгоритмов оценки неопределенности и определения результатов измерений, проведение исследовательских работ, валидация, обработка данных, написание статьи, руководство научно-исследовательской работой.

Author Contributions: Shimolin A. Yu. – methodology development, programming of algorithms for estimating uncertainty and determining measurement results, research work, validation, data processing, drafting of the manuscript, research management.

Конфликт интересов: Автор заявляет 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 author 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. Richter W. Primary methods of measurement in chemical analysis // Accreditation and Quality Assurance. 1997. Vol. 2. P. 354–359. <https://doi.org/10.1007/s007690050165>
2. Турусова Е., Насакин О. Е. Применение фотогенерированного йода для количественного определения кофеина в лекарственных средствах // Биофармацевтический журнал. 2022. Т. 14, № 4. <https://doi.org/10.30906/2073-8099-2022-14-4-33-38>
3. Воронцова О. С. Сравнительный анализ методов определения кофеина в кофе, растворимых кофейных и энергетических напитках // Здоровье и окружающая среда. 2015. Т. 25, № 2. С. 193–196.
4. Сравнительный анализ методов определения кофеина в кофе / С. И. Соловьева [и др.] // Контроль качества продукции. 2021. URL: <https://ria-stk.ru/mos/adetail.php?ID=8214> (дата обращения: 10.01.2023).
5. Мясников А. Г. Определение содержания кофеина в чае и кофе классическими аналитическими методами // Пищевая и перерабатывающая промышленность // Реферативный журнал. 2003. № 1. С. 304.
6. Евлашенко И. В., Аскалупова О. И., Алешина И. Г. Определение содержания кофеина в чае и кофе классическими аналитическими методами // Известия вузов. Пищевая технология. 2000. № 2–3. С. 88–90.
7. Liandi Ma. Determination of the purity of potassium iodate by constant-current coulometry // Accreditation and Quality Assurance. 2002. Vol. 7, № 4. P. 163–167. <https://doi.org/10.1007/s00769-002-0441-7>
8. Toshiaki A., Mariko M., Tatsuhiko T. Precise coulometric titration of sodium thiosulfate and development of potassium iodate as a redox standard // Talanta. 2007. Vol. 73, № 2. P. 346–351. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2007.03.052>
9. Shimolin A. J., Sobina A. V., Zyskin V. M. Potassium iodate purity determination by high precision coulometric titration: New measurement procedure implementation // New measurement procedure implementation: Collection of works 2nd International Ural Conference on Measurements (UralCon), Chelyabinsk, 16–19 October 2017. Chelyabinsk: IEEE. 2017. P. 311–315. <https://doi.org/10.1109/URALCON.2017.8120729>
10. Государственный первичный эталон на основе кулонометрии ГЭТ 176–2013: роль в метрологическом обеспечении аналитических измерений и перспективы развития / А. В. Собина [и др.] // 175 лет ВНИИМ им. Д. И. Менделеева и Национальной системе обеспечения единства измерений: тезисы доклада международной научно-практической конференции, Санкт-Петербург, 14–15 июня 2017 г. С. Петербург: ФГУП ВНИИМ им. Д. И. Менделеева, 2017. С. 92–93.
11. Report of the CCQM-K152. Assay of potassium iodate / A. Sobina [et al.] // Metrologia. 2020. Vol. 58, № 1A. P. 08005. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/58/1A/08005>
12. Key Comparison Data Base. Calibration and Measurement Capabilities / BIPM [website]. URL: <https://www.bipm.org/kcdb/cmcc/quicksearch?includedFilters=&excludedFilters=&page=0&keywords=iodate+uniim> (дата обращения: 04.08.2022).
13. Atomic weights of the elements 2019 // IUPAC Commission on Isotopic Abundances and Atomic Weights. 2021. URL: <https://www.qmul.ac.uk/sbcs/iupac/AtWt> (дата обращения: 04.08.2022).
14. Шимолин А. Ю., Собина А. В. Разработка стандартного образца состава йодата калия // За нами будущее: тезисы доклада I Всероссийской научно-практической конференции молодых ученых и специалистов к 180-летию Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д. И. Менделеева. СПб: Издательский дом «ПремиумПресс», 2022. С. 248–251.

15. Разработка государственного вторичного эталона и стандартных образцов состава на основе жидкостной и газовой хроматографии / О. С. Шохина [и др.] // Стандартные образцы. 2017. Т. 13. № 1. С. 9–26. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2017-13-1-9-26>
16. Перельман В. И. Краткий справочник химика. 6-е изд. М.: Госхимиздат, 1963. 620 с.
17. Asakai T., Hioki A. Reliability in standardization of sodium thiosulfate with potassium dichromate // *Microchemical Journal*. 2015. Vol. 123. P. 9–14. <https://doi.org/10.1016/j.microc.2015.05.012>

REFERENCE

1. W. Richter. Primary methods of measurement in chemical analysis. *Accreditation and Quality Assurance*. 1997;2:354–359. <https://doi.org/10.1007/s007690050165>
2. Turusova E. V., Nasakin O. E. The application of photo-generated iodine for quantitative determination of caffeine in medicines. *Russian Journal of Biopharmaceuticals*. 2022;14(4). <https://doi.org/10.30906/2073-8099-2022-14-4-33-38>
3. Vorontsova O. S. Comparative analysis of methods for caffeine determination in coffee, soluble coffee and energy drinks. *Zdorove i okruzhajushhaja sreda*. 2015;25(2):193–196. (In Russ.).
4. Solov'eva S. I., Serazhutdinova L. D., Malyh M. A., Dolgunina L. V., Vasil'eva E. V. Comparative analysis of methods for determining caffeine in coffee. *Kontrol' kachestva produkcii*. Available via Standards and quality. <https://ria-stk.ru/mos/adetail.php?ID=8214>. [Accessed: 8 August 2022]. (In Russ.).
5. Mjakinkov A. G. Determination of the caffeine content in tea and coffee by classical analytical methods. *Pishhevaja i pererabatyvajushhaja promyshlennost'. Referativnyj zhurnal* 2003;1:304. (In Russ.).
6. Evlashenkova I. V., Askalepova O. I., Aleshina I. G. Determination of caffeine content in tea and coffee by classical analytical methods. *Izvesti vuzov. Pishhevaja tehnologija*. 2000;2(3):88–90. (In Russ.).
7. Liandi Ma. Determination of the purity of potassium iodate by constant-current coulometry. *Accreditation and Quality Assurance*. 2002;7(4):163–167. <https://doi.org/10.1007/s00769-002-0441-7>
8. Toshiaki A., Mariko M., Tatsuhiko T. Precise coulometric titration of sodium thiosulfate and development of potassium iodate as a redox standard. *Talanta*. 2007;73(2):346–351. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2007.03.052>
9. Shimolin A. J., Sobina A. V., Zyskin V. M. Potassium iodate purity determination by high precision coulometric titration: New measurement procedure implementation. In: *New measurement procedure implementation: Collection of works 2nd International Ural Conference on Measurements (UralCon)*, Chelyabinsk, 16–19 October 2017. IEEE; 2017;311–315. <https://doi.org/10.1109/URALCON.2017.8120729>
10. Sobina A. V., Terentiev G. I., Zyskin V. M., Shimolin A. Yu. State primary standard based on coulometry GET 176–2013: role in the metrological support of analytical measurements and development prospects. In: *175 years of VNIIM im. D. I. Mendeleev and the National System for Ensuring the Uniformity of Measurements. International scientific and practical conference*, St. Petersburg, 14–15 June 2017, abstracts, p. 92–93.
11. Sobina A., Shimolin A., Sobina E., Tabatchikova T., Ortiz-Aparicio J. L., Lara-Manzano J. V. et al. Report of the CCQM-K152. Assay of potassium iodate. *Metrologia*. 2020;58(1A):08005. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/58/1A/08005>
12. Key Comparison Data Base. Calibration and Measurement Capabilities. Available via KCDB. <https://www.bipm.org/kcdb/cmc/quicksearch?includedFilters=&excludedFilters=&page=0&keywords=iodate+uniim>. [Accessed: 8 August 2022]. (In Russ.).
13. Atomic weights of the elements 2019. Available via Queen Mary University of London. <https://www.qmul.ac.uk/sbcs/iupac/AtWt>. [Accessed: 8 August 2022]. (In Russ.).
14. Shimolin A., Sobina A. Development of a reference material for the composition of potassium iodate. In: *We are the future. In: All-Russian scientific and practical conference of young scientists and specialists dedicated to the 180th anniversary of the All-Russian Research Institute of Metrology named after V. I. D. I. Mendeleev*, collection of theses of reports, Publ. Premium Press, St. Petersburg; 2022. P. 248–251. (In Russ.).
15. Shokhina O. S., Medvedevskikh M. Yu., Krasheninina M. P., Makarova S. G., Krylov A. I., Tkachenko I. Yu. et al. Development of the state secondary measurement standard and certified reference materials for composition on the basis of liquid and gas chromatography. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2017;13(1):9–26. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2017-13-1-9-26> (In Russ.).
16. Perel'man V. I. Brief reference book of the chemist. 6th ed. Goskhimizdat, Moscow, 1963. 620 p. (In Russ.).
17. Asakai T., Hioki A. Reliability in standardization of sodium thiosulfate with potassium dichromate. *Microchemical Journal*. 2015;123:9–14. <https://doi.org/10.1016/j.microc.2015.05.012>

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

Государственный вторичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе газовой и жидкостной хроматографии ГВЭТ 208-1-2016 / институт-хранитель УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/11/items/399340> (дата обращения: 04.08.2022).

ГСО 11713–2021 Стандартный образец состава йодата калия (KIO₃ СО УНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1391862> (дата обращения: 04.08.2022).

ГОСТ 29148–97 Кофе натуральный растворимый. Технические условия = Natural instant coffee. Specifications. Минск: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации, 2010. 16 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. М.: Стандартинформ, 2018. 105 с.

ГФ 14 ФС.2.1.0116.18 Государственная фармакопея Российской Федерации XIV издание // Федеральная электронная медицинская библиотека : официальный сайт. 2011. URL: <https://femb.ru/record/pharmacopea14> (дата обращения: 04.08.2022).

ГЭТ 176–2019 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии / институт-хранитель УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/1382712> (дата обращения: 04.08.2022).

О внесении изменений в некоторые акты Правительства Российской Федерации в связи с совершенствованием контроля за оборотом наркотических средств, прекурсоров наркотических средств и психотропных веществ: постановление Правительства Российской Федерации от 02 июля 2015 № 665 // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. URL: <http://publication.pravo.gov.ru/Document/View/0001201507100016?index=1&rangeSize=1> (дата обращения: 04.08.2022).

Об обеспечении единства измерений: Федеральный закон Российской Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ: принят Государственной Думой 11 июня 2008 г.: одобрен Советом Федерации Федерального Собрания Российской Федерации 18 июня 2008 г. (в редакции от 11 июня 2021 г. № 170-ФЗ) // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. URL: <http://pravo.gov.ru/proxy/ips/?docbody=&firstDoc=1&lastDoc=1&nd=102122832> (дата обращения: 04.08.2022).

Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке: приказ Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 31 июля 2020 № 2510 // Официальный интернет-портал правовой информации. Дата опубликования: 23.11.2020. Номер опубликования: 0001202011230010. URL: <http://publication.pravo.gov.ru/Document/View/0001202011230010> (дата обращения: 04.08.2022).

Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт.
URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology> (дата обращения: 04.08.2022).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Шимолин Александр Юрьевич – старший научный сотрудник лаборатории физических и химических методов метрологической аттестации стандартных образцов УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
620075, Россия, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: alex-shimolin@uniim.ru
<https://orcid.org/0000-0001-7288-8254>
Researcher ID: Q-5745–2017

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Alexandr Yu. Shimolin – Senior Engineer of the Laboratory of Physical and Chemical Methods for Metrological Certification of Reference Materials, UNIIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology
4 Krasnoarmeyskaya str., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: alex-shimolin@uniim.ru
<https://orcid.org/0000-0001-7288-8254>
Researcher ID: Q-5745–2017

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Научная статья

УДК 006.9:543.551:53.089.68

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-129-141>



Определение висмута методом прямой кулонометрии с контролируемым потенциалом: разработка высокоточной методики с применением ГЭТ 176

В. М. Зыскин, А. В. Собина 

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

✉ zysskinvm@uniim.ru

Аннотация: В статье представлены результаты исследований по разработке методики воспроизведения единиц массовой доли висмута в металлическом висмуте и массовой концентрации висмута (III) в растворах висмута азотнокислого методом кулонометрии с контролируемым потенциалом на Государственном первичном эталоне единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019.

Результаты работ могут быть использованы для производства стандартного образца состава висмута высокой чистоты и стандартного образца состава растворов ионов висмута (III) с прямой прослеживаемостью к ГЭТ 176-2019 для фармакопеи, металлургической и атомной промышленности.

Ключевые слова: Государственный первичный эталон, ГЭТ 176, стандартный образец, кулонометрия с контролируемым потенциалом, массовая доля, висмут, прослеживаемость, стандартная неопределенность, массовая концентрация висмута

Ссылка при цитировании: Зыскин В. М., Собина А. В. Определение висмута методом прямой кулонометрии с контролируемым потенциалом: разработка высокоточной методики с применением ГЭТ 176 // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 4. С. 129–141. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-129-141>

Статья поступила в редакцию 29.12.2022; одобрена после рецензирования 28.02.2023; принята к публикации 25.05.2023.

MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

Research Article

Bismuth Determination by Controlled-Potential Coulometry: Developing a Highly Accurate Procedure based on GET 176

Veniamin M. Zyskin, Alena V. Sobina 

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

✉ zyskinvm@uniim.ru

Abstract: In this work, we develop a procedure for reproducing the units of bismuth mass fraction in metallic bismuth and those of bismuth (III) mass concentration in bismuth nitrate solutions by controlled-potential coulometry based on the GET 176-2019 State primary standard of mass (molar, atomic) fraction units and mass (molar) concentration of components in liquid and solid substances and materials based on coulometry. The results obtained can be used when manufacturing certified reference materials (CRMs) for the composition of high-purity bismuth and CRMs for the composition of solutions of bismuth (III) ions directly traceable to GET 176-2019. These CRMs may find application in pharmacological, metallurgical, and nuclear industries.

Keywords: State primary standard, GET 176, certified reference material, CRM, controlled-potential coulometry, mass fraction, bismuth, traceability, standard uncertainty, bismuth mass concentration

For citation: Zyskin V. M., Sobina A. B. Bismuth determination by controlled-potential coulometry: developing a highly accurate procedure based on GET 176. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(4):129–141. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-129-141>

The article was submitted 29.12.2022; approved after reviewing 28.02.2023; accepted for publication 25.05.2023.

Введение

Висмут и его соединения находят широкое применение в металлургической, химической и атомной промышленности, ядерной физике, в медицине и фармакопее [1–3]. Сплавы висмута с кадмием, свинцом, цинком позволяют получить вещества с температурой плавления ниже 100 °С [4–5]. Соединения висмута применяются для получения магнитоэлектрических, высокотемпературных сегнетоэлектрических, термоэлектрических, сверхпроводящих материалов [6–8]. Сплавы висмута с марганцем, хромом, индием или европием используются для производства высококачественных мощных и долговечных постоянных магнитов [9–10]. Соединения с галлием, йодом, германием востребованы как детекторы ионизирующего излучения в приборах для компьютерной томографии, ядерной физики, геологии [11–12]. В медицине соединения висмута входят в состав препаратов, применяющихся для лечения желудочно-кишечного тракта, онкологических заболеваний; антисептиков, ранозаживляющих средств; контрастного вещества для

рентгеноскопии [13–16]. Препараты, содержащие органические соединения висмута, относятся к числу немногих средств, эффективных против бактерии *Helicobacter pylori*, вызывающей язвенную болезнь желудка и двенадцатиперстной кишки [17–19].

Определение массовой доли висмута в сплавах, концентратах и химических соединениях проводят, как правило, фотометрическим методом с использованием тиомочевины по ГОСТ 28407.1–89 (при содержаниях висмута до 1 %), либо комплексонометрическим методом с применением трилона Б различных концентраций в присутствии ксиленолового оранжевого в качестве индикатора (при содержаниях висмута от 1 % до 90 %). В обоих случаях для обеспечения метрологической прослеживаемости результатов измерений необходимо наличие стандартных образцов (СО) состава висмута металлического либо СО состава раствора ионов висмута (III).

Однако, несмотря на столь широкое применение висмута, согласно сведениям из ФИФ ОЕИ по состоянию на 1 января 2023 г., в реестре практически отсутствуют

СО состава металлического висмута, аттестованные по массовой доле основного компонента. Например, у СО состава висмута марок Ви 00 – Ви 2 и СО состава висмутового концентрата истек срок годности, а СО с метрологической прослеживаемостью представлены двумя СО растворов ионов висмута (III) с аттестованным значением массовой концентрации 1 мг/см³ и с границами допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (при $P=0,95$).

Учитывая тот факт, что в медицинских препаратах содержание висмута в пересчете на сухое вещество может составлять 51 % (субгаллат висмута) и 72 % (субнитрат висмута), а в оксиде висмута – 90 %, разработка СО состава висмута высокой чистоты и его соединений, аттестованных по массовой доле основного компонента и обладающих метрологической прослеживаемостью, представляется актуальной задачей.

Целью настоящего исследования являлась разработка методики воспроизведения единиц массовой доли висмута в металлическом висмуте и массовой концентрации висмута (III) в растворах висмута азотнокислого методом кулонометрии с контролируемым потенциалом (ККП) на эталонной установке (потенциостат-интегратор кулонометрический П-100) в составе Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019.

В задачи исследования входило:

– изучение электрохимической реакции окисления-восстановления системы Bi^{3+}/Bi^0 посредством снятия вольтамперных кривых катодной и анодной

поляризации платинового электрода в растворах висмута нитрата на фоне азотной и хлороводородной кислот;

– выбор оптимальных условий проведения реакции со 100 % выходом по току;

– составление бюджета неопределенности и исследование вклада неопределенностей, оцениваемых по типу А и типу В, при проведении анализа висмута методом кулонометрии с контролируемым потенциалом.

Материалы и методы

Материалы

Для приготовления растворов висмута азотнокислого использовали висмут металлический квалификации х. ч. и нитрат висмута (III) пятиводный квалификации ч. д. а. Показатели качества висмута металлического и висмута нитрата приведены в табл. 1 и 2 соответственно.

Методы

Растворы висмута (III) были приготовлены гравиметрическим способом, путем растворения навески металлического висмута либо висмута (III) нитрата в азотной кислоте особой чистоты по ГОСТ 11125–84, дополнительно очищенной перегонкой на вакуумной установке для низкипящей перегонки кислот. Содержание примесных элементов в азотной кислоте измеряли методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ICP-MS). Растворы с концентрацией 10 г/дм³ были приготовлены из навесок, растворы с концентрацией 4 г/дм³ и 1 г/дм³ – кратным разбавлением деионизированной водой с добавлением азотной кислоты. Концентрация HNO₃ во всех приготовленных растворах составляла 0,25 М.

Таблица 1. Состав висмута металлического квалификации х. ч.

Table 1. Composition of metallic bismuth, chemically pure

№ п/п	Наименование показателя	Результат анализа
1	Массовая доля висмута, (Bi), %, не менее	99,95
2	Массовая доля свинца, (Pb), %, не более	0,01
3	Массовая доля цинка, (Zn), %, не более	0,0005
4	Массовая доля железа, (Fe), %, не более	0,001
5	Массовая доля сурьмы, (Sb), %, не более	0,00005
6	Массовая доля меди, (Cu), %, не более	0,0001
7	Массовая доля серебра, (Ag), %, не более	0,00002
8	Массовая доля мышьяка, (As), %, не более	0,0001
9	Массовая доля кадмия, (Cd), %, не более	0,00005

Таблица 2. Состав висмута нитрата квалификации ч. д. а.
Table 2. Composition of bismuth nitrate, analytical reagent grade

№ п/п	Наименование показателя	Результат анализа
1	Массовая доля $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, %, не менее	99,5
2	Массовая доля н. р. в азотной кислоте веществ, %, не более	0,002
3	Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,005
4	Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001
5	Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,001
6	Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,0005
7	Массовая доля свинца (Pb), %, не более	0,005
8	Массовая доля магния (Mg), %, не более	0,0005
9	Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,0005

Измерения массовой доли основного компонента (МДОК) в металлическом висмуте и массовой концентрации висмута в растворах его солей проводили на эталонной установке в составе ГЭТ 176-2019, реализующей метод ККП, схема и метрологические характеристики которой описаны ранее [20].

В основе метода лежат реакции электрохимического восстановления ионов Bi^{3+} до Bi^0 на платиновой сетке при потенциале -150 мВ и электрохимического окисления Bi^0 до Bi^{3+} при потенциале $+200$ мВ в кислой среде:

$\text{Bi}^{3+} + 3e \rightarrow \text{Bi}^0$ (восстановление и выделение металла на платиновой сетке);

$\text{Bi}^0 - 3e \rightarrow \text{Bi}^{3+}$ (электрорастворение металла с электрода).

Электрохимическая реакция является обратимой, формальный потенциал системы $\text{Bi}^{3+}/\text{Bi}^0$ составляет 0 мВ относительно хлорсеребряного электрода сравнения ЭСр-10107-3,5.

Для титрования применяли трехэлектродную электролитическую ячейку, состоящую из рабочей камеры вместимостью 50 см^3 и двух электролитических ключей, используемых для разделения катодного и анодного пространства. Генераторным и вспомогательным электродами служили платиновые сетки по ГОСТ 6563-75. Генераторный электрод погружали в рабочую камеру, вспомогательный электрод и хлорсеребряный электрод сравнения – в электролитические ключи. Внешний вид электролитической ячейки и общий порядок проведения измерений приведены в [21].

Взвешивание навесок висмута для растворения, а также аликвот приготовленных растворов проводили с учетом поправок на выталкивающую силу воздуха

с использованием компаратора массы ССЕ-66 (Sartorius, Германия), класс точности I (специальный), дискретность отсчета $0,000001$ г. Измерение плотности полученных растворов висмута азотнокислого проводили с использованием анализатора плотности жидкостей DMA 4500M.

Массовую долю висмута A_m (%) в металлическом висмуте вычисляли по формуле

$$A_m = \frac{M_{\text{Bi}} \cdot (Q_i - Q_f) \cdot m}{n \cdot F \cdot K_c \cdot m_1 \cdot m_2} \cdot 100\% = \frac{M_{\text{Bi}} \cdot \alpha \cdot (N_i - N_f) \cdot m}{n \cdot F \cdot K_c \cdot m_1 \cdot m_2} \cdot 100\%, \quad (1)$$

массовую концентрацию $C_{\text{масс.}}$ (г/дм³) в растворах висмута (III) вычисляли по формуле

$$C_{\text{масс.}} = \frac{M_{\text{Bi}} \cdot (Q_i - Q_f) \cdot \rho}{n \cdot F \cdot K_c \cdot m} = \frac{M_{\text{Bi}} \cdot \alpha \cdot (N_i - N_f) \cdot \rho}{n \cdot F \cdot K_c \cdot m}, \quad (2)$$

где M_{Bi} – молярная масса висмута, г/моль;

Q_i – количество электричества, израсходованное в ходе реакции окисления (восстановления) висмута, Кл;

Q_f – количество электричества, израсходованное в ходе реакции окисления (восстановления) фона, Кл;

N_i – число импульсов, фиксируемое счетчиком импульсов интегратора за время окисления (восстановления) i пробы, имп;

N_f – число импульсов, фиксируемое счетчиком импульсов интегратора за время окисления (восстановления) фона, имп;

$\dot{\alpha}$ – градуировочный коэффициент, определяющий количество электричества, соответствующее 1 импульсу на выходе ПНЧ, Кл/имп;

m – масса раствора пробы висмута с учетом поправки на выталкивающую силу воздуха, г;

m_1 – масса навески висмута с учетом поправки на выталкивающую силу воздуха, г;

m_2 – масса раствора пробы, помещенная в ячейку с учетом поправки на выталкивающую силу воздуха, г;

ρ – плотность раствора пробы, г/дм³;

n – количество электронов, участвующих в электродной реакции;

F – постоянная Фарадея, (96485,33212 Кл/моль) [22];

K_c – коэффициент завершенности электрохимической реакции [23].

На первом этапе работы для выбора оптимальных условий проведения анализа были изучены вольтамперные кривые катодной и анодной поляризации платинового электрода в растворе висмута нитрата с концентрацией 4 г/дм³ на фоне 0,25 М азотной и хлороводородной кислот в интервале (–250÷500) мВ относительно хлорсеребряного электрода сравнения ЭСр 10107-3.5.

Для регистрации и расчетов вольтамперных кривых использовалось ПО в составе потенциостата-интегратора кулонометрического П-100. Концентрация кислот 0,25 М была выбрана для того, чтобы избежать гидролиза раствора висмута азотнокислого и одновременно сдвинуть реакцию выделения водорода из растворов в область более отрицательных потенциалов [24]. В процессе исследования электрохимической реакции восстановления висмута $Bi^{3+} + 3e^- \rightarrow Bi^0$ было выяснено, что на фоне HCl восстановление висмута протекает одновременно с выделением водорода в растворе кислоты. На фоне 0,25 М азотной кислоты процесс восстановления Bi^{3+} начинается при потенциале –30 мВ, максимум диффузионного тока достигается при потенциалах от –80 до –100 мВ. Потенциал начала выделения водорода за счет высокого перенапряжения смещается в отрицательную область до –250 мВ, что позволяет получить плотный осадок, полностью покрывающий сетку.

В выбранных условиях были сняты кривые катодной и анодной поляризации Pt-электрода в растворах, содержащих различные количества Bi^{3+} (рис. 1).

На рис. 1 видно, что в среде 0,25 М азотной кислоты процесс восстановления Bi^{3+} в интервале до –200 мВ протекает без выделения водорода и может быть использован для определения висмута. Однако

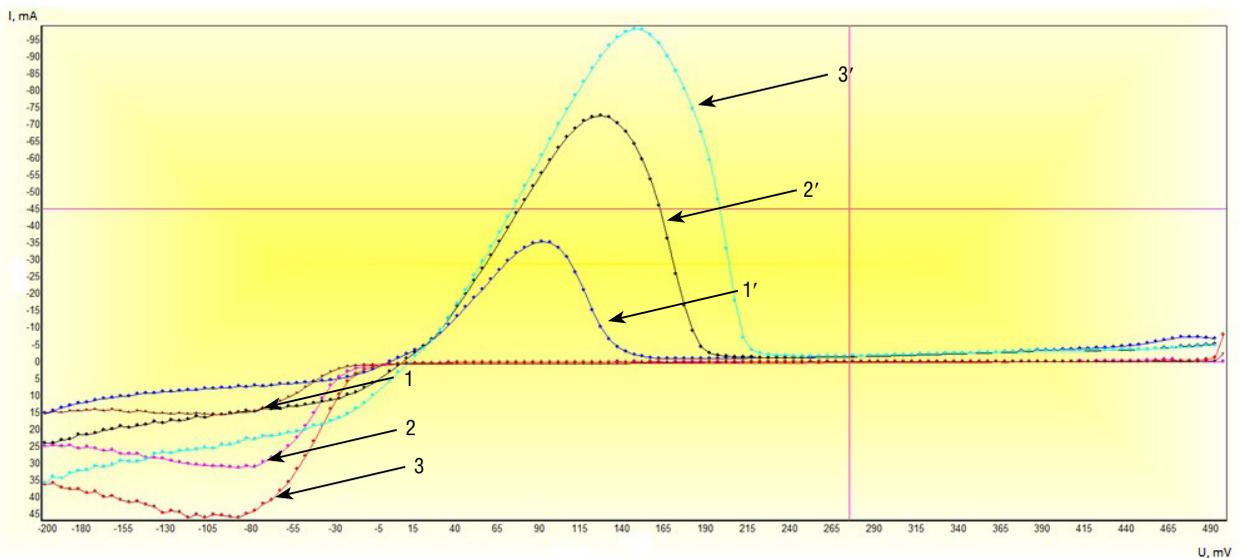


Рис. 1. Катодные и анодные кривые для Pt-электрода в растворе $Bi(NO_3)_3$:
1–1' – 2 мг Bi^{3+} на фоне 0,25М раствора HNO_3 , скорость развертки 5 мВ/с;
2–2' – 4 мг Bi^{3+} на фоне 0,25М раствора HNO_3 , скорость развертки 5 мВ/с;
3–3' – 6 мг Bi^{3+} на фоне 0,25М раствора HNO_3 , скорость развертки 5 мВ/с

Fig. 1. Cathodic and anodic curves for the Pt-electrode in $Bi(NO_3)_3$ solution:
1–1' – 2 mg of Bi^{3+} in the presence of 0.25M HNO_3 solution, scan frequency 5 mV/s;
2–2' – 4 mg of Bi^{3+} in the presence of 0.25M HNO_3 solution, scan frequency 5 mV/s;
3–3' – 6 mg of Bi^{3+} in the presence of 0.25M HNO_3 solution, scan frequency 5 mV/s

анализ анодных кривых 1'–3' показывает, что для этой цели предпочтительнее использовать реакцию окисления металлического висмута, выделившегося на электроде. Процесс растворения Bi^0 с электрода происходит гораздо быстрее, чем восстановление Bi^{3+} из раствора, предельный диффузионный ток окисления, возникающий в процессе растворения Bi^0 , приблизительно в два раза больше катодного тока восстановления на каждой кривой поляризации за счет более высокой концентрации висмута на электроде, что повышает чувствительность анализа по кривым анодного окисления. Кроме того, на кривых окисления (1'–3') четко прослеживается пропорциональный рост предельного диффузионного тока при

увеличении концентрации Bi^{3+} в растворе (1' – 35 мА, 2' – 70 мА, 3' – 100 мА).

Результаты и обсуждение

Массовые концентрации приготовленных растворов были рассчитаны по процедуре приготовления, а затем измерены на эталонной установке, реализующей метод ККП в составе Государственного первичного эталона ГЭТ 176-2019.

Результаты измерений массовой доли висмута и концентраций приготовленных растворов приведены в табл. 3.

Факторы, влияющие на точность воспроизведения единицы массовой концентрации висмута в растворах

Таблица 3. Результаты измерений массовой доли висмута в висмуте металлическом и массовой концентрации висмута в растворах ионов висмута (III) с номинальной концентрацией 10 г/дм³ и 1 г/дм³, полученные на Государственном первичном эталоне ГЭТ 176-2019 методом кулонометрии с контролируемым потенциалом

Table 3. Measurement results of the mass fraction of bismuth in metallic bismuth and the mass concentration of bismuth in bismuth (III) solutions with a nominal concentration of 10 g/dm³ and 1 g/dm³, obtained using the controlled-potential coulometry installation as part of the GET 176-2019 State primary standard

Номер пробы	Висмут металличе- ский, $A = 99,95\%$	Раствор ионов висмута (III), $C_{\text{расч.}} = 10,002 \text{ г/дм}^3$	Раствор ионов висмута (III), $C_{\text{расч.}} = 1,0062 \text{ г/дм}^3$
	Массовая доля висмута, $A, \%$	Массовая концентрация висмута, $C, \text{ г/дм}^3$	
1	99,970	9,9907	1,0098
2	99,961	9,9963	1,0105
3	99,953	10,0088	1,0056
4	99,949	9,9944	1,0105
5	99,965	10,0036	1,0027
6	99,947	9,9880	1,0076
7	99,943	10,0072	1,0085
Среднее значение, $\bar{A}, \%$	99,955	-	-
Среднее значение, $\bar{C}, \text{ г/дм}^3$	-	9,9984	1,0079
Относительная стандартная неопределенность типа $A, \%$	0,0038	0,031	0,108
Относительная стандартная неопределенность типа $B, \%$	0,0063	0,006	0,006
Относительная суммарная стандартная неопределенность, $\%$	0,0073	0,032	0,108
Относительная расширенная неопределенность ($k = 2$), $\%$	0,015	0,06	0,22

нитрата висмута (III) с применением Государственного первичного эталона, показаны на рис. 2 в виде диаграммы «причина – следствие».

Относительную стандартную неопределенность типа А воспроизведения единиц массовой концентрации компонента оценивали как относительное среднее квадратическое отклонение результата измерений по семи независимым измерениям. Относительную стандартную неопределенность типа В оценивали как композицию составляющих неопределенности, обусловленных взвешиванием пробы, измерением количества электричества, затраченного в процессе электролиза, определением коэффициента завершенности электрохимической реакции, молекулярной массы, константы Фарадея, плотности растворов и другими факторами (рис. 2) по алгоритмам, изложенным в ГОСТ Р 54500.3–2011.

Бюджеты неопределенности воспроизведения единиц массовой концентрации висмута в растворах с массовой концентрацией $10,0 \text{ г/дм}^3$ и $1,0 \text{ г/дм}^3$ приведены в таблицах 4, 5 соответственно.

Заключение

Проведенные исследования показали, что разработанная методика с использованием потенциостата-

интегратора П-100 в составе ГЭТ 176-2019 обеспечивает воспроизведение единицы массовой доли висмута в висмуте металлическом с относительной расширенной неопределенностью $0,015 \%$, массовой концентрации висмута в растворах висмута (III) в диапазоне от $1,0$ до $10,0 \text{ г/дм}^3$ с относительной расширенной неопределенностью $(0,06–0,22) \%$. По результатам исследований была разработана и утверждена методика воспроизведения единицы массовой доли висмута в металлическом висмуте и массовой (молярной) концентрации висмута в растворах его солей методом кулонометрии с контролируемым потенциалом.

Результаты, полученные в ходе выполнения исследования, позволяют провести разработку и утверждение типа С0 состава висмута металлического с относительной расширенной неопределенностью с учетом неоднородности на уровне $(0,015–0,03) \%$ и состава растворов ионов висмута (III) в диапазоне от $1,00$ до $10,00 \text{ г/дм}^3$ с относительной расширенной неопределенностью на уровне $(0,2–0,4) \%$, обладающих прямой метрологической прослеживаемостью аттестованных значений С0 к первичному эталону ГЭТ 176-2019.

Теоретическая значимость полученных результатов заключается в разработке методологических подходов



Рис. 2. Источники неопределенности воспроизведения единицы массовой концентрации висмута в растворах нитрата висмута (III) [20]

Fig. 2. Uncertainty sources in reproducing the unit of bismuth mass concentration in bismuth (III) nitrate solutions [20]

Таблица 4. Бюджет неопределенности воспроизведения единицы массовой концентрации висмута (10 г/дм³) в растворе нитрата висмута (III)

 Table 4. Uncertainty budgets for the reproduction of the units of bismuth mass concentration (10.0 g/dm³) in a bismuth (III) nitrate solution

Входные величины:

- | | |
|----------------------------------|----------|
| 1. Градуировочный коэффициент | α |
| 2. Число импульсов на выходе ПНЧ | N |
| 3. Молярная масса компонента | M |
| 4. Плотность раствора | ρ |
| 5. Постоянная Фарадея | F |
| 6. Коэффициент завершенности | K_c |
| 7. Масса раствора в ячейке | m |

Тип	Входная величина	Оценка		Неопределенность		Распределение вероятности	Коэффициент чувствительности		Вклад в ис		v_{eff}
		x_j	ед.	u_j	ед.		c_j	ед.	$c_j u_j$	ед.	
A	Повторяемость	9,9984	г/дм ³	0,0031	г/дм ³	N	1	1	3,1·10 ⁻³	г/дм ³	6
B	α	1,6·10 ⁻⁴	Кл/имп	3,9·10 ⁻⁹	Кл/имп	R	4,2·10 ⁴	(г/дм ³)/ (Кл/имп)	1,7·10 ⁻⁴	г/дм ³	∞
B	N_i	61159	имп	9,2·10 ⁻¹	имп	R	1,2·10 ⁻⁴	(г/дм ³)/ имп	1,1·10 ⁻⁴	г/дм ³	∞
B	N_f	2803	имп	4,2·10 ⁻²	имп	R	-1,2·10 ⁻⁴	(г/дм ³)/ имп	-4,9·10 ⁶	г/дм ³	∞
B	M	208,9804	г/ моль	5,0·10 ⁻⁵	г/ моль	R	3,2·10 ⁻²	моль/дм ³	1,6·10 ⁻⁶	г/дм ³	∞
B	ρ	1015,65	г/дм ³	1,6·10 ⁻²	г/дм ³	R	6,6·10 ⁻³	-	1,1·10 ⁻⁴	г/дм ³	∞
B	F	96485,33	Кл/ моль	0	Кл/ моль	R	-1,0·10 ⁻⁴	(г/дм ³)/ (Кл/моль)	0	г/дм ³	∞
B	K_c	1	-	2,0·10 ⁻⁶	-	R	-10,0	г/дм ³	-2,0·10 ⁻⁵	г/дм ³	∞
B	m	1,02112	г	6,3·10 ⁻⁶	г	R	-9,8	(дм ³) ⁻¹	-6,2·10 ⁻⁵	г/дм ³	∞
B	Примеси электролита	-	-	1,7·10 ⁻³	-	R	0,099984	-	1,7·10 ⁻⁴	г/дм ³	∞
B	Влияние O ₂	-	-	5,5·10 ⁻³	-	R	0,099984	-	5,5·10 ⁻⁴	г/дм ³	∞
B	Диффузия	-	-	1,5·10 ⁻³	-	R	0,099984	-	1,5·10 ⁻⁴	г/дм ³	∞
Относительная стандартная неопределенность типа A, u_{A0}									0,031	%	6
Относительная стандартная неопределенность типа B, u_{B0}									0,006	%	∞
Относительная суммарная стандартная неопределенность, u_{c0}									0,032	%	
Относительная расширенная неопределенность, U_0 ($k = 2, P = 0,95$)									0,06	%	

Таблица 5. Бюджет неопределенности воспроизведения единицы массовой концентрации висмута (1 г/дм³) в растворе нитрата висмута (III)Table 5. Uncertainty budgets for the reproduction of the units of bismuth mass concentration (1 g/dm³) in a bismuth (III) nitrate solution

Входные величины:

1. Градуировочный коэффициент $\acute{\alpha}$
2. Число импульсов на выходе ПНЧ N
3. Молярная масса компонента M
4. Плотность раствора ρ
5. Постоянная Фарадея F
6. Коэффициент завершенности K_c
7. Масса раствора в ячейке m

Тип	Входная величина	Оценка		Неопределенность		Распределение вероятности	Коэффициент чувствительности		Вклад в u_c		ν_{eff}
		x_j	ед.	u_j	ед.		c_j	ед.	$c_j u_j$	ед.	
A	Повторяемость	1,0079	г/дм ³	0,0011	г/дм ³	N	1	1	1,0·10 ⁻³	г/дм ³	6
B	$\acute{\alpha}$	1,6·10 ⁻⁴	Кл/имп	3,9·10 ⁻⁹	Кл/имп	R	4,0·10 ³	(г/дм ³)/ (Кл/имп)	1,5·10 ⁻⁵	г/дм ³	∞
B	N_i	31591	имп	4,7·10 ⁻¹	имп	R	2,2·10 ⁻⁵	(г/дм ³)/ имп	1,0·10 ⁻⁵	г/дм ³	∞
B	N_f	2803	имп	4,2·10 ⁻²	имп	R	-2,2·10 ⁻⁵	(г/дм ³)/ имп	-9,4·10 ⁻⁷	г/дм ³	∞
B	M	208,9804	г/ моль	5,0·10 ⁻⁵	г/ моль	R	3,0·10 ⁻³	моль/дм ³	1,5·10 ⁻⁷	г/дм ³	∞
B	ρ	1003,35	г/дм ³	1,6·10 ⁻²	г/дм ³	R	6,4·10 ⁻⁴	-	1,0·10 ⁻⁵	г/дм ³	∞
B	F	96485,33	Кл/ моль	0	Кл/ моль	R	-1,0·10 ⁻⁵	(г/дм ³)/ (Кл/моль)	0	г/дм ³	∞
B	K_s	1	-	2,0·10 ⁻⁶	-	R	-1,0	г/дм ³	-2,0·10 ⁻⁶	г/дм ³	∞
B	m	5,18965	г	6,3·10 ⁻⁶	г	R	-1,9·10 ⁻¹	(дм ³) ⁻¹	-1,2·10 ⁻⁶	г/дм ³	∞
B	Примеси электролита	-	-	1,7·10 ⁻³	-	R	0,010079	-	1,7·10 ⁻⁵	г/дм ³	∞
B	Влияние O ₂	-	-	5,5·10 ⁻³	-	R	0,010079	-	5,5·10 ⁻⁵	г/дм ³	∞
B	Диффузия	-	-	1,5·10 ⁻³	-	R	0,010079	-	1,5·10 ⁻⁵	г/дм ³	∞
Относительная стандартная неопределенность типа A, u_{A0}									0,108	%	6
Относительная стандартная неопределенность типа B, u_{B0}									0,006	%	∞
Относительная суммарная стандартная неопределенность, u_{c0}									0,108	%	
Относительная расширенная неопределенность, U_0 ($k = 2$, $P = 0,95$)									0,22	%	

к процедуре аттестации СО состава висмута металлического и СО состава растворов ионов висмута, позволяющих повысить точность проводимых измерений для фармакопей, металлургической и атомной промышленности.

Практическая значимость полученных результатов заключается в возможности обеспечения метрологической прослеживаемости результатов измерений при контроле выпуска всех фармацевтических препаратов на основе соединений висмута к первичному эталону ГЭТ 176-2019.

Благодарности: Исследование выполнено в рамках работ по теме «Разработка, совершенствование, содержание государственных первичных эталонов единиц величин, а также разработка и совершенствование государственных первичных референтных методик (методов) измерений». Все измерения проводились с использованием оборудования УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Acknowledgements: The research was performed within the framework of the research theme «Development, improvement, and maintenance of the state primary measurement standards, as well as development and improvement of the state primary reference measurement procedures (methods)». All measurements were performed using the facilities of UNIIIM, a branch of D. I. Mendeleev All-Russian Institute for Metrology.

Вклад соавторов: Зыскин В. М. – концепция исследования, разработка методики измерения, получение

экспериментальных данных, сбор литературных данных, подготовка первоначального варианта текста статьи; Собина А. В. – курирование, анализ экспериментальных данных, проверка и редакция текста статьи.

Author contribution: Zyskin V. M. – research concept, measurement technique development, experimental data collection, literature data review, preparation of the original text of the article; Sobina A. V. – supervision, experimental data analysis, revision and editing the text of the article.

Конфликт интересов: Автор заявляет 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 author 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. Юхин Ю. М., Михайлов Ю. И. Химия висмутовых соединений и материалов. Новосибирск: СО РАН, 2001. 360 с.
2. Польшваный И. Р., Абланов А. Д., Батырбекова С. А. Висмут. Алма-Ата: Наука, 1989. 316 с.
3. Висмутсодержащие материалы: строение и физико-химические свойства / В. М. Денисов [и др.]. Екатеринбург: УрО РАН, 2000. 527 с.
4. Gülsiren M. K., Kovan V., Tezel T. Three-dimensional printability of bismuth alloys with low melting temperatures // Journal of Manufacturing Processes. 2023. Vol. 92. P. 238–246. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2023.02.057>
5. The electrochemical properties of bismuth-antimony-tin alloy anodes for magnesium ion batteries / D. Gu [et al.] // Journal of Power Sources. 2022. Vol. 548. P. 232076. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2022.232076>
6. Analysis of conductivity and band-gap energy of bismuth ferrite nanoparticles as prospective photovoltaic material / T. B. Mohsin [et al.] // Materials Today: proceedings. 2023. Available online 8 February. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2023.01.330>
7. Influence of nanosized inclusions on the room temperature thermoelectrical properties of a p-type bismuth-tellurium-antimony alloy / G. Bernard-Granger [et al.] // Acta Materialia. 2012. Vol. 60, № 11. P. 4523–4530. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.05.007>
8. Innovative semitransparent photo-thermoelectric cells based on bismuth antimony telluride alloy / Kh. S. Karimov [et al.] // Journal of Alloys and Compounds. 2020. Vol. 816. P. 152–1593. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.152593>
9. Optimizing composition in MnBi permanent magnet alloys / B. A. Jensen [et al.] // Acta Materialia. 2019. Vol. 181. P. 595–602. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.1010>
10. Studies on preparation and properties of low temperature phase of MnBi prepared by electrodeposition / X. Qin [et al.] // Journal of Alloys and Compounds. 2019. Vol. 787. P. 1272–1279. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.02.109>
11. Bismuth oxide nanoparticles (Bi₂O₃ NPs) embedded into recycled-Poly(vinyl chloride) plastic sheets as a promising shielding material for gamma radiation / R. M. El-Sharkawy [et al.] // Radiation Physics and Chemistry. 2023. Vol. 208. P. 110838. <https://doi.org/10.1016/j.radphyschem.2023.110838>

12. Praveenkumar P., Venkatasubbu D. G., Thangadurai P. Nanocrystalline bismuth oxyiodides thick films for X-ray detector // *Materials Science in Semiconductor Processing*. 2019. Vol.104. P. 104686. <https://doi.org/10.1016/j.mssp.2019.104686>
13. Rameshkumar C., Gayathri R., Subalakshmi R. Synthesis and characterization of undoped bismuth ferrite oxide nanoparticles for the application of cancer treatment // *Materials Today: Proceedings*. 2021. Vol. 43, № 6. P. 3662–3665. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.09.840>
14. Medicinal bismuth: Bismuth-organic frameworks as pharmaceutically privileged compounds / S. A. Shetu [et al.] // *Tetrahedron*. 2022. Vol. 129. P. 133117. <https://doi.org/10.1016/j.tet.2022.133117>
15. Sun H., Sadler P. J. Bismuth Antiulcer Complexes // *Metallopharmaceuticals II. Topics in Biological Inorganic Chemistry*, vol 2. / M. J. Clarke, P. J. Sadler eds. Berlin, Heidelberg: Springer, 1999. P. 159–185. https://doi.org/10.1007/978-3-642-60061-6_5
16. Bismuth compounds in medicinal chemistry / J. A. R. Salvador [et al.] // *Future Medicinal Chemistry*. 2012. Vol. 4. P. 1495–1523. <https://doi.org/10.4155/fmc.12.95>
17. Synthesis of high-purity basic bismuth (III) succinate as a pharmaceutical substance / E. V. Timakova [et al.] // *Russian Journal of Applied Chemistry*. 2021. Vol. 94. P. 911–919. <https://doi.org/10.1134/S1070427221070077>
18. Bismuth (III) complexes derived from non-steroidal anti-inflammatory drugs and their activity against *Helicobacter pylori* / P. C. Andrews [et al.] // *Dalton Trans.* 2010. Vol. 39, № 11. P. 2861–2868. <https://doi.org/10.1039/c000164c>
19. Phospholipase activity of *Helicobacter pylori* and its inhibition by bismuth salts / A. Ottlecz [et al.] // *Digestive Diseases and Sciences*. 1993. Vol. 38, № 11. P. 2071–2080. <https://doi.org/10.1007/BF01297087>
20. Создание эталонной установки на основе кулонометрии с контролируемым потенциалом в рамках совершенствования Государственного первичного эталона ГЭТ 176 и ее измерительные возможности / В. М. Зыскин [и др.] // *Стандартные образцы*. 2016. № 2. С. 44–54. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2016-0-2-44-54>
21. Применение прецизионной кулонометрии при контролируемом потенциале для определения метрологических характеристик стандартных образцов состава веществ / В. М. Зыскин [и др.] // *Стандартные образцы*. 2012. № 1. С. 53–60.
22. Mohr P. J., Taylor B. N., Newell D. B. CODATA recommended 2018 values of the fundamental physical constants: 2014. Available via NIST. Accessed 4 august 2022. <http://physics.nist.gov/constants>.
23. Могилевский А. Н. Прецизионная кулонометрия при контролируемом потенциале. Инструментальные погрешности // *Журнал аналитической химии*. 2000. Т. 55, № 11. С. 1201–1205.
24. Речниц Г. А. Электроанализ при контролируемом потенциале. М.: Химия, 1967, 106 с.

REFERENCE

1. Juhin Ju. M., Mihajlov Ju. I. Novosibirsk: SO RAN; 2001. 360 p. (In Russ.).
2. Polyvjannyj I. R., Ablanov A. D., Bатыrbekova S. A. Bismuth. Alma-Ata: Nauka; 1989. 316 p. (In Russ.).
3. Denisov V. M., Belousov N. V., Moiseev G. K., Bahvalov S. G., Istomin S. A. Bismuth-containing materials: structure and physico-chemical properties. Yekaterinburg: UroRAN; 2000. 527 p. (In Russ.).
4. Gülsiren M. K., Kovan V., Tezel T. Three-dimensional printability of bismuth alloys with low melting temperatures. *Journal of Manufacturing Processes*. 2023;92:238–246. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2023.02.057>
5. Gu D., Yuan Yu., Liu J., Li D., Zhang W., Wu L. et al. The electrochemical properties of bismuth-antimony-tin alloy anodes for magnesium ion batteries. *Journal of Power Sources*. 2022;548:232076. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2022.232076>
6. Mohsin T. B., Abidul Islam S. M., Tonni T. T., Rhaman M. M. Analysis of conductivity and band-gap energy of bismuth ferrite nanoparticles as prospective photovoltaic material. *Materials Today: proceedings*. 2023. Available online 8 February. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2023.01.330>
7. Bernard-Granger G., Addad A., Navone Ch., Soulier M., Simon Ju., Szkutnik P. D. Influence of nanosized inclusions on the room temperature thermoelectrical properties of a p-type bismuth-tellurium-antimony alloy. *Acta Materialia*. 2012;60(11):4523–4530. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.05.007>
8. Karimov Kh. S., Fatima N., Qasuria T. A., Siddiqui K. J., Bashir M. M., Alharbi H. F. Innovative semitransparent photo-thermoelectric cells based on bismuth antimony telluride alloy. *Journal of Alloys and Compounds*. 2020;816:152–593. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.152593>
9. Jensen B. A., Tang W., Liu X., Nolte A. I., Ouyang G. et al. Optimizing composition in MnBi permanent magnet alloys. *Acta Materialia*. 2019;181:595–602. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.10.003>
10. Qin X., Sui C., Di L., Wang L., Xu X. Studies on preparation and properties of low temperature phase of MnBi prepared by electrodeposition. *Journal of Alloys and Compounds*. 2019;787:1272–1279. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.02.109>
11. El-Sharkawy R. M., Abdou F. S., Gizawy M. A., Allam E. A., Mahmoud M. E. Bismuth oxide nanoparticles (Bi2O3 NPs) embedded into recycled-Poly(vinyl chloride) plastic sheets as a promising shielding material for gamma radiation. *Radiation Physics and Chemistry*. 2023;208:110838. <https://doi.org/10.1016/j.radphyschem.2023.110838>
12. Praveenkumar P., Venkatasubbu D. G., Thangadurai P. Nanocrystalline bismuth oxyiodides thick films for X-ray detector. *Materials Science in Semiconductor Processing*. 2019;104:104686. <https://doi.org/10.1016/j.mssp.2019.104686>
13. Rameshkumar C., Gayathri R., Subalakshmi R. Synthesis and characterization of undoped bismuth ferrite oxide nanoparticles for the application of cancer treatment. *Materials Today: Proceedings*. 2021;43(6):3662–3665. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.09.840>

14. Shetu S. A., Sanchez-Palestino L. M., Rivera-Sanchez G., Bandyopadhyay D. Medicinal bismuth: Bismuth-organic frameworks as pharmaceutically privileged compounds. *Tetrahedron*. 2022;129:133117. <https://doi.org/10.1016/j.tet.2022.133117>
15. Sun H., Sadler P. J. Bismuth Antiulcer Complexes. In: Clarke M. J., Sadler P. J. (ed.) *Metallopharmaceuticals II. Topics in Biological Inorganic Chemistry*, vol. 2. Springer, Berlin, Heidelberg; 1999. P. 159–185. https://doi.org/10.1007/978-3-642-60061-6_5
16. Salvador J. A. R., Figueiredo S. A. C., Pinto R. M. A., Silvestre S. M. Bismuth compounds in medicinal chemistry. *Future Medicinal Chemistry*. 2012;4:1495–1523. <https://doi.org/10.4155/fmc.12.95>
17. Timakova E. V., Bun'kova E. I., Afonina L. et al. Synthesis of high-purity basic bismuth (III) succinate as a pharmaceutical substance. *Russian Journal of Applied Chemistry*. 2021;94:911–919. <https://doi.org/10.1134/S1070427221070077>
18. Andrews P. C., Ferrero R. L., Junk P. C., Kumar I., Luu Q., Nguyen K. Bismuth (III) complexes derived from non-steroidal anti-inflammatory drugs and their activity against *Helicobacter pylori*. *Dalton Trans.* 2010;39(11):2861–2868. <https://doi.org/10.1039/c000164c>
19. Ottlecz A., Romero J. J., Hazell S. L., Graham D. Y., Lichtenberger L. M. Phospholipase activity of *Helicobacter pylori* and its inhibition by bismuth salts. *Digestive Diseases and Sciences*. 1993; 38(11):2071–2080. <https://doi.org/10.1007/BF01297087>
20. Zyskin V. M., Shimolin A. I., Sobina A. V., Terentiev G. I. Bating a reference installation based on controlled-potential coulometry method in the frame of improving the state primary standard GET 176 and its measurement capabilities. *Reference Materials*. 2016;(2):44–54. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2016-0-2-44-54>. (In Russ.).
21. Zyskin V. M., Gusev V. N., Terentiev G. I., Mogilevskiy A. N. The use of precise coulometry with controlled potential for the determination of metrological characteristics of certified reference materials for composition of substances. *Reference Materials*. 2012;(1):53–60. (In Russ.).
22. Mohr P. J., Taylor B. N., Newell D. B. CODATA recommended 2018 values of the fundamental physical constants: 2014. Available via NIST. Accessed 4 august 2022. <http://physics.nist.gov/constants>
23. Mogilevskiy A. N. Precision coulometry at controlled potential. Instrumental errors. *Journal of Analytical Chemistry*. 2000;55(11):1201–1205. (In Russ.).
24. Rechin G. A. *Electroanalysis at controlled potential*. Moscow: Himija; 1967. 106 p. (In Russ.).

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений [сайт]. <https://fgis.gost.ru/fundmetrology> (дата обращения: 4 августа 2022 г.).

ГОСТ 28407.1–89 Государственный стандарт Союза ССР. Концентрат висмутный. Методы определения висмута = Bismuth concentrate. Methods for determination of bismuth. Gosudarstvennyy komitet SSSR po upravleniju kachestvom produkcii i standartam. М.: Изд-во стандартов, 1990. С. 13–18.

ГОСТ 11125–84 Межгосударственный стандарт. Кислота азотная особой чистоты. Технические условия = Super pure nitric acid. Specifications. М.: Стандартиформ, 2006. 28 с.

ГОСТ 6563–75 Межгосударственный стандарт. Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия = Technical articles made of noble metals and their alloys. Specifications. М.: Стандартиформ, 2009. 49 с.

ГОСТ Р 54500.3–2011/Руководство ИСО/МЭК 98–3:2008 Неопределенность измерения. Руководство по выражению неопределенности измерения = Uncertainty of measurement. Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement. М.: Стандартиформ, 2012. 101 с.

ГОСТ 34100.1–2017/ISO/IEC Guide 98–1:2009 Межгосударственный стандарт. Неопределенность измерения. Часть 1. Введение в руководства по выражению неопределенности измерения = Uncertainty of measurement. Part 1. Introduction to guides on the expression of uncertainty in measurement. М.: Стандартиформ, 2018. 23 с.

ГСО 2732-83-2735-83 Стандартный образец состава висмута металлического марки Ви 00 // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/552242> (дата обращения: 4 августа 2022 г.).

ГСО 5474–90 Стандартный образец состава висмутного концентрата // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/583301> (дата обращения: 4 августа 2022 г.).

ГСО 8463–2003 Стандартный образец состава раствора ионов висмута // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/391720> (дата обращения: 4 августа 2022 г.).

ГСО 7477–98 Стандартный образец ионов висмута (III) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/392396> (дата обращения: 4 августа 2022 г.).

ГЭТ 176-2019 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах на основе кулонометрии / институт-хранитель УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/1382712> (дата обращения: 4 августа 2022 г.).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Зыскин Вениамин Михайлович – старший научный сотрудник лаборатории физических и химических методов метрологической аттестации стандартных образцов УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
Россия, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: zyskinvm@uniim.ru

Собина Алена Вячеславовна – канд. тех. наук, заведующий лабораторией физических и химических методов метрологической аттестации стандартных образцов УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
620075, Россия, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: SobinaAV@uniim.ru
<https://orcid.org/0000-0002-5873-7326>

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Veniamin M. Zyskin – Leading Engineer, the Laboratory of Physical and Chemical Methods for Metrological Certification of Reference Materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology
4 Krasnoarmeyskaya str., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: zyskinvm@uniim.ru

Alena V. Sobina – Cand. Sci. (Eng.), Head of the Laboratory of Physical and Chemical Methods for Metrological Certification of Reference Materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology
4 Krasnoarmeyskaya str., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: sobinaav@uniim.ru
<https://orcid.org/0000-0002-5873-7326>

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Научная статья

УДК 006.9:621.039.536.2:669.15-194

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-143-150>



Оценивание неопределенности при испытаниях на ударный изгиб с использованием стандартного образца

Ю. С. Ченцова ✉, В. В. Толмачев , А. А. Забелина

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

✉ chentsova@uniim.ru

Аннотация: Для аккредитованных испытательных лабораторий актуальной задачей является оценивание неопределенности результатов испытаний. При испытании на ударный изгиб источниками основных вкладов от средства измерений в неопределенность результата являются угол подъема и угол падения маятника, вес маятника, расстояние от оси до центра удара.

Цель работы состоит в описании методологии оценивания неопределенности результатов испытаний на ударный изгиб на основе информации о калибровке копра маятникового и прослеживаемости к стандартному образцу работы удара (поглощенной энергии) стали марки 45 ГСО 11934–2022.

Метод оценки неопределенности основан на статистической модели из ISO 21748–2017. Оценка неопределенности проводилась для копра маятникового ТЕ JBW-300 с использованием ГСО 11934–2022 и образцов типа 11 по ГОСТ 9454–78 с концентратором вида V при комнатной температуре.

В ходе исследования установлено, что наибольший вклад в неопределенность результатов испытаний дают систематическая ошибка, связанная с прослеживаемостью к ГСО 11934–2022 и случайная составляющая измерений. Учет прослеживаемости к стандартному образцу ГСО 11934–2022 увеличивает оценку неопределенности результата, но позволяет корректно сравнивать между собой результаты двух различных лабораторий, что имеет принципиальное значение при арбитражных испытаниях.

Ключевые слова: механические свойства, ударный изгиб, работа удара, метрологическая прослеживаемость, стандартный образец

Ссылка при цитировании: Ченцова Ю. С., Толмачев В. В., Забелина А. А. Оценивание неопределенности при испытаниях на ударный изгиб с использованием стандартного образца // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 4. С. 143–150. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-143-150>

Статья поступила в редакцию 17.01.2023; одобрена после рецензирования 22.03.2023; принята к публикации 25.05.2023.

MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

Research Article

Estimation of Uncertainty in Charpy Pendulum Impact Test Using the Reference Material

Iuliia S. Chentsova ✉, Vladimir V. Tolmachev , Anastasia A. Zabelina

UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology, Yekaterinburg, Russia
✉ chentsova@uniim.ru

Abstract: An urgent task for accredited testing laboratories is to estimate the uncertainty of test results. In Charpy pendulum impact test the sources of the main contributions from the measuring instrument to the uncertainty of the result are: the angle of rise and the angle of fall of the pendulum, force exerted by the pendulum, and the distance from the axis of rotation to the center of strike. The aim of the work is to describe the method for estimating the uncertainty of the results of Charpy pendulum impact test based on information about the calibration of the impact testing machine and traceability to the reference material of impact energy (absorbed energy) of steel grade 45 GSO 11934–2022. The uncertainty estimation method is based on the statistical model from ISO 21748–2017. Uncertainty estimation was carried out for a pendulum impact tester TE JBW-300 using GSO 11934–2022 type 11 samples according to GOST 9454–78 with a type V-notch concentrator at room temperature. The study found that the greatest contribution to the uncertainty of test results is made by a systematic error associated with traceability to CRM GSO 11934–2022 and a random component of measurements. Accounting of traceability to the CRM GSO 11934–2022 increases the estimate of the uncertainty of the result, but makes it possible to correctly compare the results of two different laboratories, which is of fundamental importance in arbitration tests.

Keywords: mechanical properties, impact bending, impact energy, metrological traceability, reference material

For citation: Chentsova I. S., Tolmachev V. V., Zabelina A. A. Estimation of uncertainty in charpy pendulum impact test using the reference material. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(4):143–150. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-143-150>

The article was submitted 17.01.2023; approved after reviewing 22.03.2023; accepted for publication 25.05.2023.

Введение

Стандарты на металлоконструкцию и базы данных о свойствах материалов, как правило, не содержат информацию о неопределенностях приведенных значений ударной вязкости (работа удара, поглощенной энергии). Поэтому при принятии решения о соответствии металлопродукции по результатам испытания на ударный изгиб важно знать неопределенность результата.

Формулы для неопределенности результата испытания на ударный изгиб приведены в ISO 148-1-2016 и работе Czichos H. [1]. Однако в ISO 148-1-2016 рассматривается неопределенность среднего результата по результатам испытания 5 образцов, а межгосударственный стандарт ГОСТ 9454–78 не предусматривает обработку результатов и вычисление среднего значения.

Стоит отметить, что в ISO 148-1-2016 при оценивании неопределенности не учитывается неопределенность калибровки копра маятникового, а учитывается только его погрешность.

Классический подход к оцениванию неопределенности согласно ГОСТ 34100.3–2017/ISO/IEC Guide 98–3:2008 основан на оценивании неопределенности величин, входящих в уравнение измерений. При испытании на ударный изгиб измеряемыми величинами являются угол подъема и угол падения маятника, вес маятника, расстояние от оси до центра удара. Современный автоматизированный маятниковый копер определяет необходимые величины и рассчитывает работу удара (поглощенную энергию) согласно заложенному алгоритму.

Предложенный метод оценивания неопределенности результата единичного испытания на ударный изгиб включает в себя учет неопределенности величин, входящих в уравнение измерений, используя результаты калибровки маятникового копра. В уравнение измерений дополнительно учтен вклад прослеживаемости к стандартному образцу ГСО 11934–2022.

Цель работы состоит в описании методологии оценивания неопределенности результатов испытаний на ударный изгиб на основе информации о калибровке копра маятникового и прослеживаемости к стандартному образцу работы удара (поглощенной энергии) стали марки 45 ГСО 11934–2022.

Материалы и методы

ГСО 11934–2022 получен в результате исследования и характеристики проката сортового стального горячекатанного квадратного сечения по ГОСТ 2591–2006 из стали марки 45 по ГОСТ 1050–2013.

Характеризацию образцов проката по показателю ударопрочность по Шарпи (поглощенная энергия, работа удара) проводили в соответствии с алгоритмами и положениями в ГОСТ 8.532-2002 способом межлабораторного эксперимента. Были привлечены 16 лабораторий, имеющих опыт исследования механических свойств стали. В течение 2 месяцев каждой лаборатории были отправлены образцы материала стандартного образца для проведения испытаний по ГОСТ 9454–78.

Характеристика погрешности межлабораторной аттестации составила 1,01 Дж. Для вычисления границ значений абсолютной погрешности стандартного образца при проведении испытаний в целях утверждения типа установлена характеристика погрешности от неоднородности материала стандартного образца 0,70 Дж.

Значения метрологических характеристик стандартного образца работы удара (поглощенной энергии) стали марки 45, установленные в результате испытаний партии № 1, приведены в табл. 1.

Маятниковый копер *TE JBW-300* JINANTESTING EQUIPMENT IE CORPORATION (производство КНР)

предназначен для измерений энергии разрушения образцов при испытании на двухпопный ударный изгиб.

Принцип действия копра основан на измерении количества энергии, затраченной на разрушение образца единичным ударным нагружением. Количество энергии определяется как разность между значениями потенциальной энергии маятника копра до удара и после разрушения образца.

Показания измерения углов поднятия и падения отсчитываются устройством измерения сигнала с опико-электрическим преобразователем, который обеспечивает расчет результата с помощью специальной компьютерной программы и выводит численные значения на монитор персонального компьютера с возможностью дальнейшего сохранения и печати полученных результатов.

Маятниковый копер *TE JBW-300* был откалиброван согласно ISO 148-2-2016 с обеспечением прослеживаемости к Государственному первичному эталону единицы массы ГЭТ 3–2008, Государственному первичному эталону единицы длины ГЭТ 2–2021, Государственному первичному эталону единицы плоского угла ГЭТ 22–2014.

Для оценивания неопределенности измерений использовался модельный подход на основе ISO 21748–2017. 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

Таблица 1. Метрологические характеристики стандартного образца
Table 1. Metrological characteristics of the reference material

Аттестованная характеристика	Аттестованное значение стандартного образца	Границы значений абсолютной погрешности стандартного образца при $P = 0,95$
Ударопрочность по Шарпи (работа удара, поглощенная энергия) при температуре $(23 \pm 5)^\circ\text{C}$, Дж	25,90	$\pm 1,60$

нормального распределения обычно выбирается коэффициент охвата $k = 2$. Результат измерения вместе с его неопределенностью представлен в соответствии с ГОСТ 34100.3–2017/ISO/IEC Guide 98–3:2008.

Результаты

Статистическая модель, на которой основаны методы оценки неопределенности, записана в виде уравнения (1) ISO 21748–2017:

$$KV = F L (\text{Cos } \beta - \text{Cos } \alpha) + \xi_{\text{ГСО}} + g_{KV} + e_{KV}, \quad (1)$$

где F – вес маятника, Н;

L – расстояние от оси до центра удара (точка приложения силы F), м;

β – угол падения, °;

α – угол подъема, °;

$\xi_{\text{ГСО}}$ – смещение, обусловленное прослеживаемостью;

g_{KV} – округление результата измерений;

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

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

$$u^2(KV) = \left(\frac{\partial KV}{\partial F}\right)^2 u^2(F) + \left(\frac{\partial KV}{\partial L}\right)^2 u^2(L) +$$

$$+ \left(\frac{\partial KV}{\partial \beta}\right)^2 u^2(\beta) + \left(\frac{\partial KV}{\partial \alpha}\right)^2 u^2(\alpha) + u^2(\xi_{\text{ГСО}}) + u^2(g_{KV}) + u^2(e_{KV}), \quad (2)$$

где $u^2(F)$ – неопределенность, связанная со вкладом от веса маятника;

$u^2(L)$ – неопределенность, связанная с расстоянием от оси до центра удара;

$u^2(\beta)$ – неопределенность, связанная с углом падения маятника;

$u^2(\alpha)$ – неопределенность, связанная с углом поднятия маятника;

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

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

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

В настоящем примере неопределенность измерения рассчитана для одного образца, изготовленного из исследуемого материала. Результат измерения 105,5 Дж получен на маятниковом копре TE JBW-300, который был откалиброван по ISO 148-2-2016.

Таблица 2. Бюджет неопределенности измерений, рассчитанный с использованием данных калибровки маятникового копра

Table 2. Measurement uncertainty budget calculated using pendulum impact tester calibration data

№	Источник неопределенности	Обозначение	Формула	Используемые переменные, параметры	Пример
1	Аттестованное значение стандартного образца и его неопределенность (на основе паспорта стандартного образца)	$KV_{\text{ГСО}}$ $u(KV_{\text{ГСО}})$	$u(KV_{\text{ГСО}}) = \frac{\Delta(KV_{\text{ГСО}})}{1,96}$	$KV_{\text{ГСО}} = 25,9$ Дж $\Delta(KV_{\text{ГСО}}) = 1,6$ Дж – значение погрешности аттестованного значения стандартного образца согласно паспорту	$u(KV_{\text{ГСО}}) = \frac{1,6}{1,96} = 0,816$ Дж
2	Прослеживаемость к стандартному образцу	$u(\xi_{KV})$	$u(\xi_{KV}) = \sqrt{u^2(KV_{\text{ГСО}}) + \frac{(KV_{\text{ГСО}} - \overline{KV})^2}{3}}$	\overline{KV} – среднее значение измерений на стандартном образце	Измеренные значения: 27,4 26,7 28,3 26,3 25,0 Дж Среднее значение $\overline{KV} = 26,74$ Дж $u(\xi_{KV}) = \sqrt{0,816^2 + \frac{(25,9 - 26,74)^2}{3}} = 0,949$ Дж

Продолжение табл. 2
Continuation of Tabl. 2

№	Источник неопределенности	Обозначение	Формула	Используемые переменные, параметры	Пример
3	Случайная составляющая неопределенности измерений стандартного образца в условиях повторяемости	$u(e_{KV})$	$u(e_{KV}) = \frac{s_{KV} t(P, f)}{\sqrt{n}} = \frac{s_{KV} t_{0,6827,5}}{\sqrt{5}}$	s_{KV} – стандартное отклонение результатов измерений на стандартном образце $t_{0,6827,5}$ – коэф. Стьюдента = 1,14 для $n = 5$	$s_{KV} = 1.2$ Дж $u(e_{KV}) = \frac{1,14 \cdot 1,2}{\sqrt{5}} = 0,612$ Дж
4	Вес маятника	$u(F)$ $c(F)$	$c(F) = KV/F$ $c(F)u(F)$	из сертификата калибровки $u(F) = 0,35$ Н $F = 217,82$ Н результат для исследуемого материала $KV = 105,5$ Дж	$c(F) = 105,5/217,82 = 0,484$ $c(F)u(F) = 0,484 \times 0,35 = 0,169$ Дж
5	Расстояние от оси до центра удара	$u(L)$ $c(L)$	$c(L) = KV/F$ $c(L)u(L)$	из сертификата калибровки $u(L) = 0,1$ мм $L = 0,741$ м результат для исследуемого материала $KV = 105,5$ Дж	$u(L) = 0,0001$ м $c(L) = 105,5/0,741 = 142$ $c(L)u(L) = 0,0001 \times 142 = 0,0142$ Дж
6	β – угол падения	$u(\beta)$ $c(\beta)$	$c(\beta) = -F L \sin \beta$ $c(\beta)u(\beta)$	из сертификата калибровки $u(\beta) = 0,06^\circ$ $L = 0,741$ м $F = 217,82$ Н для исследуемого материала $KV = 105,5$ Дж $\beta = 109^\circ$	$0,06^\circ = 0,00105$ рад $c(\beta) = -217,82 \cdot 0,741 \cdot \sin 109^\circ = -153$ $c(\beta)u(\beta) = 153 \cdot 0,00105 = 0,153$ Дж
7	α – угол подъема	$u(\alpha)$ $c(\alpha)$	$c(\alpha) = F L \sin \alpha$ $c(\alpha)u(\alpha)$	из сертификата калибровки $u(\alpha) = 0,06^\circ$ $L = 0,741$ м $F = 217,82$ Н для копра $\alpha = 160^\circ$	$0,06^\circ = 0,00105$ рад $c(\alpha) = 217,82 \cdot 0,741 \cdot \sin 160^\circ = 54,9$ $u(\alpha) = 54,9 \cdot 0,001 = 0,0549$ Дж
8	Округление результата	$u(g_{KV})$	$u(g_{KV}) = \frac{\text{ЦД}}{2\sqrt{3}}$	ЦД = 0,1 Дж	$u(g_{KV}) = \frac{0,1}{3,46} = 0,0289$ Дж
9	Суммарная стандартная неопределенность	$u(KV)$	$u(KV) = \sqrt{c^2(F)u^2(F) + c^2(L)u^2(L) + c^2(\beta)u^2(\beta) + c^2(\alpha)u^2(\alpha) + u^2(g_{KV}) + u^2(\xi_{KV}) + u^2(e_{KV})}$		$u(KV) = \sqrt{0,169^2 + 0,0142^2 + 0,153^2 + 0,0549^2 + 0,0289^2 + 0,949^2 + 0,612^2} = 1,17$ Дж

Окончание табл. 2
End of Table 2

№	Источник неопределенности	Обозначение	Формула	Используемые переменные, параметры	Пример
10	Эффективное число степеней свободы	$\nu_{\text{эфф}}$	$\nu_{\text{эфф}} = \frac{u^4(KV)}{\frac{u^4(F)}{\nu(F)} + \frac{u^4(L)}{\nu(L)} + \frac{u^4(\beta)}{\nu(\beta)} + \frac{u^4(\alpha)}{\nu(\alpha)} + \frac{u^4(g_{KV})}{\nu(g_{KV})} + \frac{u^4(\xi_{KV})}{\nu(\xi_{KV})} + \frac{u^4(e_{KV})}{\nu(e_{KV})}}$	$\nu(F) = \infty$ $\nu(L) = \infty$ $\nu(g_{KV}) = \infty$ $\nu(\xi_{KV}) = 2 - 1 = 1$ $\nu(e_{KV}) = 5 - 1 = 4$	$\nu_{\text{эфф}} = \frac{1,2^4}{0 + 0 + 0 + \frac{0,996^4}{1} + \frac{0,612^4}{4}} = 2,035$
11	Расширенная неопределенность	$U(\sigma_B)$	$U(KV) = t_{0,95, \nu_{\text{эфф}}} \cdot u(KV)$	$t_{0,95, \nu_{\text{эфф}}} = 4,30$	$U(\sigma_B) = 1,17 \cdot 4,30 = 5,03$ Дж

Результат измерения энергии удара KV с расширенной неопределенностью измерения $U(KV)$:

$$KV = (105,5 \pm 5,0) \text{ Дж.}$$

Обсуждение

Анализируя бюджет неопределенности, представленный в таблице 2, можно выделить два наибольших вклада в суммарную стандартную неопределенность результата: неопределенность от прослеживаемости к стандартному образцу утвержденного типа и случайная составляющая измерений в условиях повторяемости.

Вклад от случайной составляющей измерений стандартного образца в условиях повторяемости описывается, как правило, случайные эффекты, имеющие место в лаборатории.

Поскольку по абсолютной величине (0,6 Дж) случайная составляющая неопределенности измерений стандартного образца сравнима с неопределенностью стандартного образца (0,8 Дж), можно предположить, что она сформирована за счет неоднородности стандартного образца.

Вклад от прослеживаемости стандартного образца включает в себя систематическую составляющую, связанную с реализацией методики испытаний в лаборатории, например, формой V концентратора, совпадением длины маятника с центром удара по образцу и т. д.

Вклад от составляющих неопределенности, связанных с нормируемыми u копра и измеряемыми автоматизированной системой копра величинами, для исследованного экземпляра копра является незначительным.

Следует отметить, что последнее заключение опирается на результаты калибровки копра по методике

ISO 148-2-2016 и может оказаться некорректным для проверяемых копров.

Выводы

Для копра маятникового ТЕ JBW-300 проведена оценка неопределенности результата испытания на ударный изгиб по ГОСТ 9454–78 с учетом прослеживаемости к стандартному образцу ГСО 11934–2022.

Предложенный метод оценки неопределенности результата испытания на ударный изгиб может быть использован в том случае, если имеются результаты калибровки копра маятникового по ISO 148-2-2016.

Основным вкладом в неопределенность результата испытания на ударный изгиб является вклад от прослеживаемости к стандартному образцу утвержденного типа, что можно объяснить, как минимум, влиянием формы надреза, который наносит лаборатория, и несовпадением центра удара маятника с местоположением образца, – факторами, которые невозможно оценить при непосредственной калибровке копра.

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

Acknowledgments: The research did not receive financial support in the form of a grant from any organization in the public, commercial or non-profit sectors.

Вклад соавторов: Ченцова Ю. С. – осуществление формального анализа, проведение исследовательских работ; Толмачев В. В. – разработка концепции исследования, осуществление формального

анализа; Забелина А. А. – проведение исследовательских работ.

Author Contributions: Chentsova Iu. S. – implementation of a formal analysis, conducting research work; Tolmachev V. V. – development of the research concept, implementation of a formal analysis; Zabelina A. A. – conducting research work.

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. Czichos H., Saito T., Smith L. (Eds.) Springer handbook of metrology and testing. Berlin, Heidelberg: Springer, 2011. 1229 p. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-16641-9>

REFERENSES

1. Czichos H., Saito T., Smith L. (Eds.) Springer handbook of metrology and testing. Berlin, Heidelberg: Springer: 2011. 1229 p. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-16641-9>

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

ISO 148-1-2016 Metallic materials – Charpy pendulum impact test – Part 1: Test method // ISO [website]. URL: <https://www.iso.org/standard/63802.html> (дата обращения: 04.08.2022).

ISO 148-2-2016 Metallic materials. Charpy pendulum impact test. Part 2: Verification of testing machines // ISO [website]. URL: <https://www.iso.org/obp/ui#iso:std:iso:148:-2:ed-3:v1:en> (дата обращения: 04.08.2022).

ISO 21748–2017 Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty evaluation // ISO [website]. URL: <https://www.iso.org/standard/71615.html> (дата обращения: 04.08.2022).

ГОСТ 8.532-2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержание и порядок проведения работ = State system for ensuring the uniformity of measurements. Certified reference materials of composition of substances and materials. Interlaboratory metrological certification. Content and order of works. ИПК Издательство стандартов, 2003. 12 с.

ГОСТ 9454–78 Металлы. Метод испытания на ударный изгиб при пониженных, комнатной и повышенных температурах (с Изменениями № 1, 2) = Metals. Method for testing the impact strength at low, room and high temperature. ИПК Издательство стандартов, 2002. 12 с.

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. М.: Стандартинформ, 2014. 35 с.

ГОСТ 2591–2006 Прокат сортовой стальной горячекатаный квадратный. Сортамент = Square hot-rolled steel bars. Dimensions. М.: Стандартинформ, 2009. 10 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. М.: Стандартинформ, 2018. 108 с.

ГСО 11934–2022 стандартный образец работы удара (поглощенной энергии) стали марки 45 // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1400120>. (дата обращения: 04.08.2022).

ГЭТ 3–2008 GET 3–2008 Государственный первичный эталон единицы массы – килограмма / институт хранитель ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/1385582> (дата обращения: 04.08.2022).

ГЭТ 2–2021 Государственный первичный эталон единицы длины – метра / институт хранитель ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/1387037> (дата обращения: 04.08.2022).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Ченцова Юлия Сергеевна – ведущий 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: Chentsova@uniim.ru

Толмачев Владимир Валерьянович – канд. физ.-мат. наук, заведующий отделом метрологии механических и геометрических величин и характеристик Уральского научно-исследовательского института метрологии – филиал 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

Iuliia S. Chentsova – Lead Engineer of the Laboratory for Risk Management and Metrological Safety Assurance of Technological Systems, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology
4 Krasnoarmeyskaya str., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: Chentsova@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. Mendeleev Institute for Metrology

4 Krasnoarmeyskaya str., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: Sertif@uniim.ru

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

МЕТОДИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ. НОРМАТИВЫ. СТАНДАРТЫ. МЕЖДУНАРОДНЫЕ СТАНДАРТЫ

Обзорная статья

УДК 004.91:006.354:53.089.68

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-151-159>



Сравнительный анализ документов МОЗМ и российских правил по использованию стандартных образцов

Н. Г. Оганян , В. И. Добровольский  

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений»,
Российская Федерация, п. Менделеево, Московская обл.

 mera@vniifri.ru

Аннотация: В статье исследована актуальная для каждой лаборатории, в какой бы области она не осуществляла свою деятельность, задача – обеспечение качества своих результатов измерений. Решению этой задачи способствует заключенное специалистами разных стран соглашение считать отправной точкой для достижения требуемого качества измерений выбор надежного и проверенного метода измерений. Однако для получения сопоставимых результатов недостаточно ограничиваться выбором метода измерений. Решающую роль в этом вопросе в аналитических лабораториях выполняют опорные меры (references) в виде химических веществ, которые называются стандартными образцами (СО, reference material). СО, как и меры, используются для поверки, калибровки, валидации методов, оценки неопределенности измерений, контроля качества. Однако, согласно метрологической терминологии, для обеспечения прослеживаемости измерений необходимо использовать не просто СО, а сертифицированный стандартный образец (ССО). Без использования ССО в своих измерениях не могут обойтись важные сферы государственного метрологического контроля и надзора в области качества и безопасности продуктов питания, фармацевтической продукции, качества измерений в клинической диагностике, экологической безопасности и так далее.

В настоящей статье проведен сравнительный анализ соответствия российских правовых документов рекомендациям Международной организации законодательной метрологии (МОЗМ) по части, касающейся использования СО в сфере государственного контроля и надзора. С учетом важной роли СО в процессе обеспечения единства измерений в аналитических лабораториях материалы данного исследования могут содействовать продвижению идей по совершенствованию законодательной базы России в этой области.

Ключевые слова: сертифицированный стандартный образец, производство ССО, утверждение типа ССО, экспертиза ССО, Государственный метрологический контроль и надзор, правовые требования

Используемые сокращения: ГСО – стандартный образец утвержденного типа; МОЗМ – Международная организация законодательной метрологии; РФ – Российская Федерация; СО – стандартный образец; ССО – сертифицированный стандартный образец; МБМВ – Международное бюро мер и весов.

Ссылка при цитировании: Оганян Н. Г., Добровольский В. И. Сравнительный анализ документов МОЗМ и российских правил по использованию стандартных образцов // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 4. С. 151–159. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-151-159>

Статья поступила в редакцию 15.10.2022; одобрена после рецензирования 15.01.2023; принята к публикации 25.05.2023.

GUIDANCE PAPERS. NORMS. STANDARDS. INTERNATIONAL STANDARDS

Review article

A Comparative Analysis of OIML Documents and Russian Rules on the Use of Reference Materials

Narine G. Oganyan , Vladimir I. Dobrovolskiy  

All-Russian Scientific Research Institute of Physical, Technical and Radio Engineering Measurements, Mendeleev, Moscow Region, Russia
 mera@vniiftri.ru

Abstract: The article analyzes the compliance of Russian legal documents with the Recommendations of the International Organization of Legal Metrology regarding the use of reference materials in the fields covered by the state control and supervision. The problem of ensuring the quality of measurement results is relevant for each laboratory, performing measurements in any fields of activity. In addition to a reliable and proven measurement method, a decisive role in obtaining comparable results is played by reference materials. In order to ensure the traceability of measurements, a reference material must be certified. Certified reference materials are obligatory for the state metrological control and supervision of the quality and safety of food and pharmaceutical products, quality of measurements in clinical laboratories, environmental safety, etc. Considering the important role of reference materials in the process of ensuring the uniformity of measurements in analytical laboratories, this study can contribute to the promotion of ideas for improving the Russian legislative framework in the relevant area.

Keywords: certified reference material, CRM production, CRM type approval, CRM expertise, State metrological control and supervision, Legal requirements

Abbreviations used: GSO – approved type of reference material; OIML – International Organization of Legal Metrology; RF – Russian Federation; RM – reference material; CRM – certified reference material; BIPM – International Bureau of Weights and Measures.

For citation: Oganyan N. G., Dobrovolskiy V. I. A comparative analysis of oiml documents and russian rules on the use of reference materials. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(4):151–159. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-4-151-159>

Введение

Для принятия решения о соответствии продукции требованиям, предъявляемым к его качеству, в первую очередь необходимо чтобы результаты измерений аналитических лабораторий были достаточно точными [1, 2]. Поэтому каждая лаборатория, независимо от области деятельности, должна осознавать необходимость обеспечения качества своих результатов измерений. За последние десятилетия между специалистами разных стран было достигнуто соглашение относительно того, что необходимо для достижения требуемого качества измерений. Несомненно, отправной точкой является выбор надежного и проверенного метода. Но этого недостаточно для сопоставления результата, полученного в данной лаборатории, с результатами, полученными

в другой лаборатории. Для обеспечения сопоставимости результатов необходимо также обеспечить метрологическую прослеживаемость этих измерений [1, 3]. В этом вопросе решающую роль в аналитических лабораториях, как известно, выполняют опорные меры (references) в виде химических веществ, то есть стандартные образцы (СО). СО используются для поверки, калибровки, валидации методов, оценки неопределенности измерений, контроля качества. При этом не следует забывать, что конкретный СО может использоваться только для одной цели измерения, например, для калибровки или для контроля качества продукции [4].

Согласно международным метрологическим словарям JCGM 200:2012, ISO/IEC Guide 99:2007, PMG 29-2013, сертифицированный стандартный образец (ССО)

отличается от СО тем, что в сопроводительной документации, выданной авторизованным органом, присутствует информация о прослеживаемости и неопределенности значения охарактеризованной величины, с использованием утвержденного метода – «reference material, accompanied by documentation issued by an authoritative body and providing one or more specified property values with associated uncertainties and traceabilities, using valid procedures». Согласно метрологическому словарю, действующему на территории Российской Федерации (РФ), РМГ 29-2013: «сертифицированный стандартный образец – стандартный образец с сопроводительной документацией, выданной авторитетным органом, в которой указано одно или более значений определенного свойства с соответствующими показателями точности (неопределенностями) измерений и прослеживаемостью, которые установлены с использованием обоснованных процедур», – определение ССО в точности соответствует иностранным аналогам.

Из определений СО и ССО следует, что для обеспечения прослеживаемости измерений, без подтверждения которой невозможно прохождение процедуры аккредитации любой измерительной лаборатории на соответствие требованиям ISO/IEC17025:2017, ГОСТ ISO/IEC17025–2019 лабораториям необходимо использовать ССО.

Естественно, что в таких сферах, как качество и безопасность продуктов питания и фармацевтической продукции, качество измерений в клинической диагностике, экологической безопасности и др., в которых обеспечение единства измерений регулируются государством в соответствии требованиями Федерального закона от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ, лаборатории не могут обойтись без использования ССО. Кроме того, они должны знать и понимать, как следует правильно подбирать СО для своих измерений и что не все образцы, предлагаемые на рынке, производятся с одинаковым качеством. Важно быть уверенным в том, что любой используемый ССО был разработан и охарактеризован технически обоснованным образом. Как правило, у надежного производителя доступна подробная информация об исследованиях однородности и стабильности, методах, используемых при сертификации, а также о неопределенностях и отклонениях в заявленных значениях образца, и эта информация может быть использована для оценки их надежности. Как указано выше, ССО должен сопровождаться сертификатом (либо другим идентичным документом), который включает оценку неопределенности, связанной с присвоенным значением. Признанные

на межгосударственном уровне критерии компетентности производителей ССО определяет ISO 17034:2016¹.

Очевидно, что уровень культуры производства и использования СО в странах разный и оставлять данный вопрос без соответствующего государственного регулирования крайне рискованно. С этой целью в рамках Международной организации законодательной метрологии (МОЗМ) разработан документ – OIML D18, предназначенный для формирования правовых требований к СО, используемым в метрологической деятельности в соответствии с национальным законодательством. В основе OIML D18 лежат общие принципы использования СО в качестве эталонов, изложенные в публикациях как ISO/REMCO, так и МОЗМ. Документ определяет минимальное содержание технических процедур, которые образуют элементы государственного метрологического контроля и надзора, применяемые к СО. При необходимости, процедуры, в зависимости от специфических особенностей и опыта практической работы в конкретной стране, могут быть изменены и расширены в национальных нормативных документах.

Как мы уже определили, чтобы обеспечить прослеживаемость измерений, в сфере государственного контроля и надзора следует использовать ССО.

Как определить, относится ли используемый СО к области государственного контроля и надзора

На практике очень часто это довольно трудный вопрос. Согласно OIML D18, при рассмотрении вопроса, относится ли используемый СО к области государственного контроля и надзора или нет, целесообразно воспользоваться информацией, указанной в Сертификате на ССО о предполагаемом метрологическом использовании, такой как:

- использование ССО в качестве стандарта для поверки, калибровки и испытания измерительных приборов;
- использование ССО для стандартизации методик измерений и/или для определения их неопределенностей в ходе измерений;
- использование ССО для калибровки измерительных приборов в ходе процедур измерений.

Определить, относится ли данный ССО к области государственного метрологического контроля и надзора или нет, может помочь информация о том, относятся ли соответствующие измерительные приборы или методики измерений к этой области. Полезным руководством

¹ В РФ стандарт ГОСТ Р ИСО 17034–2021 вступил в силу в декабре 2021 года и на сегодняшний день еще не получил достаточного распространения среди производителей СО.

в решении поставленной задачи могут послужить списки областей, находящихся в сфере госрегулирования, правовые документы которых предоставляют конкретные детали. Полезным руководством в данном случае может послужить документ OIML D12².

Таким образом, согласно международным документам, в РФ в соответствующих правовых документах обозначены как области, охватываемые метрологическим контролем и надзором, так и перечень измерений, относящихся к этой сфере, по которым можно определить, попадает ли используемый ССО в законодательную область.

Необходимые критерии соответствия ССО предъявляемым требованиям

Необходимым условием, при котором ССО может быть использован в областях, охватываемых государственным метрологическим контролем и надзором, является их соответствие определенным метрологическим, техническим и административным требованиям, установленным в стране. Ниже приведены три вида требований, рекомендуемых и адаптированных для ССО, разработанных на основе OIML D3.

К метрологическим требованиям относятся:

- перечень метрологических характеристик ССО, которые подлежат определению;
- формат их представления;
- требования к средствам и методам измерений, применяемым при определении метрологических характеристик ССО, требования к содержанию программ и процедур сертификации ССО и т. д.

К техническим требованиям относятся:

- форма выпуска ССО;
- список сопровождающих технических документов для первоначального и последующего выпуска ССО;
- требования к таре и маркировке ССО при поставке пользователю и др.

К административным (юридическим) требованиям к ССО относятся:

- перечисление метрологической деятельности, в которой предполагается использовать ССО;
- требования, предъявляемые к типу и формату документов, сопровождающих ССО, при поставке пользователю;

² В РФ области, охватываемые государственным метрологическим контролем и надзором, закреплены в Федеральном законе от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ, а перечень измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, закреплен в постановлении Правительства от 16 ноября 2020 г. № 1847.

– при необходимости, обозначение видов и методов контроля метрологических характеристик ССО в процессе его использования;

– детали государственной регистрации с целью идентификации образцов или партий ССО и т. д.

При разработке некоторых ССО метрологические, технические и административные требования могут быть заранее включены в проектные документы, подготовленные на начальном этапе работ.

Кроме того, требования, предъявляемые к ССО, разрешенные для использования в сфере государственного метрологического контроля и надзора, могут быть изложены в соответствующем нормативном документе по законодательной метрологии или национальном стандарте³.

Естественно, что, как и любой эталон или средство измерения, ССО, допущенные к использованию в сфере государственного метрологического контроля и надзора, также подлежат государственному метрологическому контролю и надзору.

Метрологический контроль ССО

Основной целью метрологического контроля является установление соответствия ССО метрологическим, техническим и административным (юридическим) требованиям, указанным выше.

Зададимся вопросом, что же необходимо учесть при метрологическом контроле для установления соответствия ССО требованиям законодательства?

Если, согласно соответствующим положениям МОЗМ, метрологический контроль средств измерений обычно состоит из набора операций, включая: оценку или испытание образцов типа измерительного прибора и его утверждение; поверку (первоначальная, периодическая и другие) или калибровку средств измерений; метрологический надзор за выпуском и использованием средств измерений и условиями их использования и т. д., то в случае со ССО все эти операции не всегда оправданы и могут быть ограничены следующими операциями:

При этом целесообразно в нормативном документе национальной службы законодательной метрологии указать, какими способами (форма, содержание и порядок) должен осуществляться метрологический контроль ССО.

Согласно вышеизложенному, утверждение типа является одним из способов метрологического контроля

³ В РФ на основании Федерального закона от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ разрешены к использованию в сфере государственного метрологического контроля и надзора только СО утвержденного типа.

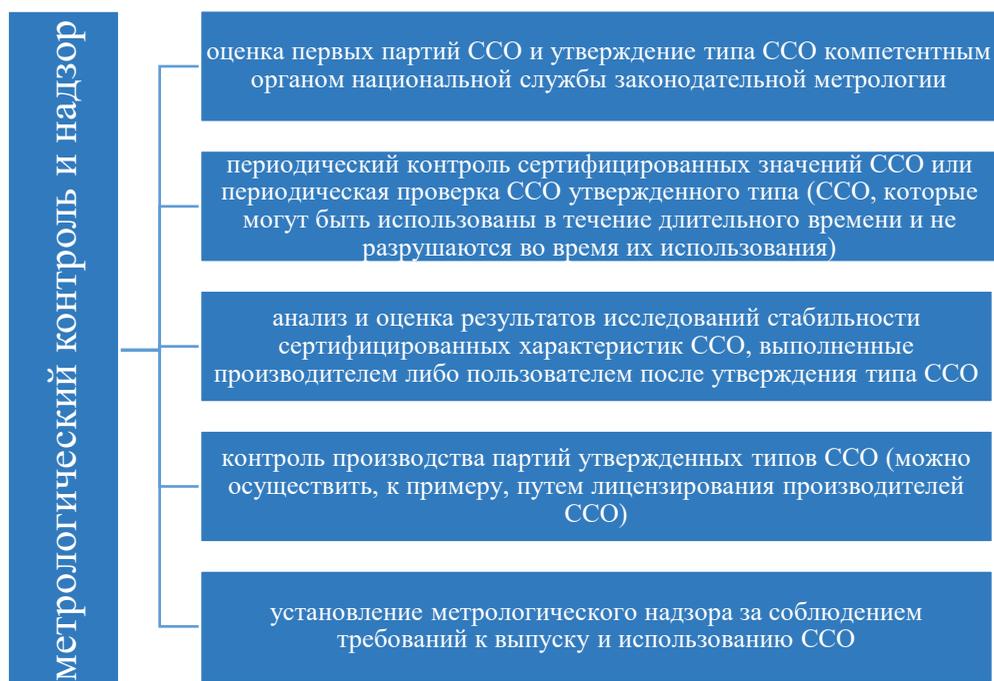


Рис. 1. Набор операций метрологического контроля и надзора ССО согласно положениям М03М

Fig. 1. Set of operations on the CRM metrological control and supervision, according to the provisions of OIML

используемых ССО, при проведении которого осуществляется оценка соответствия (экспертиза) ССО законодательным требованиям. Перед принятием решения об утверждении типа ССО следует убедиться, что требования законодательства были полностью учтены и отражены в технической документации рассматриваемого ССО:

- технического задания или спецификации на выпуск ССО;
- программы или процедуры сертификации ССО, образца сертификата ССО или другого идентичного документа;
- документов, сопровождающих ССО при отгрузке потребителю, или других документов, предусмотренных административными требованиями.

При проведении экспертизы также важно установить, применялись ли при сертификации значений ССО средства измерений, на которые распространяется метрологический контроль, применялись ли эталоны, стоящие выше в цепочке прослеживаемости. Экспертиза может быть общей или подробной, включающей ознакомление с процедурой подготовки ССО и производственный надзор за соблюдением требований технических документов. В последнем случае компетентность производителя ССО может подтверждаться через аккредитацию на соответствие требованиям ISO 17034:2016

при условии, если национальный орган установил такую возможность⁴.

На основании положительных результатов оценки соответствия ССО установленным требованиям компетентным органом национальной службы законодательной метрологии утверждается тип ССО. При утверждении типа ССО должны быть установлены правила поверки и сертификации необходимых эталонов. Утверждение типа может сопровождаться как выдачей «сертификата об утверждении типа ССО», так и предоставлением производителю ССО права наносить знак утверждения типа на сопроводительные документы ССО⁵. Формат сертификата и/или отметка устанавливаются органом, утверждающим тип ССО. Срок действия свидетельства об утверждении типа может быть ограничен с возможностью

⁴ В РФ на основании приказа Минпромторга от 28 августа 2020 г. № 2905 в качестве оценки соответствия сертифицированных стандартных образцов установлена процедура испытаний СО, при осуществлении которой проводится, в том числе, экспертиза документации.

⁵ В РФ на основании приказа Минпромторга от 03 февраля 2015 г. № 164 утвержденный тип ССО получает статус государственного стандартного образца (ГСО) и сопровождается выдачей «сертификата об утверждении типа стандартного образца», соответствующие сведения вносятся в Государственный реестр утвержденных типов стандартных образцов Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений.

продления при условии, что в течение этого периода не появятся новые требования, препятствующие использованию ССО в соответствии с его назначением (таким препятствием могут быть изменения в правилах поверки приборов или в нормативных документах по методам испытаний и контроля, определяющих использование ССО).

Метрологический контроль ССО в процессе их использования может осуществляться соответствующими уполномоченными метрологическими органами путем периодической верификации или сертификации. Метрологический контроль последующих партий утвержденных типов ССО, которые, в частности, не подлежат периодической проверке, может осуществляться посредством лицензирования, которое обычно включает периодический контроль производителем соответствия требованиям технических документов на ССО при выпуске новых партий. При разработке нормативных документов национальной службы законодательной метрологии важно принять во внимание, что при установлении административных (юридических) требований следует учитывать рекомендации Руководства ISO Guide 33:2015, а при установлении метрологических и технических требований следует учитывать рекомендации Руководств ISO Guide 30:2015, ISO Guide 31:2015 и ISO Guide 35:2015. Нужно отметить, что все указанные руководства переведены на русский язык и утверждены для использования на территории РФ: ГОСТ ISO Guide 30–2019, ГОСТ ISO Guide 31–2019, ГОСТ ISO Guide 35–2015.

Также национальная служба законодательной метрологии должна четко определить условия (одинаковые или иные), применимые для импортируемых ССО для их допуска к использованию в области, охватываемой государственным метрологическим контролем и надзором⁶.

Таким образом, в РФ четко установлены условия допуска к использованию отечественных и импортируемых ССО в области, охватываемой государственным метрологическим контролем и надзором.

Естественно, что нельзя ограничиваться только метрологическим контролем ССО, используемых в сфере государственного метрологического контроля и надзора. Вместе с метрологическим контролем, описанным выше, необходимо предусмотреть метрологический надзор за соблюдением требований законодательства при выпуске и использовании ССО, который возлагается на органы метрологического надзора национальной службы законодательной метрологии.

⁶ В РФ на основании Федерального закона от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ в сфере государственного технического регулирования, независимо от страны производителя СО, допускаются к использованию только стандартные образцы утвержденного типа.

Содержание и порядок метрологического надзора должны быть указаны в соответствующем национальном нормативном документе. При этом рекомендуется учесть положения Международного документа МОЗМ OIML D9⁷.

Согласно документу МОЗМ OIML D1, как правило, при обнаружении правонарушений и несоответствий во время контроля рынка и процесса производства со стороны метрологического надзора принимаются принудительные меры, закрепленные на законодательном уровне⁸.

Для подтверждения достоверности получаемых результатов рекомендуется национальным службам законодательной метрологии совместно с производителями ССО организовывать и/или участвовать в международных сличениях ССО, используемых в областях, охватываемых сферой государственного метрологического контроля и инспекции. Национальным службам законодательной метрологии в соответствующих странах рекомендуется заключать соглашения о взаимном признании сертификатов официального утверждения типа ССО для устранения технических барьеров. К примеру, можно включить в список ССО, используемых в области, охватываемой сферой государственного метрологического контроля и инспекции, соответствующие ССО из базы данных Международного бюро мер и весов (МБМВ) в соответствии с соглашением о взаимном признании эталонов и сертификатов калибровки CIPM MRA, подписанным национальными метрологическими институтами⁹.

Выводы

Таким образом, как показал сравнительный анализ, российская правовая база касательно использования стандартных образцов в сфере государственного

⁷ В РФ содержание и порядок метрологического контроля/надзора установлены в постановлении Правительства РФ от 29 июня 2021 г. № 1053. Следует также указать, что полную информацию по правовым документам, в том числе, касающимся использования СО в РФ, можно получить на официальном сайте Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений.

⁸ В РФ не разработаны и не закреплены на законодательном уровне принудительные меры в отношении правонарушений и несоответствий ССО данным, указанным в Сертификате об утверждении типа.

⁹ РФ регулярно участвует и проводит подобные международные сличения в рамках соглашений Межгосударственного совета о стандартизации, метрологии и сертификации (МГС) Содружества независимых государств (СНГ) и региональной метрологической организации «Евро-Азиатское сотрудничество государственных метрологических учреждений» (КООМЕТ). Следует отметить, что данная сфера находится в постоянном процессе развития и совершенствования.

технического регулирования разработана и утверждена в соответствии с документами МОЗМ.

Тем не менее есть еще вопросы, которые следовало бы доработать.

1. До сих пор не установлена четкая процедура правил и установок по вопросам подтверждения компетентности производителя ССО. Отсутствие статуса «компетентный производитель СО» приводит к отсутствию такой важной прослойки СО в стране, как ССО. То есть производитель не уполномочен выдавать легитимный Сертификат на СО для придания ему статуса ССО. По этой причине появляется дополнительная стадия испытаний с целью утверждения типа СО авторизованным органом. Фактически при положительном решении СО, минуя статус ССО, получает статус ГСО и вносится в Реестр утвержденных типов стандартных образцов. Такой подход усложняет процедуру и сильно увеличивает время утверждения типа СО для их допуска в сферу государственного технического регулирования. Разработка правил и установок по вопросам подтверждения компетентности производителя СО через пару лет поднимет уровень культуры производства СО и упростит процедуру утверждения типа СО.

2. Также отсутствуют принудительные меры, применяемые к производителям и поставщикам ССО, закрепленные на законодательном уровне. Как один из рычагов воздействия на производителей СО в случае обнаружения существенного несоответствия установленным требованиям, вызванным халатностью производителя или поставщика ССО, предлагается в качестве крайней принудительной меры установить возможность отзыва статуса «ГСО», а также установления статуса производителя и/или поставщика СО как «недобросовестного», либо «некомпетентного» с внесением этих сведений

в соответствующий государственный информационную базу данных (например, специальную графу в реестре утвержденных типов стандартных образцов).

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

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.

Вклад соавторов: Авторы статьи внесли равноценный вклад в данную работу.

Contribution of the authors: The authors of the article made an equal contribution to this work.

Конфликт интересов: Автор заявляет 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 author 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. *Oganyan N. G.* Measurement uncertainty and corresponding risk of false decisions // *Journal of Physics: Conference Series*. 2019. Vol. 1420. P. 012003. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1420/1/012003>
2. How many shades of grey are in conformity assessment due to measurement uncertainty? // *I. Kuselman [et al.] // Journal of Physics: Conference*. 2019. Vol. 1420. P. 012001. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1420/1/012001>
3. *Оганян Н. Г.* Метрологическая прослеживаемость в системе ILAC // *Контроль качества продукции*. 2021. № 11. С. 15–18.
4. Guide to quality in analytical chemistry an aid to accreditation. *Barwick V.* (eds.). 3rd ed. 2016 // *Eurachem [website]*. URL: https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/Eurachem_CITAC_QAC_2016_EN.pdf (Accessed 4 August 2022).

REFERENCE

1. *Oganyan N. G.* Measurement uncertainty and corresponding risk of false decisions. *Journal of Physics: Conference*. 2019;1420:012003. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1420/1/012003>
2. *Kuselman I., Pennechi F. R., da Silva R. J. N. B., Hibbert D. B.* How many shades of grey are in conformity assessment due to measurement uncertainty? *Journal of Physics: Conference*. 2019;1420:012001. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1420/1/012001>
3. *Oganyan N. G.* Metrological traceability in the ILAC system. *Production Quality Control*. 2021;11:15–18. (In Russ.)
4. *Barwick V.* (ed.) Guide to quality in analytical chemistry an aid to accreditation. 2016. Available via: https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/Eurachem_CITAC_QAC_2016_EN.pdf (Accessed 4 August 2022).

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

CIPM Mutual Recognition Arrangement (CIPM MRA) // OIML [website]. URL: <https://www.bipm.org/en/cipm-mra> (accessed 8 august 2022).

ISO Guide 30:2015 Reference materials – Selected terms and definitions // ISO [website]. <https://www.iso.org/standard/46209.html> (accessed 8 august 2022).

ISO Guide 31:2015 Reference materials – Contents of certificates, labels and accompanying documentation // ISO [website]. <https://www.iso.org/standard/52468.html> (accessed 8 august 2022).

ISO Guide 33:2015 Reference materials – Good practice in using reference materials // ISO [website]. URL: <https://www.iso.org/standard/46212.html> (accessed 8 august 2022).

ISO/IEC Guide 99:2007 International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM) // ISO [website]. URL: <https://www.iso.org/standard/45324.html> (accessed 8 august 2022).

ISO/IEC17025:2017 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories // ISO [website]. URL: <https://www.iso.org/ru/standard/66912.html> (accessed 8 august 2022).

ISO 17034:2016 General requirements for the competence of reference material producers // ISO [website]. URL: <https://www.iso.org/ru/standard/29357.html> (accessed 8 august 2022).

JCGM 106:2012 Evaluation of measurement data – the role of measurement uncertainty in conformity assessment // BIPM [website]. URL: https://www.bipm.org/documents/20126/2071204/JCGM_106_2012_E.pdf/fe9537d2-e7d7-e146-5abb-2649c3450b25 (accessed 8 august 2022).

JCGM 200:2012 International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM). 3rd ed. // BIPM [website]. URL: https://www.bipm.org/documents/20126/2071204/JCGM_200_2012.pdf/f0e1ad45-d337-bbeb-53a6-15fe649d0ff1 (accessed 8 august 2022).

OIML D1 Elements for a law on metrology. 2004 // OIML [website]. URL: https://www.oiml.org/en/files/pdf_d/d001-e04.pdf (accessed 8 august 2022).

OIML D3 Legal qualification of measuring instruments. 1979 // OIML [website]. URL: https://www.oiml.org/en/files/pdf_d/d003-e79.pdf (accessed 8 august 2022).

OIML D5 Principles for the establishment of hierarchy schemes for measuring instrument. 1982 // OIML [website]. URL: https://www.oiml.org/en/files/pdf_d/d005-e82.pdf (accessed 8 august 2022).

OIML D9 Principles of metrological supervision. 2004 // OIML [website]. URL: https://www.oiml.org/en/files/pdf_d/d009-e04.pdf (accessed 8 august 2022).

OIML D12 Fields of use of measuring instruments subject to verification. 1986 // OIML [website]. URL: https://www.oiml.org/en/files/pdf_d/d012-e86.pdf (accessed 8 august 2022).

OIML D18 The use of certified reference materials in fields covered by metrological control exercised by national services of legal metrology. Basic principles. 2008 // OIML [website]. URL: https://www.oiml.org/en/files/pdf_d/d018-e08.pdf (accessed 8 august 2022).

ГОСТ ISO Guide 30–2019 Стандартные образцы – некоторые термины и определения = Reference materials. Selected terms and definitions. М.: Стандартинформ, 2019. 10 с.

ГОСТ ISO Guide 31–2019 Стандартные образцы – Содержание сертификатов, этикеток и сопроводительной документации = Reference materials. Contents of certificates, labels and accompanying documentation. М.: Стандартинформ, 2019. 11 с.

ГОСТ ISO Guide 33–2019 Стандартные образцы – Надлежащая практика применения стандартных образцов = Reference materials. Good practice in using reference materials. М.: Стандартинформ, 2019. 32 с.

ГОСТ ISO Guide 35–2015 Стандартные образцы – Общие и статистические принципы сертификации (аттестации) = Reference materials. General and statistical principles for certification. М.: Стандартинформ, 2017. 60 с.

ГОСТ ISO/IEC17025–2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий = General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. М.: Стандартинформ, 2021. 28 с.

ГОСТ Р ИСО 17034–2021 Общие требования к компетентности производителей стандартных образцов = General requirements for the competence of reference material producers. М.: Стандартинформ, 2021. 28 с.

О техническом регулировании: Федер. закон Рос. Федерации от 27 декабря 2002 № 184-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 15 декабря 2002 г.; одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 18 декабря 2002 (в редакции

от 02.07.2021 № 351-ФЗ) // КонсультантПлюс [сайт]. https://www.consultant.ru/document/cons_doc_LAW_40241/ (дата обращения: 08.08.2022).

Об обеспечении единства измерений: Федер. закон Рос. Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 11 июня 2008 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 18 июня 2008 г. (в ред. от 11.06.2021 № 170-ФЗ) // КонсультантПлюс [сайт]. URL: https://www.consultant.ru/document/cons_doc_LAW_77904/ (дата обращения: 08.08.2022).

Об утверждении перечня измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений: постановление Правительства Российской Федерации от 16 ноября 2020 г. № 1847 // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. URL: <http://publication.pravo.gov.ru/document/0001202011230047> (дата обращения: 08.08.2022).

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: приказ Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 28 августа 2020 № 2905 // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. URL: <http://publication.pravo.gov.ru/document/0001202011230062> (дата обращения: 08.08.2022).

Об утверждении формы свидетельств об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений: приказ Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 03 февраля 2015 № 164 // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. URL: <http://publication.pravo.gov.ru/document/0001201504210020> (дата обращения: 08.08.2022).

Об утверждении Положения о федеральном государственном метрологическом контроле (надзоре) и признании утратившими силу некоторых актов Правительства Российской Федерации: постановление Правительства Российской Федерации от 29 июня 2021 № 1053 // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. URL: <http://publication.pravo.gov.ru/document/0001202107010093> (дата обращения: 08.08.2022).

PMG 29–2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения = State system for ensuring the uniformity of measurements. Metrology. Basic terms and definitions. М.: Стандартиформ, 2014. 83 с.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Оганян Нарине Гарегиновна – канд. хим. наук, заместитель начальника научно-исследовательского отделения физико-химических и электрических измерений ФГУП «ВНИИФТРИ»

Российская Федерация, п. Менделеево, Московская обл.
e-mail: oganyan@vniiftri.ru
<https://orcid.org/0000-0002-0916-025X>

Добровольский Владимир Иванович – канд. техн. наук, начальник научно-исследовательского отделения физико-химических и электрических измерений ФГУП «ВНИИФТРИ»

Российская Федерация, п. Менделеево, Московская обл.
e-mail: mera@vniiftri.r
<https://orcid.org/0000-0001-6741-6252>

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Narine G. Oganyan – Cand. Sci. (Chem.), Deputy Head of Scientific Research Department of Physical-Chemical and Electrical Measurements, All-Russian Scientific Research Institute of Physical Technical and Radio Technical Measurements (VNIIFTRI) Moscow region, Mendeleevo, 141570, Russia
e-mail: oganyan@vniiftri.ru
<https://orcid.org/0000-0002-0916-025X>

Vladimir I. Dobrovolskiy – Cand. Sci. (Eng.), Head of Research Department of Physical-Chemical and Electrical Measurements, All-Russian Scientific Research Institute of Physical Technical and Radio Technical Measurements (VNIIFTRI) Moscow region, Mendeleevo, 141570, Russia
e-mail: mera@vniiftri.ru
<https://orcid.org/0000-0001-6741-6252>

■ РЕЕСТР УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ, ПРЕДСТАВЛЕННЫЙ В РАЗДЕЛЕ ФИФ

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

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

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

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

СВЕДЕНИЯ О НОВЫХ ТИПАХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

В. В. Сулова

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

В этом разделе продолжается публикация сведений о типах стандартных образцов, которые были утверждены Приказами Росстандарта к середине 2023 г. в соответствии с Административным регламентом, в который были внесены изменения согласно Приказу Росстандарта N 1404 от 17.08.2020 «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 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 12174–2023

СО ДИНАМИЧЕСКОЙ ВЯЗКОСТИ НЕФТЯНЫХ ДОРОЖНЫХ БИТУМОВ (ИМИТАТОР) (ДВ НДБ-1)

СО предназначен для контроля точности (прецизионности) результатов измерений динамической вязкости нефтяных дорожных битумов. СО может использоваться для аттестации испытательного оборудования, применяемого для определения динамической вязкости битумов, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: предприятия строительства автомобильных дорог, нефтеперерабатывающей, нефтехимической и других отраслей промышленности, связанных с производством, хранением, применением, контролем качества, оценкой соответствия качества нефтяных дорожных битумов.

Способ аттестации: межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО: динамическая вязкость нефтяных дорожных битумов, Па·с.

СО представляет собой бесцветное жидкое вещество – полидиметилсилоксан в стеклянной банке с навинчивающейся металлической крышкой. Объем материала СО в банке – 30 или 60 см³.

ГСО 12175–2023

СО СОСТАВА ИЗОСОРБИДА МОНОНИТРАТА (РАЗБАВЛЕННОГО) (ГИЛС-Изосорбида мононитрат)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли основного вещества в субстанции изосорбида мононитрата (разбавленного), фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит изосорбида мононитрат.

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

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля изосорбида мононитрата, %.

СО представляет собой субстанцию изосорбида мононитрата разбавленного – смесь изосорбида мононитрата с лактозы моногидратом, белый кристаллический порошок, расфасованный по 750 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12176–2023

СО СОСТАВА ОКСАЗЕПАМА (МЗЗ-079)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли оксазепам 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, ветеринарная промышленность, охрана окружающей среды, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля оксазепам, %.

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

ГСО 12177–2023

СО СОСТАВА ВАРФАРИНА (ВАРФАРИНА НАТРИЯ) (МЗЗ-070)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли варфарина натрия 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

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

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля варфарина натрия, %.

СО представляет собой субстанцию варфарина натрия, аморфный порошок белого или почти белого цвета, расфасованный массой от 50 до 250 мг во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12178–2023

СО СОСТАВА ФЕНОТЕРОЛА (ФЕНОТЕРОЛА ГИДРОБРОМИДА) (МЗЗ-089)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли фенотерола гидробромида 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, ветеринарная промышленность, охрана окружающей среды, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля фенотерола гидробромида, %.

СО представляет собой субстанцию фенотерола гидробромида, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 20 до 100 мг во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12179–2023

СО СОСТАВА САЛМЕТЕРОЛА (САЛМЕТЕРОЛА КСИНАФОАТА) (МЗЗ-093)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли салметерола ксинафоата 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, ветеринарная промышленность, охрана окружающей среды, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля салметерола ксинафоата, %.

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

ГСО 12180-2023

СО СОСТАВА ФЛУТИКАЗОНА (ФЛУТИКАЗОНА ПРОПИОНАТА) (МЗЗ-094)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли флутиказона пропионата 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, ветеринарная промышленность, охрана окружающей среды, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля флутиказона пропионата, %.

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

ГСО 12181-2023

СО СОСТАВА НИФЕДИПИНА (ГИЛС-Нифедипин)

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

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 нифедипина, %. СО субстанции нифедипина (Диметил[2,6-диметил-4-(2-нитрофенил)-1,4-дигидропиридин-3,5-дикарбоксилат], C₁₇H₁₈N₂O₆), желтый кристаллический порошок, расфасованный по 125 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12182-2023

СО СОСТАВА ЦИКЛОСЕРИНА (ГИЛС-ЦИКЛОСЕРИН)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли основного вещества

в субстанции циклосерина, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит циклосерин.

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 циклосерина, %. СО представляет собой субстанцию циклосерина ((4R)-4-Амино-1,2-оксазолидин-3-ОН, C₃H₆N₂O₂), порошок от белого до светло-желтого цвета, расфасованный по 250 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12183-2023

СО СОСТАВА ПРОПИОНИЛФЕНИЛЭТОКСИЭТИЛПИПЕРИДИНА (В ФОРМЕ ГИДРОХЛОРИДА) (МЗЗ-100)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли пропионилфенилэтоксипиперидина 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, ветеринарная промышленность, охрана окружающей среды, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля пропионилфенилэтоксипиперидина гидрохлорида, %.

СО представляет собой субстанцию пропионилфенилэтоксипиперидина гидрохлорида, белый или белый со слабым желтоватым оттенком кристаллический порошок, расфасованный массой от 50 до 150 мг во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12184-2023

СО СОСТАВА КАРБОКСИМА (МЗЗ-111)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли карбоксима 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, ветеринарная промышленность, охрана окружающей среды, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля карбоксима, %.

СО представляет собой субстанцию карбоксима, от белого до светло-желтого с коричневатым оттенком цвета кристаллический

порошок, расфасованный массой от 50 до 150 мг во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12185-2023

СО СОСТАВА ЗУКЛОПЕНТИКСОЛА ДЕКАНОАТА (МЗЗ-106)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли зуклопентиксола декааноата 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, ветеринарная промышленность, охрана окружающей среды, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля зуклопентиксола декааноата, %.

СО представляет собой субстанцию зуклопентиксола декааноата, желтоватую вязкую маслянистую жидкость, расфасованную массой от 250 до 500 мг во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12186-2023

СО СОСТАВА ОКСИТОЦИНА (МЗЗ-097)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли окситоцина 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

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

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля окситоцина, %. СО представляет собой субстанцию окситоцина, белый или почти белый порошок, расфасованный массой от 25 до 50 мг во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12187-2023

СО СОСТАВА РИВАРОКСАБАНА (МЗЗ-102)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли ривароксабана 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, ветеринарная промышленность, охрана окружающей среды, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

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

ГСО 12188-2023

СО СОСТАВА МОКСОНИДИНА (МЗЗ-112)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли моксонидина 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, ветеринарная промышленность, охрана окружающей среды, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля моксонидина, %. СО представляет собой субстанцию моксонидина, белый или почти белый порошок, расфасованный массой от 50 до 250 мг во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12189-2023

СО СОСТАВА ПРОПОФОЛА (МЗЗ-101)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли пропофола 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, ветеринарная промышленность, охрана окружающей среды, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля пропофола, %. СО представляет собой субстанцию пропофола, бесцветную или светло-желтую прозрачную жидкость, расфасованную массой 500 мг в ампулы темного стекла с точкой или линией разлома, помещенные в zip-пакет. Ампула и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12190-2023

СО СОСТАВА КАРБЕТОЦИНА (МЗЗ-104)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли карбетоцина 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

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

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля карбетоцина в пересчете на безводное вещество, %; массовая доля воды, %.
СО представляет собой субстанцию карбетоцина, белый аморфный порошок, расфасованный массой от 25 до 100 мг во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12191–2023

СО СОСТАВА РОПИВАКАИНА (РОПИВАКАИНА ГИДРОХЛОРИДА) (МЗ3–095)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли ропивакаина 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, ветеринарная промышленность, охрана окружающей среды, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.
Аттестованная характеристика СО: массовая доля ропивакаина гидрохлорида, %.

СО представляет собой субстанцию ропивакаина гидрохлорида, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 50 до 200 мг во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12192–2023

СО СОСТАВА ПЕРИНДОПРИЛА ТРЕТБУТИЛАМИНА (МЗ3–109)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли периндоприла третбутиламина 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, ветеринарная промышленность, охрана окружающей среды, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.
Аттестованная характеристика СО: массовая доля периндоприла третбутиламина, %.

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

ГСО 12193–2023

СО СОСТАВА ПРЕДНИЗОЛОНА (МЗ3–110)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли преднизолон 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

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

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

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

ГСО 12194–2023

СО СОСТАВА СУЛЬФАМЕТОКСАЗОЛА (МЗ3–073)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли сульфаметоксазола 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, ветеринарная промышленность, охрана окружающей среды, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

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

ГСО 12195–2023

СО СОСТАВА ХЛОРПРОМАЗИНА ГИДРОХЛОРИДА (МЗ3–105)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли хлорпромазина 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, ветеринарная промышленность, охрана окружающей среды, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.
Аттестованная характеристика СО: массовая доля хлорпромазина гидрохлорида, %.

СО представляет собой субстанцию хлорпромазина гидрохлорида, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 50 до 250 мг во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12196–2023

СО СОСТАВА СОЛЯНОКИСЛОГО РАСТВОРА, СОДЕРЖАЩЕГО ПАЛЛАДИЙ (СО АТС Pd)

СО предназначен для аттестации методик измерений массовых концентраций палладия, применяемых при анализе чистых драгоценных

металлов и сплавов на их основе, руд, содержащих драгоценные металлы, и продуктов их переработки, а также других веществ и материалов; установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений (СИ), применяемых при анализе чистых драгоценных металлов и сплавов на их основе, руд, содержащих драгоценные металлы, и продуктов их переработки, а также других веществ и материалов.

СО может быть использован для контроля точности результатов измерений массовой концентрации осмия, выполненных по методикам измерений при анализе чистых драгоценных металлов и сплавов на их основе, руд, содержащих драгоценные металлы, и продуктов их переработки, производственных, исследовательских и технологических растворов, а также других веществ и материалов при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в методиках измерений; для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: цветная металлургия, геология, научные исследования, медицина и фармацевтика.

Способ аттестации: использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая концентрация осмия, г/дм³.
СО представляет собой раствор соединения осмия в гидроксиде натрия, расфасованный в запаянные стеклянные ампулы с этикеткой объемом не менее 10 см³. Стеклянные ампулы должны быть упакованы в бумажные или пластиковые блистеры.

ГСО 12201–2023/ГСО 12208–2023

СО СОСТАВА СПЛАВОВ АЛЮМИНИЕВЫХ ЛИТЕЙНЫХ (набор VSAC13)

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 аттестации методик измерений, применяемых при определении спектральными и химическими методами анализа составов: 1) сплавов алюминиевых литейных группы I на основе системы алюминий-кремний-магний марок АК12, АК13, АК9, АК9с, АК9ч, АК9пч, АК8л, АК7, АК7ч, АК7пч (ГОСТ 1583–93); 2) сплавов алюминиевых литейных группы II на основе системы алюминий-кремний-медь марок АК5М, АК5Мч, АК5М2, АК6М2, АК8М, АК8М3, АК9М2, АК12М2, АК12ММгН, АК12М2МгН (ГОСТ 1583–93); 3) сплавов алюминиевых деформируемых системы алюминий-кремний марок EN AW-Al Si10Mg1,5, EN AW-Al Si1Fe, EN AW-Al Si10, AW-Al Si12, 4147 (ГОСТ 4784–2019); 4) сплавов алюминиевых деформируемых, предназначенных для изготовления сварочной проволоки марок СвАК5, СвАК10 (ГОСТ 4784–2019).

Стандартные образцы (СО) могут применяться для проверки средств измерений при условии соответствия стандартных образцов обязательным требованиям, установленным в методиках проверки средств измерений; 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 – 8.

ГСО 12209–2023

СО СОСТАВА ЭТИЛМЕТИЛГИДРОКСИПИРИДИНА СУКЦИНАТА (МЗ3-096)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли этилметилгидроксипиридина сукцината 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, ветеринарная промышленность, охрана окружающей среды, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.
Аттестованная характеристика СО: массовая доля этилметилгидроксипиридина сукцината, %.

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

ГСО 12210–2023

СО СОСТАВА ИЗОНИАЗИДА (МЗ3-108)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли изониазида 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, ветеринарная промышленность, охрана окружающей среды, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.
Аттестованная характеристика СО: массовая доля изониазида, %.
СО представляет собой субстанцию изониазида, белый (или почти белый) кристаллический порошок или бесцветные кристаллы, расфасованные массой от 100 до 250 мг во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12211–2023

СО СОСТАВА РИВАСТИГМИНА (РИВАСТИГМИНА ГИДРОТАРТРАТА) (МЗ3-103)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли ривастигмина гидротартрата 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

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

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля ривастигмина гидротартрата, %.

СО представляет собой субстанцию ривастигмина гидротартрата, белый (или почти белый) кристаллический или мелкокристаллический порошок, расфасованный массой от 100 до 250 мг во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12212-2023

СО СОСТАВА АПИКСАБАНА (МЭЗ-098)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли аликсабана 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

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

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля аликсабана, %.

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

ГСО 12213-2023

СО СОСТАВА ДЕКСАМЕТАЗОНА (МЭЗ-107)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли дексаметазона 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

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

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля дексаметазона, %.

СО представляет собой субстанцию дексаметазона, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 50 до 250 мг во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12214-2023

СО СОСТАВА АЛЛОПУРИНОЛА (МЭЗ-064)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли аллопуринола 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

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

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля аллопуринола, %.

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

ГСО 12215-2023

СО СОСТАВА МАННИТОЛА (МЭЗ-058)

СО предназначен для поверки средств измерений, контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли маннитола 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

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

Способ аттестации: использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля маннитола, %.

СО представляет собой субстанцию маннитола, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 1,0 до 2,0 г во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12216-2023

СО СОСТАВА ДЕКСТРОЗЫ (ДЕКСТРОЗЫ МОНОГИДРАТА) (МЭЗ-057)

СО предназначен для поверки средств измерений, контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли декстрозы 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

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

Способ аттестации: использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля декстрозы, %.

СО представляет собой субстанцию декстрозы моногидрата, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 0,5 до 1,5 г во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12217-2023

СО СОСТАВА ТОПИРАМАТА (МЭЗ-074)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли топирамата 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; характеристики стандартных образцов, материалов.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, ветеринарная промышленность, охрана окружающей среды, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, научные исследования.

Способ аттестации: использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля топирамата, %. СО представляет собой субстанцию топирамата, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 100 до 200 мг во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12218-2023

СО СОСТАВА МОМЕТАЗОНА (МОМЕТАЗОНА ФУРОАТА) (ГИЛС-Мометазон)

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

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля мометазона фуруата, %.

СО представляет собой субстанцию мометазона фуруата, белый или почти белый 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 12219-2023

СО СОСТАВА СИМВАСТАТИНА (ГИЛС-Симвастатин)

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

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

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля симвастатина, %. СО представляет собой субстанцию симвастатина, 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 12220-2023

СО СОСТАВА НИСТАТИНА (ГИЛС-Нистатин)

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

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

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля нистатина, %. СО представляет собой субстанцию нистатина, порошок светло-желтого цвета, 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 12221-2023

СО СОСТАВА АМИОФИЛЛИНА (ГИЛС-Аминофиллин)

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

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

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля аминофиллина, %. СО представляет собой субстанцию аминофиллина, белый или белый с желтоватым оттенком 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 12222-2023

СО СОСТАВА АМИКАЦИНА (АМИКАЦИНА СУЛЬФАТА) (ГИЛС-Амикацин)

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

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

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля амикацина сульфата, %.

СО представляет собой субстанцию амикацина сульфата, белый или почти белый 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 12223-2023

СО СОСТАВА ЛЕФЛУНОМИДА (ГИЛС-Лефлуномид)

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

СО может использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики 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 лефлуномида, %. СО представляет собой субстанцию лефлуномида, 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 12224-2023

СО СОСТАВА МЕБЕВЕРИНА (МЕБЕВЕРИНА ГИДРОХЛОРИДА) (ГИЛС-Мебеверин)

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

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля мебеверина гидрохлорида, %.

СО представляет собой субстанцию мебеверина гидрохлорида, 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 12225-2023

СО СОСТАВА ТАМСУЛОЗИНА (ТАМСУЛОЗИНА ГИДРОХЛОРИДА) (ГИЛС-Тамсулозин)

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

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

соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики калибровки.

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля тамсулозина гидрохлорида, %.

СО представляет собой субстанцию тамсулозина гидрохлорида, 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 12226-2023

СО МОДИФИКАТОРА КОМПЛЕКСНОГО SIBAR®4 (ИСО Ф51)

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

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

Способ аттестации: межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов, %. Материал СО приготовлен из модификатора комплексного SIBAR®4 (ТУ 0820-025-72684889-2015 «Модификатор комплексный SIBAR®4») в виде порошка крупностью не более 0,16 мм (ГОСТ 24991-81). Материал расфасован по (50–200) г в банки, на которые наклеены этикетки. Банки герметично запаяны и упакованы в коробки с этикетками.

ГСО 12227-2023

СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ПЫЛИ, ОСАЖДЕННОЙ НА ФИЛЬТР АФА-ВП ИЗ ВОЗДУШНОЙ СРЕДЫ (В-Пыль-01-МК СО УНИИМ)

СО предназначен для аттестации методик измерений массовой концентрации пыли в воздушных средах (атмосферный воздух, воздух рабочей зоны, промышленные выбросы в атмосферу); контроля точности результатов измерений массовой концентрации пыли в воздушных средах.

Область применения: научные исследования, анализ воздушных сред.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая концентрация пыли, мг/м³.

СО состоит из двух фильтров АФА-ВП (с маркировками): фильтра АФА-ВП с осажженной пылью и фильтра АФА-ВП без осажженной пыли, помещенных в один полиэтиленовый пакет с этикеткой и запаянных герметизирующими водо- и воздухонепроницаемыми швами. В качестве имитатора пыли выступает медный купорос (сульфат меди (II) 5-ти водный).

ГСО 12228-2023

СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ПЫЛИ, ОСАЖДЕННОЙ НА ФИЛЬТР АФА-ВП ИЗ ВОЗДУШНОЙ СРЕДЫ (В-Пыль-01-СМ СО УНИИМ)

СО предназначен для аттестации методик измерений массовой концентрации пыли в воздушных средах (атмосферный воздух, воздух

рабочей зоны, промышленные выбросы в атмосферу); контроля точности результатов измерений массовой концентрации пыли в воздушных средах.

Область применения: научные исследования, анализ воздушных сред.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая концентрация пыли, мг/м³.

СО состоит из двух фильтров АФА-ВП (с маркировками): фильтра АФА-ВП с осажженной пылью и фильтра АФА-ВП без осажженной пыли, помещенных в один полиэтиленовый пакет с этикеткой и запаянных герметизирующими водо- и воздухопроницаемыми швами. В качестве имитатора пыли выступает соль Мора (сульфат аммония-железа (II) 6-водный).

ГСО 12229-2023/ГСО 12230-2023

СО ТЕМПЕРАТУРЫ ФАЗОВЫХ ПЕРЕХОДОВ (набор СО СОТФС-3)

СО предназначены для аттестации методик (методов) измерений и контроля точности результатов измерений температуры фазовых переходов металлов, солей металлов, оксидов металлов и неорганических веществ.

СО могут применяться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики установок и средств измерений (СИ) в области термического анализа при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик измерений; поверки и калибровки установок и СИ в области термического анализа при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в методиках поверки и калибровки СИ; контроля метрологических характеристик установок и СИ термического анализа при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

Область применения: метрологический надзор, электронная, химическая промышленность, научные исследования композиционных материалов.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: температура фазового перехода, К, °С.

СО представляют собой высокочистые вещества (никель или палладий) с массовой долей основного вещества от 99,9 % до 99,99 % в виде кусочков произвольной формы, фольги или проволоки, расфасованных по 0,4 г; 0,5 г; 1,0 г либо 2,0 г в стеклянные виалы с завинчивающимися крышками и этикетками. Набор состоит из двух типов СО.

ГСО 12231-2023

СО УДЕЛЬНОЙ ЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ПРОВОДИМОСТИ НЕФТЕПРОДУКТОВ (УЭП-СХ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений удельной электрической проводимости нефтепродуктов, включая авиационные (реактивные) и дистиллятные топлива.

Область применения: нефтехимическая и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: удельная электрическая проводимость, пСм/м.

СО представляет собой смесь авиационного топлива и антистатической добавки, разлитую в полимерные флаконы с уплотнительной пробкой и навинчивающейся крышкой и с этикеткой. Объем материала СО в каждом отдельном флаконе должен составлять не менее 1 дм³.

ГСО 12232-2023

СО СОСТАВА ЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ МАСЕЛ (СО ТМ-ПА-1)

СО предназначен для аттестации, валидации и верификации методик измерений, верификации оборудования и контроля точности результатов измерений массовой доли ионола

(агидола-1; 2,6-ди-трет-бутил-п-крезола) в энергетических маслах по ГОСТ Р МЭК 60666–2013, ГОСТ IEC60666–2014, СТО 56947007–29.180.010.008–2008, РД 34.43.105–89, РД 34.43.208–95, РД 34.43.209–97, МКХА 01–99, МКХА КН-01–12 (ФР.1.31.2015.21310), СТО 70238424.27.100.053–2013, ASTM D2668–07(2021), ASTM D4768–11(2019) и массовой доли фурановых производных (фурфуролового спирта, фурфуrolа, 2-ацетилфурана и 5-метилфурфуrolа) в энергетических маслах по ГОСТ Р МЭК 61198–2013, ГОСТ IEC61198–2014, IEC61198(1993), РД 34.51.304–94, СТО 56947007–29.180.010.009–2008, МКХА 01–99, СТО 70238424.27.100.053–2013, МКХА КН-01–12 (ФР.1.31.2015.21310), ASTM D5837–15.

СО может применяться для поверки средств измерений при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в методиках поверки средств измерений; калибровки средств измерений при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках калибровки средств измерений; установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений.

Область применения: нефтехимическая, нефтеперерабатывающая, химическая промышленности.

Способ аттестации: межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля ионола (агидола-1; 2,6-ди-трет-бутил-п-крезола), %; массовая доля фурановых производных (фурфуролового спирта, фурфуrolа, 2-ацетилфурана, 5-метилфурфуrolа), млн⁻¹ (мг/кг).

СО представляет собой раствор ионола и фурановых производных в энергетическом масле, расфасованный во флакон с этикеткой, закрытый полиэтиленовой пробкой с плотно завинчивающейся крышкой, объем материала во флаконе не менее 25 см³, 50 см³ или не менее 100 см³.

ГСО 12233-2023

СО СОСТАВА БАКЛОФЕНА (ГИЛС-Баклофен)

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

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 баклофена, %. СО представляет собой субстанцию баклофена ((3RS)-4-Амино-3-(4-хлорфенил)бутановая кислота, C₁₀H₁₂ClNO₂), белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 350 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12234-2023

СО СОСТАВА БЕКЛОМЕТАЗОНА (БЕКЛАМЕТАЗОНА ДИПРОПИОНАТА) (ГИЛС-Беклометазон)

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

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 беклометазона дипропионата, %.

СО представляет собой субстанцию беклометазона дипропионата ((11бета-Гидрокси-16бета-метил-3,20-диоксо-9-хлорпрегна-1,4-диен-17,21-диил) дипропионат, $C_{28}H_{37}ClO_7$), белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 200 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12235-2023

СО СОСТАВА БЕТАМЕТАЗОНА (ГИЛС-Бетаметазон)

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

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 бетаметазона, %. СО представляет собой субстанцию бетаметазона ([11бета-Гидрокси-16бета-метил-3,20-диоксо-9альфа-фторпрегна-1,4-диен-17альфа,21-диил]дипропионат, $C_{28}H_{37}FO_7$), белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 200 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12236-2023

СО СОСТАВА КАЛЬЦИЯ ФОЛИНАТА (ГИЛС-Кальция фолинат)

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

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 фолината, %.

СО представляет собой субстанцию кальция фолината (calcium;(2S)-2-[[4-[(2-amino-5-formyl-4-oxo-3,6,7,8-tetrahydropteridin-6-yl)methylamino]benzoyl]amino]pentanedioate, $C_{20}H_{21}CaN_7O_7$), белый или светло-желтый аморфный или кристаллический порошок,

расфасованный по 110 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12237-2023

СО СОСТАВА ПИРАЗИНАМИДА (ГИЛС-Пиразинамид)

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

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 пиразинамида, %.

СО субстанции пиразинамида (Пиразин-2-карбоксамид, $C_5H_5N_3O$), белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 200 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12238-2023

СО СОСТАВА ПРОГЕСТЕРОНА (ГИЛС-Прогестерон)

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

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 прогестерона, %.

СО представляет собой субстанцию прогестерона (Прегн-4-ен-3,20-дион, $C_{21}H_{30}O_2$), белый (или почти белый) кристаллический порошок или бесцветные кристаллы, расфасованные по 200 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12239-2023

СО СОСТАВА СУЛЬФАСАЛАЗИНА (ГИЛС-Сульфасалазин)

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

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 сульфасалазина, %. СО представляет собой субстанцию сульфасалазина (2-hydroxy-5-[[4-(pyridin-2-ylsulfamoyl)phenyl]diazenyl]benzoic acid, $C_{18}H_{14}N_4O_5S$), желтый кристаллический порошок, расфасованный по 125 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12240–2023

СО СОСТАВА ТИАМАЗОЛА (ГИЛС-Тиамазол)

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

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 тиамазола, %. СО представляет собой субстанцию тиамазола (1-Метил-1,3-дигидро-2Н-имидазол-2-тион, $C_4H_6N_2S$), белый или светло-коричневый кристаллический порошок со слабым характерным запахом, расфасованный по 200 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12241–2023

СО СОСТАВА ТИКАГРЕЛОРА (ГИЛС-Тикагрелор)

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

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 тикагрелора, %. СО представляет собой субстанцию тикагрелора ((1S,2S,3S,5R)-3-(2-Гидроксиэтокси)-5-(7-(((1R,2S)-2-(3,4-дифторфенил)циклопропил)амино)-5-(пропилсульфа-нил)-3Н-[1,2,3]триазоло[4,5-d]пиримидин-3-ил)циклопентан-1,2-диол, $C_{23}H_{28}F_2N_6O_4S$), от белого до белого с розоватым оттенком цвета 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 12242–2023

СО СОСТАВА ТИОРИДАЗИНА (ТИОРИДАЗИНА ГИДРОХЛОРИДА) (ГИЛС-Тиоридазин)

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

вещества в субстанции тиоридазина гидрохлорида, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит тиоридазин гидрохлорид.

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

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля тиоридазина гидрохлорида, %.

СО представляет собой субстанцию тиоридазина гидрохлорида (10-[2-(1-methylpiperidin-2-yl)ethyl]-2-methylsulfanylphenothiazine; hydrochloride, $C_{27}H_{28}N_2S_2\cdot HCl$), белый или почти белый порошок, расфасованный по 200 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12243–2023

СО СОСТАВА ДАБИГАТРАНА ЭТЕКСИЛАТА (В ФОРМЕ МЕЗИЛАТА) (ГИЛС-Дабигатрана этексилат)

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

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

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля дабигатрана этексилата мезилата, %.

СО представляет собой субстанцию дабигатрана этексилата мезилата, порошок от желто-белого до желтого цвета, 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 12244–2023

СО СОСТАВА ЙОПРОМИДА (ГИЛС-Йопромид)

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

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

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля йопромида, %.

СО представляет собой субстанцию йопромида, белый кристаллический порошок, расфасованный по 400 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12245-2023

СО СОСТАВА ЛЕВОТИРОКСИНА НАТРИЯ (В ФОРМЕ ГИДРАТА) (ГИЛС-Левотироксин натрия)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли левотироксина натрия в субстанции левотироксина натрия гидрата, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит левотироксин натрия. СО может использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики 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 левотироксина натрия, %.

СО представляет собой субстанцию левотироксина натрия гидрата, почти белый или слегка коричневатого-желтый 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 12246-2023

СО СОСТАВА ПРОПАФЕНОНА (ПРОПАФЕНОНА ГИДРОХЛОРИДА) (ГИЛС-Пропафенон)

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

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

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля пропафенона гидрохлорида, %.

СО представляет собой субстанцию пропафенона гидрохлорида, белый 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 12247-2023

СО СОСТАВА СОТАЛОЛА (СОТАЛОЛА ГИДРОХЛОРИДА) (ГИЛС-Соталол)

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

соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики калибровки.

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля соталола гидрохлорида, %.

СО представляет собой субстанцию соталола гидрохлорида, белый или почти белый порошок, расфасованный по 300 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12248-2023

СО СОСТАВА СЕРТРАЛИНА (СЕРТРАЛИНА ГИДРОХЛОРИДА) (ГИЛС-Сертралин)

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

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля сертралина гидрохлорида, %.

СО представляет собой субстанцию сертралина гидрохлорида, 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 12249-2023

СО СОСТАВА ТЕМОЗОЛОМИДА (ГИЛС-Темозоломид)

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

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

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля темозоломида, %.

СО представляет собой субстанцию темозоломида, белый, или слегка коричневый, или слегка розовый 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 12250-2023

СО СОСТАВА ЭТАМБУТОЛА (ЭТАМБУТОЛА ДИГИДРОХЛОРИДА) (ГИЛС-Этамбутол)

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

вещества в субстанции этамбутола дигидрохлорида, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит этамбутола дигидрохлорид.

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

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля этамбутола дигидрохлорида, %.

СО представляет собой субстанцию этамбутола дигидрохлорида, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 250 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12251-2023

СО СОСТАВА ВИЛДАГЛИПТИНА (ГИЛС-Вилдаглиптин)

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

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 вилдаглиптина, %. СО представляет собой субстанцию вилдаглиптина ((2S)-1-{2-[3-Гидрокси-1-адамантил)амино]ацетил}пирролидин-2-карбонитрил, $C_{17}H_{26}N_3O_2$), белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 250 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12252-2023

СО СОСТАВА ДЖОЗАМИЦИНА (ГИЛС-Джозамицин)

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

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 джозамицина, %. СО представляет собой субстанцию джозамицина (([2S,3S,4R,6S)-6-[[2R,3S,4R,5R,6S)-6-[[[4R,5S,6S,7R,9R,10R,11E,13E,16R)-4-acetyloxy-10-hydroxy-5-methoxy-9,16-dimethyl-2-oxo-7-(2-oxoethyl)-1-oxacyclohexadeca-11,13-dien-6-yl]

oxy]-4-(dimethylamino)-5-hydroxy-2-methyloxan-3-yl]oxy-4-hydroxy-2,4-dimethyloxan-3-yl]3-methylbutanoate, $C_{42}H_{69}NO_{15}$), белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 150 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12253-2023

СО СОСТАВА ТРИФЛУОПЕРАЗИНА (ТРИФЛУОПЕРАЗИНА ГИДРОХЛОРИДА) (ГИЛС-Трифлуоперазин)

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

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

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля трифлуоперазина гидрохлорида, %.

СО представляет собой субстанцию трифлуоперазина гидрохлорида (10-[3-(4-Метилпиперазин-1-ил)пропил]-2-(трифторметил)-10Н-фенотиазина дигидрохлорид, $C_{21}H_{24}F_3N_3S_2HCl$), от белого до светло-желтого цвета кристаллический порошок, расфасованный по 200 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12254-2023

СО СОСТАВА СИТАГЛИПТИНА (СИТАГЛИПТИНА ФОСФАТА МОНОГИДРАТА) (ГИЛС-Ситаглиптин)

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

СО представляет собой субстанцию ситаглиптина фосфата моногидрата ((3R)-3-Амино-1-[3-(трифторметил)-5,6-дигидро[1,2,4]триазоло[4,3-а]пиперазин-7(8Н)-ил]-4-(2,4,5-трифторфенил)бутан-1-она фосфат(1:1) моногидрат, $C_{16}H_{15}F_6N_5O \cdot H_3PO_4 \cdot H_2O$), белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 200 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12255-2023

СО СОСТАВА ТЕРИЗИДОНА (ГИЛС-Теризидон)

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

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 теризидона, %. СО представляет собой субстанцию теризидона (4,4'-[1,4-Фениленбис(метилденамино)]ди[(4R)-1,2-оксазолидин-3-он], $C_{14}H_{14}N_4O_4$), белый или белый с желтоватым оттенком порошок, расфасованный по 200 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12256-2023

СО СОСТАВА СЕВОФЛУРАНА (ГИЛС-Севофлуран)

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

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 севофлурана, %. СО представляет собой субстанцию севофлурана (1,1,1,3,3,3-Гексафтор-2-(фторметокси)пропан, $C_4H_7F_7O$), прозрачную бесцветную летучую жидкость, расфасованную по 1 см³ во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12257-2023

СО СОСТАВА НИТРОГЛИЦЕРИНА (раствор в этаноле)

(ГИЛС-Нитроглицерин)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли нитроглицерина в фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит нитроглицерин.

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 нитроглицерина, %. СО представляет собой субстанцию нитроглицерина ((Пропан-1,2,3-триил)тринитрат, $C_3H_5N_3O_9$) (раствор в этаноле), прозрачную бесцветную жидкость, расфасованную по 200 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12258-2023

СО СОСТАВА ГЕМЦИТАБИНА (ГЕМЦИТАБИНА ГИДРОХЛОРИДА)

(ГИЛС-Гемцитабин)

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

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

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля гемцитабина гидрохлорида, %.

СО представляет собой субстанцию гемцитабина гидрохлорида, белый или почти белый 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 12259-2023

СО СОСТАВА МЕМАНТИНА (МЕМАНТИНА ГИДРОХЛОРИДА)

(ГИЛС-Мемантин)

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

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля мемантина гидрохлорида, %.

СО представляет собой субстанцию мемантина гидрохлорида, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 150 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12260-2023

СО СОСТАВА КОЛЕКАЛЬЦИФЕРОЛА (ГИЛС-Колекальциферол)

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

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

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля колекальциферола, %.

СО представляет собой субстанцию колекальциферола, белые или почти белые кристаллы, расфасованные по 150 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12261-2023

СО СОСТАВА ИВАБРАДИНА (ИВАБРАДИНА ГИДРОХЛОРИДА) (ГИЛС-Ивабрадин)

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

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля ивабрадина гидрохлорида, %.

СО представляет собой субстанцию ивабрадина гидрохлорида, 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 12262-2023

СО СОСТАВА ОКСАЛИПЛАТИНА (ГИЛС-Оксалиплатин)

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

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

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля оксалиплатина, %. СО представляет собой субстанцию оксалиплатина, белый порошок, расфасованный по 125 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12263-2023

СО СОСТАВА ДАПАГЛИФЛОЗИНА (ГИЛС-Дапаглифлозин)

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

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 дапаглифлозина, %. СО представляет собой субстанцию дапаглифлозина ((1S)-1,5-Anhydro-1-C-[4-chloro-3-[(4-ethoxyphenyl)methyl]phenyl]-Dglucitol, $C_{21}H_{22}ClO_6$), белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 100 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12264-2023

СО СОСТАВА ДОЛУТЕГРАВИРА (ГИЛС-Долутегравир)

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

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 долутегравира, %. СО представляет собой субстанцию долутегравира ((4R,9aS)-5-Hydroxy-4-methyl-6,10-dioxo-3,4,6,9,9a,10-hexahydro-2H-1-oxa-4a,8a-diaza-anthracene-7-carboxylic acid 2,4-difluoro-benylamide, $C_{20}H_{19}F_2N_3O_5$), белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 200 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12265-2023

СО СОСТАВА МЕТИЛПРЕДНИЗОЛОНА (ГИЛС-Метилпреднизолон)

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

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 метилпреднизолона, %. СО представляет собой субстанцию метилпреднизолона (11бета,17,21-Тригидрокси-6альфа-метилпрегна-1,4-диен-3,20-дион, $C_{22}H_{30}O_5$), белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 240 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12266-2023

СО СОСТАВА ОЛАНЗАПИНА (ГИЛС-Оланзапин)

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

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 оланзапина, %. СО представляет собой субстанцию оланзапина (2-Метил-4-(4-метилпиперазин-1-ил)-10Н-тиено[2,3-б] [1,5]бензодиазепин, $C_{17}H_{20}N_4S$), желтый кристаллический порошок, расфасованный по 200 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12267-2023

СО СОСТАВА ПАЛИПЕРИДОНА (ГИЛС-Палиперидон)

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

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 палиперидона, %. СО представляет собой субстанцию палиперидона ((9RS)-3-[2-[4-(6-флюоро-1,2-бензисоказол-3-ил)пиперидин-1-ил]этил]-9-гидроxy-2-methyl-6,7,8,9-tetrahydro-4H-pyrido[1,2-a]pyrimidin-4-one, $C_{23}H_{27}FN_4O_3$), белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный

по 200 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12268-2023

СО СОСТАВА ТИЗАНИДИНА ГИДРОХЛОРИДА (ГИЛС-Тизанидин)

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

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля тизанидина гидрохлорида, %.

СО представляет собой субстанцию тизанидина гидрохлорида (N-(4,5-Дигидро-1Н-имидазол-2-ил)-5-хлор-2,1,3-бензотиадиазол-4-амин гидрохлорид, $C_9H_9ClN_5S \cdot HCl$), от белого до светло-желтого цвета кристаллический порошок, расфасованный по 200 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12269-2023

СО СОСТАВА СОСТАВА ЦИКЛОСПОРИНА (ГИЛС-Циклоспорин)

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

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 циклоспорина, %. СО представляет собой субстанцию циклоспорина ((1,11-Цикло[L-аланил-D-аланил-N-метил-L-лейцил-N-метил-L-валил-(6E)-(2S,3R,4R)-2-амино-3-гидрокси-N-метил-L-лейцил-L-валил-N-метил-L-лейцин], $C_{62}H_{111}N_{11}O_{12}$), белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 50 мг во флаконы из темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

СВЕДЕНИЯ О СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦАХ УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ, В КОТОРЫЕ БЫЛИ ВНЕСЕНЫ ИЗМЕНЕНИЯ В ЧАСТИ СРОКА ДЕЙСТВИЯ УТВЕРЖДЕННОГО ТИПА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА

В. В. Сулова

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

В соответствии с требованиями Приказа Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2905 (вступил в силу 01.01.2021 г.)¹ решение о внесении изменений в сведения в части срока действия утвержденного типа стандартных образцов (далее – СО) принимает Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт) на основании заявления правообладателя утвержденного типа СО². К заявлению прилагается заключение по результатам рассмотрения конструкторской, технологической и (или) технической документации стандартного образца, подтверждающее, что изменения в конструкторскую, технологическую и (или) техническую документацию СО не вносились и сведения об утвержденном типе СО, содержащиеся в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений, соответствуют технической документации СО. Заявление при внесении изменений в сведения в части срока действия утвержденного типа СО подается не менее, чем за 30 рабочих дней до окончания срока действия утвержденного типа стандартных образцов.

Решение о внесении изменений в сведения об утвержденном типе стандартных образцов принимается Росстандартом в форме приказа с продлением срока действия на последующие 5 лет с даты окончания действия утвержденного типа СО.

СО утвержденного типа, в сведения о которых внесены изменения в части срока действия СО в начале 2023 года, представлены в таблице.

¹ Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2905 «Об утверждении порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, порядка утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений, внесения изменений в сведения о них, порядка выдачи сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, формы сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений и порядка их нанесения»

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

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до
<i>Приказ Росстандарта № 540 от 15.03.2023</i>			
ГСО 8991–2008	СО массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах (МПН-ВНИИМ-0,005)	серийное	20.04.2028
ГСО 8992–2008	СО массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах (МПН-ВНИИМ-0,01)	серийное	20.04.2028
ГСО 8993–2008	СО массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах (МПН-ВНИИМ-0,05)	серийное	20.04.2028
ГСО 8994–2008	СО массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах (МПН-ВНИИМ-0,1)	серийное	20.04.2028
ГСО 8995–2008	СО массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах (МПН-ВНИИМ-0,25)	серийное	20.04.2028
ГСО 8996–2008	СО массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах (МПН-ВНИИМ-0,5)	серийное	20.04.2028
ГСО 8997–2008	СО массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах (МПН-ВНИИМ-1)	серийное	20.04.2028
ГСО 8998–2008	СО массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах (МПН-ВНИИМ-2)	серийное	20.04.2028
ГСО 8999–2008	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (ВН-ВНИИМ-0,1)	серийное	20.04.2028
ГСО 9000–2008	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (ВН-ВНИИМ-0,3)	серийное	20.04.2028
ГСО 9001–2008	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (ВН-ВНИИМ-0,5)	серийное	20.04.2028
ГСО 9002–2008	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (ВН-ВНИИМ-0,7)	серийное	20.04.2028
ГСО 9003–2008	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (ВН-ВНИИМ-1)	серийное	20.04.2028
ГСО 9004–2008	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (ВН-ВНИИМ-2)	серийное	20.04.2028
ГСО 9005–2008	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (ВН-ВНИИМ-3)	серийное	20.04.2028
ГСО 9006–2008	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (ВН-ВНИИМ-4)	серийное	20.04.2028
ГСО 9007–2008	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (ВН-ВНИИМ-5)	серийное	20.04.2028
ГСО 9008–2008	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (ВН-ВНИИМ-6)	серийное	20.04.2028
<i>Приказ Росстандарта № 541 от 15.03.2023</i>			
ГСО 11037–2018	СО изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода (ИСУДУ-ВНИИМ-ЭС)	серийное	20.04.2028
ГСО 7089–93	СО пенетрации битумов (ГПИ-3)	серийное	04.12.2028
ГСО 7090–93	СО пенетрации битумов (ГПИ-4)	серийное	04.12.2028
ГСО 8230–2003	СО температуры хрупкости (нефтяной битум) (ТХБ-3)	серийное	04.12.2028
ГСО 8492–2003	СО температуры размягчения битумов по кольцу и шару (ТКИШ-1)	серийное	04.12.2028
ГСО 8493–2003	СО температуры размягчения битумов по кольцу и шару (ТКИШ-2)	серийное	04.12.2028
ГСО 9277–2008	СО растяжимости (дуктильности) нефтяных битумов (ДНБ-3)	серийное	29.12.2028

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до
ГСО 9278–2008	СО растяжимости (дуктильности) нефтяных битумов (ДНБ-4)	серийное	29.12.2028
<i>Приказ Росстандарта № 563 от 16.03.2023</i>			
ГСО 11047–2018	СО состава искусственной газовой смеси в азоте (N ₂ -МГПЗ-1)	серийное	15.05.2028
ГСО 11048–2018	СО состава искусственной газовой смеси в азоте (N ₂ -МГПЗ-2)	серийное	15.05.2028
ГСО 11049–2018	СО состава искусственной газовой смеси в воздухе (Air-МГПЗ-1)	серийное	15.05.2028
ГСО 11050–2018	СО состава искусственной газовой смеси в воздухе (Air-МГПЗ-2)	серийное	15.05.2028
ГСО 11051–2018	СО состава искусственной газовой смеси в аргоне (Ar-МГПЗ-1)	серийное	15.05.2028
ГСО 11052–2018	СО состава искусственной газовой смеси в аргоне (Ar-МГПЗ-2)	серийное	15.05.2028
ГСО 11053–2018	СО состава искусственной газовой смеси в гелии (He-МГПЗ-1)	серийное	15.05.2028
ГСО 11054–2018	СО состава искусственной газовой смеси в гелии (He-МГПЗ-2)	серийное	15.05.2028
ГСО 11055–2018	СО состава искусственной газовой смеси на основе постоянных газов (ПГ-МГПЗ-1)	серийное	15.05.2028
ГСО 11056–2018	СО состава искусственной жидкой смеси метилпаратиона в гексане	серийное	21.05.2028
ГСО 11057–2018	СО состава искусственной жидкой смеси метилпаратиона в изооктане	серийное	21.05.2028
ГСО 11068–2018	СО удельной электрической проводимости авиационных топлив (СО УЭП-РТ-ПА)	серийное	21.06.2028
ГСО 11111–2018	СО коэффициента фильтруемости дизельного топлива (СО КФ-ПА)	серийное	03.07.2028
<i>Приказ Росстандарта № 565 от 16.03.2023</i>			
ГСО 9944–2011	СО состава раствора ионов ртути (SRM 3133)	единичное	01.11.2025
ГСО 10082–2012	СО изотопного состава хрома (SRM 979)	единичное	31.05.2033
<i>Приказ Росстандарта № 566 от 16.03.2023</i>			
ГСО 1182–93П	СО стали легированной типа 8ХФ (УНЛ12)	серийное	17.05.2028
ГСО 1421–87П	СО феррохрома типа ФХ015Б (Ф11)	серийное	17.05.2028
ГСО 4214–88	СО сплава прецизионного типа 35КХ6Ф (С55)	серийное	17.05.2028
ГСО 7352–97	СО стали углеродистой типа 05кп (У18)	серийное	17.05.2028
ГСО 9047–2008	СО стали легированной типов 20ХН4ФА, Св-06НЗ (С61)	серийное	17.05.2028
ГСО 10227–2013	СО состава раствора хлорид-ионов (Хл-10)	серийное	08.05.2028
ГСО 10228–2013	СО состава раствора ионов натрия (На-10)	серийное	08.05.2028
ГСО 10229–2013	СО состава раствора ионов лития	серийное	08.05.2028
<i>Приказ Росстандарта № 591 от 20.03.2023</i>			
ГСО 8484–2003	СО массовой доли алюминия, железа, кадмия, кобальта, марганца, меди, молибдена, никеля, свинца, цинка, осажденных на фильтр из водного раствора (МО-1)	серийное	27.03.2023
ГСО 8956–2008	СО открытой пористости и газопроницаемости горных пород	серийное	27.03.2023

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до
ГСО 11025–2018	СО субстанции глатирамера ацетата	серийное	27.03.2023
ГСО 11026–2018	СО состава раствора 2,4,6-тринитротолуола (тротила) в ацетонитриле (ТНТ-ГосНИИХП-5)	серийное	27.03.2023
ГСО 11027–2018	СО состава раствора 1,3,5-тринитро-1,3,5-триазадициклогексана (гексогена) в ацетонитриле (Гкс-ГосНИИХП-5)	серийное	27.03.2023
ГСО 9273–2008	СО состава и свойств нефти (СТ-Н-ПВС)	серийное	11.04.2023
ГСО 10220–2013	СО массовой доли фурановых производных в трансформаторном масле (комплект Ф-Тр-КН)	серийное	11.04.2023
ГСО 10221–2013	СО массовой доли ионола (агидола-1) в турбинном масле (комплект И-Турб-КН)	серийное	11.04.2023
ГСО 9009–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН-ВНИИМ-0,001)	серийное	11.05.2023
ГСО 9010–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН-ВНИИМ-0,002)	серийное	11.05.2023
ГСО 9011–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН-ВНИИМ-0,003)	серийное	11.05.2023
ГСО 9012–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН-ВНИИМ-0,004)	серийное	11.05.2023
ГСО 9013–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН-ВНИИМ-0,005)	серийное	11.05.2023
ГСО 9014–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН-ВНИИМ-0,006)	серийное	11.05.2023
ГСО 9015–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН-ВНИИМ-0,008)	серийное	11.05.2023
ГСО 9016–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН-ВНИИМ-0,01)	серийное	11.05.2023
ГСО 9017–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН-ВНИИМ-0,02)	серийное	11.05.2023
ГСО 9018–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН-ВНИИМ-0,03)	серийное	11.05.2023
ГСО 9049–2008	СО температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле (ОТ-М-1)	серийное	15.05.2023
ГСО 9050–2008	СО температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле (ОТ-М-2)	серийное	15.05.2023
ГСО 9051–2008	СО температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле (ОТ-М-3)	серийное	15.05.2023
ГСО 9093–2008	СО кинематической вязкости нефтепродуктов (КВ-М-МТ)	серийное	15.05.2023
ГСО 9094–2008	СО кинематической вязкости нефтепродуктов (КВ-М-ТД)	серийное	15.05.2023
ГСО 9095–2008	СО кинематической вязкости нефтепродуктов (КВ-М-МК)	серийное	15.05.2023
ГСО 9096–2008	СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле (ЗТ-М-1)	серийное	15.05.2023
ГСО 9097–2008	СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле (ЗТ-М-2)	серийное	15.05.2023

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до
ГСО 9098–2008	СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле (ЗТ-М-3)	серийное	15.05.2023
ГСО 9031–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-0,005)	серийное	21.06.2023
ГСО 9032–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-0,01)	серийное	21.06.2023
ГСО 9033–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-0,03)	серийное	21.06.2023
ГСО 9034–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-0,06)	серийное	21.06.2023
ГСО 9035–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-0,1)	серийное	21.06.2023
ГСО 9036–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-0,5)	серийное	21.06.2023
ГСО 9037–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-0,6)	серийное	21.06.2023
ГСО 9038–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-1)	серийное	21.06.2023
ГСО 9039–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-1,8)	серийное	21.06.2023
ГСО 9040–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-2,5)	серийное	21.06.2023
ГСО 9041–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-3,5)	серийное	21.06.2023
ГСО 9042–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-5)	серийное	21.06.2023
ГСО 9238–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-0,2)	серийное	21.06.2023
ГСО 9239–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-4)	серийное	21.06.2023
ГСО 9487–2009	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-1,5)	серийное	21.06.2023
ГСО 10238–2013	СО состава раствора гемиглобинцианида	серийное	21.06.2023
ГСО 11065–2018	СО свойств газового конденсата (СО ГК-ПА-1)	серийное	21.06.2023
ГСО 11066–2018	СО состава газового конденсата (СО ГК-ПА-2)	серийное	21.06.2023
ГСО 11067–2018	СО фракционного состава газового конденсата (СО ГК-ПА-3)	серийное	21.06.2023
ГСО 11069–2018	СО состава натрия хлористого (галита)	серийное	21.06.2023
ГСО 11070–2018	СО температуры плавления бензофенона (СО C ₁₃ H ₁₀ O)	серийное	21.06.2023
ГСО 11071–2018	СО температуры плавления бензойной кислоты (СО C ₇ H ₆ O ₂)	серийное	21.06.2023
ГСО 1478–87П	СО феррохрома типа ФХ001Б (Ф9)	серийное	28.06.2023
ГСО 1691–92П	СО чугуна типа ПФЗ (ЧЗ)	серийное	28.06.2023
ГСО 1865–87П	СО руды железной (Р8)	серийное	28.06.2023
ГСО 2448–82	СО шлака марганцевого передельного типа ПШ1(Ш11)	серийное	28.06.2023
ГСО 7464–98	СО феррохрома типа ФХ100А (Ф35)	серийное	28.06.2023
ГСО 8383–2003	СО сталей углеродистых типов У7А, 20Л, 25Л, А20 (комплект СО УГ69-УГ74)	серийное	28.06.2023
ГСО 8801–2006	СО температуры начала кристаллизации моторных топлив (ТНК МТ)	серийное	28.06.2023
ГСО 9048–2008	СО ферротитана типа ФТи35С8 (Ф43)	серийное	28.06.2023
ГСО 7141–95М	СО состава растворов бензола в метаноле (набор 4/ОР)	серийное	29.06.2023

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до
ГСО 7142–95М	СО состава растворов хлорбензола в метаноле (набор 5/ОР)	серийное	29.06.2023
ГСО 7334–96/ 7336–96	СО состава растворов четыреххлористого углерода в метаноле (набор 7/ОР)	серийное	29.06.2023
ГСО 8380–2003	СО состава соды кальцинированной технической	серийное	29.06.2023
ГСО 10236–2013	СО состава крови, содержащей таллий (ВL-TI)	серийное	29.06.2023
ГСО 10268–2013	СО показателя текучести расплава полипропилена (СО ПТР-ПА-2)	серийное	29.06.2023
ГСО 10272–2013	СО состава глицина (СГ СО УНИИМ)	серийное	29.06.2023
ГСО 10280–2013	СО массовой концентрации антигена HBsAg вируса гепатита В в сыворотке, плазме крови человека (HBsAg ВГВ)	серийное	29.06.2023
ГСО 10281–2013	СО массовой концентрации антигена р24 вируса иммунодефицита человека первого типа в сыворотке, плазме крови человека (р24 ВИЧ-1)	серийное	29.06.2023
ГСО 11086–2018/ ГСО 11091–2018	СО состава сухих молочных продуктов (набор АСМ-2СО УНИИМ)	серийное	03.07.2023
ГСО 10269–2013	СО предельной температуры фильтруемости дизельного топлива на холодном фильтре (СО ПТФ-ПА)	серийное	13.07.2023
ГСО 11113–2018	СО состава искусственной газовой смеси на основе постоянных и углекислотных газов (ПУ-Т-1)	серийное	13.07.2023
ГСО 11114–2018	СО состава искусственной газовой смеси на основе хладонов (ХЛ-А-1)	серийное	13.07.2023
ГСО 11115–2018	СО состава сильвинита Верхнекамского месторождения	серийное	13.07.2023
ГСО 11116–2018/ ГСО 11119–2018	СО открытой пористости горных пород (имитаторы) (набор ОПГПСО УНИИМ)	серийное	13.07.2023
ГСО 8404–2003	СО состава растворов токсичных микропримесей в этиловом спирте (комплект РС)	серийное	21.08.2023
ГСО 8405–2003	СО состава растворов токсичных микропримесей в водно-спиртовой смеси (комплект РВ)	серийное	21.08.2023
ГСО 8522–2004	СО поверхностной плотности цинкового покрытия на стали (комплект ПП-2-Ц/Ст)	серийное	21.08.2023
ГСО 9274–2008	СО поверхностной плотности цинковой пленки на стали (комплект Zn/Fe)	серийное	21.08.2023
ГСО 10270–2013	СО динамических магнитных свойств стали электротехнической холоднокатаной анизотропной	серийное	21.08.2023
ГСО 10271–2013	СО динамических магнитных свойств стали электротехнической холоднокатаной анизотропной (СОТЭС)	серийное	21.08.2023
ГСО 10275–2013	СО состава свинца азотнокислого	серийное	21.08.2023
ГСО 10276–2013	СО массовой доли металлов в шлаке медеплавильного производства (ШМ СО УНИИМ)	серийное	21.08.2023
ГСО 10277–2013	СО массовой доли никеля (II) в растворе (Ni СО УНИИМ)	серийное	21.08.2023
ГСО 10278–2013	СО массовой доли свинца (II) в растворе (Pb СО УНИИМ)	серийное	21.08.2023

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до
ГСО 11122–2018	СО состава раствора ионов алюминия	серийное	05.09.2023
ГСО 11123–2018	СО состава раствора ионов индия	серийное	05.09.2023
ГСО 11124–2018	СО состава раствора ионов магния	серийное	05.09.2023
ГСО 11125–2018	СО состава раствора ионов никеля	серийное	05.09.2023
ГСО 11126–2018	СО состава раствора ионов титана	серийное	05.09.2023
ГСО 11127–2018/ ГСО 11130–2018	СО состава каши зерномолочной сухой для детского питания (набор КСМ-1СО УНИИМ)	серийное	05.09.2023
ГСО 11131–2018	СО сорбционных свойств нанопористого оксида кремния (15-SiO ₂ СО УНИИМ)	серийное	05.09.2023
ГСО 11132–2018	СО массовых долей элементов в наноструктурированном катализаторе (СО-ЭКОАЛЬЯНС-1)	серийное	05.09.2023
ГСО 11133–2018	СО массовых долей элементов в наноструктурированном катализаторе (СО-ЭКОАЛЬЯНС-2)	серийное	05.09.2023
ГСО 10302–2013	СО кислотности нефтепродуктов (имитатор) (СО КН-ПА)	серийное	06.09.2023
ГСО 10303–2013	СО массовой доли коксового остатка нефтепродуктов (СО КК-ПА)	серийное	06.09.2023
ГСО 10317–2013	СО массовой концентрации нефтепродуктов в водорастворимой органической жидкости (СО НВМ-ПА)	серийное	06.09.2023
ГСО 10318–2013	СО массовой доли азота в нефтепродуктах (имитатор) (СО МДАН-ПА)	серийное	06.09.2023
ГСО 10319–2013	СО зольности нефтепродуктов (СО ЗЛ-ПА)	серийное	06.09.2023
ГСО 7516–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-238)	серийное	07.09.2023
ГСО 7517–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-236)	серийное	07.09.2023
ГСО 7518–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-0011)	серийное	07.09.2023
ГСО 7519–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-0031)	серийное	07.09.2023
ГСО 7520–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-0061)	серийное	07.09.2023
ГСО 7521–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-0075)	серийное	07.09.2023
ГСО 7522–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-0110)	серийное	07.09.2023
ГСО 7523–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-0165)	серийное	07.09.2023
ГСО 7524–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-0200)	серийное	07.09.2023
ГСО 7525–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-0255)	серийное	07.09.2023
ГСО 7526–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-0300)	серийное	07.09.2023
ГСО 7527–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-0335)	серийное	07.09.2023
ГСО 7528–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-0360)	серийное	07.09.2023
ГСО 7529–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-0380)	серийное	07.09.2023
ГСО 7530–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-0415)	серийное	07.09.2023

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до
ГСО 7531–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-0455)	серийное	07.09.2023
ГСО 7532–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-0500)	серийное	07.09.2023
ГСО 7533–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-0575)	серийное	07.09.2023
ГСО 7534–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-0650)	серийное	07.09.2023
ГСО 7535–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-1000)	серийное	07.09.2023
ГСО 7536–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-1400)	серийное	07.09.2023
ГСО 7537–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-2000)	серийное	07.09.2023
ГСО 7538–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-2600)	серийное	07.09.2023
ГСО 7539–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-3310)	серийное	07.09.2023
ГСО 7540–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-3650)	серийное	07.09.2023
ГСО 7541–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-5000)	серийное	07.09.2023
ГСО 7542–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-7700)	серийное	07.09.2023
ГСО 7543–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-9020)	серийное	07.09.2023
ГСО 7544–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-9800)	серийное	07.09.2023
ГСО 7545–99	СО изотопного состава урана (СОИСУ-235)	серийное	07.09.2023
ГСО 7911–2001	СО состава гексафторида урана	серийное	07.09.2023
ГСО 7980–2002	СО изотопного состава урана	серийное	07.09.2023
ГСО 10434–2014	СО давления насыщенных паров газожидкостной равновесной системы (углеводороды) (ДНП-1)	серийное	07.09.2023
ГСО 10435–2014	СО давления насыщенных паров газожидкостной равновесной системы (углеводороды) (ДНП-2)	серийное	07.09.2023
ГСО 10436–2014	СО давления насыщенных паров газожидкостной равновесной системы (углеводороды) (ДНП-3)	серийное	07.09.2023
ГСО 10437–2014	СО давления насыщенных паров газожидкостной равновесной системы (углеводороды) (ДНП-4)	серийное	07.09.2023
ГСО 10438–2014	СО давления насыщенных паров газожидкостной равновесной системы (углеводороды) (ДНП-5)	серийное	07.09.2023
ГСО 10439–2014	СО давления насыщенных паров газожидкостной равновесной системы (углеводороды) (ДНП-6)	серийное	07.09.2023
ГСО 9113–2008	СО состава этилендиаминтетрауксусной кислоты (CRM 502–092)	серийное	18.09.2023
ГСО 2216–81	СО состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия) 1-го разряда	серийное	20.09.2023
ГСО 9311–2009	СО массовой концентрации свинца в бензинах (КБ-1)	серийное	20.09.2023
ГСО 10778–2016	СО массовой доли полициклических ароматических углеводородов в дизельном топливе (ИНТЕГРСО МД ПОЛИ АУ-1)	серийное	20.09.2023

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до
ГСО 10779–2016	СО массовой доли полициклических ароматических углеводородов в дизельном топливе (ИНТЕГРСО МД ПОЛИ АУ-2)	серийное	20.09.2023
ГСО 11140–2018	СО состава раствора пентаэритриттетранитрата (тэна) в ацетонитриле (ТЭН-ГосНИИХП-5)	серийное	03.10.2023
ГСО 11141–2018	СО состава раствора 1,3,5,7-тетранитро-1,3,5,7-тетраазаацетилсиклооктана (октогена) в ацетонитриле (Окт-ГосНИИХП-5)	серийное	03.10.2023
ГСО 7423–97	СО состава тетрахлорэтилена	серийное	23.10.2023
ГСО 7436–98	СО состава водного раствора хлорид-ионов (40А)	серийное	23.10.2023
ГСО 7437–98	СО состава водного раствора сульфат-ионов (41А)	серийное	23.10.2023
ГСО 8362–2003	СО состава раствора додецилсульфата натрия (43А)	серийное	23.10.2023
ГСО 8245–2003	СО состава люизита (2-хлорвинилдихлорарсина)	серийное	23.10.2023
ГСО 8246–2003	СО состава зарина (О-изопропилметилфторфосфоната)	серийное	23.10.2023
ГСО 8247–2003	СО состава зомана (О-пинаколилметилфторфосфоната)	серийное	23.10.2023
ГСО 8248–2003	СО состава иприта (бис(2-хлорэтил)сульфида)	серийное	23.10.2023
ГСО 8907–2007	СО состава диизобутилдиметилпирофосфоната	серийное	23.10.2023
ГСО 8908–2007	СО состава N,N-диэтиламиноэтилмеркаптана	серийное	23.10.2023
ГСО 9260–2008	СО массовой доли воды в нефтепродуктах (ВН-0,1-НС)	серийное	23.10.2023
ГСО 9261–2008	СО массовой доли воды в нефтепродуктах (ВН-0,5-НС)	серийное	23.10.2023
ГСО 9262–2008	СО массовой доли воды в нефтепродуктах (ВН-1,0-НС)	серийное	23.10.2023
ГСО 10338–2013	СО состава газовой смеси C_2H_5OH/N_2 (воздух)	серийное	23.10.2023
ГСО 11142–2018	СО объемной доли этанола в водном растворе (ВЭР-2)	серийное	23.10.2023
ГСО 718–83П	СО ферробора типа ФБ20 (Ф21)	серийное	01.11.2023
ГСО 1302–93П	СО чугуна передельного типа П2 (Ч1)	серийное	01.11.2023
ГСО 1690–93П	СО чугуна литейного типа Л6 (Ч4)	серийное	01.11.2023
ГСО 3219–85	СО состава натрия щавелевокислого 1-го разряда	серийное	01.11.2023
ГСО 3273–91/ 3278–91П	СО сталей легированных типа Р9К5 (комплектСО ЛГ21-ЛГ26)	серийное	01.11.2023
ГСО 7272–96	СО состава водного раствора ионов металлов РМ-2 (железо, никель, свинец, марганец, цинк)	серийное	01.11.2023
ГСО 7324–96	СО состава водного раствора ионов металлов РМ-1 (титан, молибден, сурьма)	серийное	01.11.2023
ГСО 7325–96	СО состава водного раствора ионов металлов РМ-3 (алюминий, мышьяк, кадмий, кобальт, хром, медь)	серийное	01.11.2023
ГСО 8424–2003	СО чугуна легированного типа ЧХ16 (Ч18)	серийное	01.11.2023
ГСО 9088–2008	СО массовой доли воды в органической жидкости (ВФ-ВНИИМ-0,01)	серийное	01.11.2023

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до
ГСО 9099–2008	СО шлака доменного (Ш14)	серийное	01.11.2023
ГСО 9283–2008	СО общей минерализации воды	серийное	01.11.2023
ГСО 9284–2008	СО общей жесткости воды	серийное	01.11.2023
ГСО 9493–2009	СО состава и свойств топлива дизельного (СТ-ДТ)	серийное	01.11.2023
ГСО 9494–2009	СО состава и свойств масла моторного (СТ-ММ)	серийное	01.11.2023
ГСО 9495–2009	СО состава и свойств бензина автомобильного (СТ-Б)	серийное	01.11.2023
ГСО 9496–2009	СО состава и свойств масла турбинного (СТ-МТ)	серийное	01.11.2023
ГСО 10358–2013	СО счетной концентрации частиц в гидравлической жидкости	серийное	01.11.2023
ГСО 10359–2013	СО состава газовой смеси CH ₄ /воздух	серийное	01.11.2023
ГСО 10362–2013	СО состава газовой смеси – имитатор природного газа (ИПГ-16)	серийное	01.11.2023
ГСО 10390–2013	СО молярной концентрации тестостерона в сыворотке крови (комплект ТЕСТОСТЕРОН-ВНИИМ)	серийное	01.11.2023
ГСО 11144–2018/ ГСО 11147–2018	СО состава каши зерновой сухой для детского питания (набор КС-1СО УНИИМ)	серийное	01.11.2023
ГСО 11148–2018/ ГСО 11151–2018	СО магнитных свойств магнитотвердых материалов на основе сплава SmCo (набор МС SmCo)	серийное	01.11.2023
ГСО 11152–2018	СО массовой концентрации одностенных углеродных нанотрубок в органическом растворителе	серийное	01.11.2023
ГСО 11154–2018	СО сорбционных свойств нанопористого оксида кремния (2,2-SiO ₂ СО УНИИМ)	серийное	19.11.2023
ГСО 11155–2018	СО сорбционных свойств нанопористого оксида кремния (6-SiO ₂ СО УНИИМ)	серийное	19.11.2023
ГСО 9231–2008	СО состава почвы (ТЭП К)	серийное	21.11.2023
ГСО 11162–2018	СО состава алюминиевого сплава типа В950ч на содержание водорода (H ₂ -ПТ-0,057)	серийное	22.11.2023
ГСО 11163–2018	СО состава алюминиевого сплава типа 1201 на содержание водорода (H ₂ -ПТ-0,082)	серийное	22.11.2023
ГСО 11164–2018	СО состава алюминиевого сплава типа амГ6 на содержание водорода (H ₂ -ПТ-0,109)	серийное	22.11.2023
ГСО 11165–2018	СО состава алюминиевого сплава типа 1420 на содержание водорода (H ₂ -ПТ-0,210)	серийное	22.11.2023
ГСО 8229–2003	СО температуры хрупкости (нефтяной битум) (ТХБ-2)	серийное	04.12.2023
ГСО 11192–2018	СО состава низкомолекулярных азотистых веществ в крови	серийное	14.12.2023
ГСО 81–88П	СО шамота типа ШЧС-30 (К2)	серийное	19.12.2023
ГСО 2527–83	СО полупродукта глиноземистого типа ХПГ70 (Ш12)	серийное	19.12.2023
ГСО 4302–88	СО карбида кремния типа КК (К9)	серийное	19.12.2023

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до
ГСО 6507–92	СО оксида железа (III) типа МР-1 (Р26)	серийное	19.12.2023
ГСО 8422–2003	СО окатышей железорудных офлюсованных (Р28)	серийное	19.12.2023
ГСО 8423–2003	СО окатышей железорудных неофлюсованных (Р29)	серийное	19.12.2023
ГСО 8456–2003	СО сталей легированных типов 12Х25Н16Г7АР, 10Х14АГ15, 40Х15Н7Г7Ф2МС, 10Х14Г14Н4Т, 08Х18Г8Н2Т (комплект СО РГ19 – РГ23)	серийное	19.12.2023
ГСО 8457–2003	СО чугунов магниевых типов АЧВ-1, АЧВ-2 (комплект СО ЧМ5 – ЧМ8)	серийное	19.12.2023
ГСО 8458–2003	СО стали легированной типа 40Х13 (С60)	серийное	19.12.2023
ГСО 9110–2008	СО стали легированной типа ШХ15 (7–6)	серийное	19.12.2023
ГСО 11193–2018/ ГСО 11205–2018	СО активности радионуклидов в имитаторах костной биологической ткани фантома тела и органов человека (набор РАДЭК АРДФ КБТ)	серийное	19.12.2023
ГСО 11206–2018/ ГСО 11218–2018	СО активности радионуклидов в имитаторах мягкой (мышечной) биологической ткани фантома тела и органов человека (набор РАДЭК АРДФ МБТ)	серийное	19.12.2023
ГСО 11219–2018/ ГСО 11231–2018	СО активности радионуклидов в имитаторах легочной биологической ткани фантома тела и органов человека (набор РАДЭК АРДФ ЛБТ)	серийное	19.12.2023
ГСО 11232–2018	СО массовой доли хлорорганических соединений в нефти (ХОН-ТЦСМ)	серийное	19.12.2023
ГСО 11233–2018/ ГСО 11236–2018	СО состава раствора ванадия (набор V)	серийное	19.12.2023
ГСО 11237–2018/ ГСО 11240–2018	СО состава раствора молибдена (набор Мо)	серийное	19.12.2023
ГСО 11241–2018/ ГСО 11244–2018	СО состава раствора цинка (набор Zn)	серийное	19.12.2023
ГСО 11245–2018/ ГСО 11248–2018	СО состава раствора никеля (набор Ni)	серийное	19.12.2023
ГСО 11249–2018/ ГСО 11252–2018	СО состава раствора свинца (набор Pb)	серийное	19.12.2023
ГСО 11253–2018/ ГСО 11256–2018	СО состава раствора кадмия (набор Cd)	серийное	19.12.2023
ГСО 11257–2018	СО состава искусственной газовой смеси трифторхлорэтилена в азоте	серийное	19.12.2023
ГСО 11258–2018	СО состава искусственной газовой смеси 1,4-дихлоргексафторбутена-2 в азоте	серийное	19.12.2023
ГСО 10391–2014	СО состава газовой смеси $\text{CH}_4 + \text{C}_2\text{H}_6 + \text{C}_2\text{H}_4 + \text{C}_2\text{H}_2 + \text{H}_2 + \text{CO} + \text{CO}_2 + \text{O}_2 + \text{N}_2 / \text{Ar}$	серийное	29.12.2023
ГСО 11167–2018	СО мутности воды (МФ)	серийное	29.12.2023
ГСО 11168–2018	СО состава восстановленного молока (ВМ СО УНИИМ)	серийное	29.12.2023
ГСО 11169–2018	СО предельной температуры фильтруемости дизельного топлива на холодном фильтре (ПТФ-10-НС)	серийное	29.12.2023
ГСО 11170–2018	СО предельной температуры фильтруемости дизельного топлива на холодном фильтре (ПТФ-20-НС)	серийное	29.12.2023

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до
ГСО 11171–2018	СО предельной температуры фильтруемости дизельного топлива на холодном фильтре (ПТФ-30-НС)	серийное	29.12.2023
ГСО 11172–2018	СО предельной температуры фильтруемости дизельного топлива на холодном фильтре (ПТФ-40-НС)	серийное	29.12.2023
ГСО 11173–2018	СО температур текучести и застывания нефтепродуктов (ТТЗ-10-НС)	серийное	29.12.2023
ГСО 11174–2018	СО температур текучести и застывания нефтепродуктов (ТТЗ-20-НС)	серийное	29.12.2023
ГСО 11175–2018	СО температур текучести и застывания нефтепродуктов (ТТЗ-30-НС)	серийное	29.12.2023
ГСО 11176–2018	СО температур текучести и застывания нефтепродуктов (ТТЗ-40-НС)	серийное	29.12.2023
ГСО 11177–2018	СО температур текучести и застывания нефтепродуктов (ТТЗ-50-НС)	серийное	29.12.2023
ГСО 11263–2018	СО каталитической концентрации α -амилазы человека (CRM IRMM–IFCC-456)	серийное	29.12.2023
<i>Приказ Росстандарта № 657 от 28.03.2023</i>			
ГСО 8801–2006	СО температуры начала кристаллизации моторных топлив (ТНК МТ)	серийное	28.06.2029
ГСО 10272–2013	СО состава глицина (СГ СО УНИИМ)	серийное	29.06.2029
ГСО 11086–2018/ ГСО 11091–2018	СО состава сухих молочных продуктов (набор АСМ-2СО УНИИМ)	серийное	03.07.2029
ГСО 11070–2018	СО температуры плавления бензофенона (СО C ₁₃ H ₁₀ O)	серийное	21.06.2029
ГСО 11071–2018	СО температуры плавления бензойной кислоты (СО C ₇ H ₆ O ₂)	серийное	21.06.2029
ГСО 11065–2018	СО свойств газового конденсата (СО ГК-ПА-1)	серийное	21.06.2029
ГСО 11066–2018	СО состава газового конденсата (СО ГК-ПА-2)	серийное	21.06.2029
ГСО 11067–2018	СО фракционного состава газового конденсата (СО ГК-ПА-3)	серийное	21.06.2029
ГСО 10268–2013	СО показателя текучести расплава полипропилена (СО ПТР-ПА-2)	серийное	29.06.2029
<i>Приказ Росстандарта № 748 от 06.04.2023</i>			
ГСО 9009–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН-ВНИИМ-0,001)	серийное	11.05.2029
ГСО 9010–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН-ВНИИМ-0,002)	серийное	11.05.2029
ГСО 9011–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН-ВНИИМ-0,003)	серийное	11.05.2029
ГСО 9012–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН-ВНИИМ-0,004)	серийное	11.05.2029
ГСО 9013–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН-ВНИИМ-0,005)	серийное	11.05.2029
ГСО 9014–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН-ВНИИМ-0,006)	серийное	11.05.2029
ГСО 9015–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН-ВНИИМ-0,008)	серийное	11.05.2029

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до
ГСО 9016–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН-ВНИИМ-0,01)	серийное	11.05.2029
ГСО 9017–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН-ВНИИМ-0,02)	серийное	11.05.2029
ГСО 9018–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН-ВНИИМ-0,03)	серийное	11.05.2029
ГСО 10238–2013	СО состава раствора гемиглобинцианида	серийное	21.06.2029
<i>Приказ Росстандарта № 874 от 20.04.2023</i>			
ГСО 1478–87П	СО феррохрома типа ФХ001Б (Ф9)	серийное	28.06.2029
ГСО 1691–92П	СО чугуна типа ПФЗ (Ч3)	серийное	28.06.2029
ГСО 1865–87П	СО руды железной (Р8)	серийное	28.06.2029
ГСО 2448–82	СО шлака марганцевого передельного типа ПШ1 (Ш11)	серийное	28.06.2029
ГСО 7464–98	СО феррохрома типа ФХ100А (Ф35)	серийное	28.06.2029
ГСО 8383–2003	СО сталей углеродистых типов У7А, 20Л, 25Л, А20 (комплект СО УГ69-УГ74)	серийное	28.06.2029
ГСО 9048–2008	СО ферротитана типа ФТи35С8 (Ф43)	серийное	28.06.2029
<i>Приказ Росстандарта № 875 от 20.04.2023</i>			
ГСО 10269–2013	СО предельной температуры фильтруемости дизельного топлива на холодном фильтре (СО ПТФ-ПА)	серийное	13.07.2029
ГСО 11114–2018	СО состава искусственной газовой смеси на основе хладонов (ХЛ-А-1)	серийное	13.07.2029
<i>Приказ Росстандарта № 935 от 02.05.2023</i>			
ГСО 8548–2004	СО состава соды кальцинированной технической марки Б	единичное	01.01.2034
ГСО 10279–2013	СО состава первичного концентрата гравитационного обогащения шихты вкрапленных и медистых руд (ГКБ-1)	единичное	01.07.2028
ГСО 8488–2003	СО состава руды золото-серебряной (СО-24)	единичное	01.07.2033
<i>Приказ Росстандарта № 993 от 15.05.2023</i>			
ГСО 8454–2003	СО изотопного состава плутония в диоксиде плутония (комплект)	единичное	01.06.2033
<i>Приказ Росстандарта № 1039 от 18.05.2023</i>			
ГСО 8380–2003	СО состава соды кальцинированной технической	серийное	29.06.2029
ГСО 11193–2018/ ГСО 11205–2018	СО активности радионуклидов в имитаторах костной биологической ткани фантома тела и органов человека (набор РАДЭК АРДФ КБТ)	серийное	19.12.2029
ГСО 11206–2018/ ГСО 11218–2018	СО активности радионуклидов в имитаторах мягкой (мышечной) биологической ткани фантома тела и органов человека (набор РАДЭК АРДФ МБТ)	серийное	19.12.2029
ГСО 11219–2018/ ГСО 11231–2018	СО активности радионуклидов в имитаторах легочной биологической ткани фантома тела и органов человека (набор РАДЭК АРДФ ЛБТ)	серийное	19.12.2029
ГСО 8404–2003	СО состава растворов токсичных микропримесей в этиловом спирте (комплект РС)	серийное	21.08.2029

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до
ГСО 8405–2003	СО состава растворов токсичных микропримесей в водно-спиртовой смеси (комплект РВ)	серийное	21.08.2029
ГСО 11127–2018/ ГСО 11130–2018	СО состава каши зерномолочной сухой для детского питания (набор КСМ-1СО УНИИМ)	серийное	05.09.2029
<i>Приказ Росстандарта № 1085 от 29.05.2023</i>			
ГСО 11134–2018	СО состава руды золотосодержащей месторождения «Сари-Гунай» (РЗСГ-1)	единичное	23.08.2028
ГСО 11135–2018	СО состава руды золотосодержащей месторождения «Сари-Гунай» (РЗСГ-2)	единичное	23.08.2028
ГСО 11136–2018	СО состава руды золотосодержащей месторождения «Сари-Гунай» (РЗСГ-3)	единичное	23.08.2028

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 ведущих рецензируемых журналов и изданий, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученых степеней доктора и кандидата наук» Высшей аттестационной комиссии по следующей номенклатуре научных специальностей:

2.2.4. Приборы и методы измерения (по видам измерений) (технические науки);

2.2.4. Приборы и методы измерения (по видам измерений) (физико-математические науки);

2.2.8. Методы и приборы контроля и диагностики материалов, изделий, веществ и природной среды (технические науки);

2.2.10. Метрология и метрологическое обеспечение (технические науки);

2.2.12. Приборы, системы и изделия медицинского назначения (технические науки);

2.2.12. Приборы, системы и изделия медицинского назначения (физико-математические науки).

Международный справочник научных изданий Ulrichsweb Global Serials Directory;

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

Russian Science Citation Index на платформе Web of science; Ядро РИНЦ;

научная электронная библиотека Elibrary.ru; Российская государственная библиотека; ресурс Google scholar;

Техэксперт: Нормы, правила и стандарты РФ; электронная библиотека КиберЛенинка; научно-информационное пространство Соционет; Open Archives; Research Bible; Academic Keys; Dimensions; Lens; Research; WorldCat; Base; Mendeley; Baidu; EBSCO.

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 «Эталоны. 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 «Эталоны. 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

© «Эталоны. 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

