

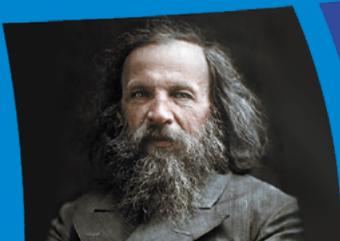
ISSN 2687-0886

# ЭТАЛОНЫ СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Том Vol. **19**

№ **5**

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

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

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

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

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

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

**Щелчков Алексей Валентинович**  
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**

**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 29.12.2023.  
Дата выхода в свет 30.12.2023.  
Формат 60×90 1/8. Печать офсетная.  
Бумага ВХИ. Усл. печ. л. 19,53.  
Тираж 150 экз. Заказ № 18105.

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****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: 29.12.2023.

Date of publication: 30.12.2023.

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

Royal paper. Conventional printed sheets 19,53.

Number of copies 150. Order No 18105.

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

- |   |    |  |
|---|----|--|
| А. Ю. Михеева, И. Ю. Ткаченко,<br>А. И. Крылов                              | 7  | Прослеживаемость в органическом анализе. Часть 2.<br>Государственный первичный эталон в области органического анализа<br>ГЭТ 208: границы компетенции и сферы применения                     |
| И. В. Садковская, А. И. Эйхвальд,<br>Т. А. Эйхвальд                         | 35 | Государственный первичный эталон единицы давления для области<br>абсолютного давления в диапазоне $1 \cdot 10^{-1} - 7 \cdot 10^5$ Па ГЭТ 101-2011:<br>анализ состояния и тенденций развития |
| А. С. Катков, В. И. Шевцов,<br>А. И. Быков, В. Э. Ловцюс,<br>М. Н. Беликова | 45 | Метрологическое обеспечение в области измерений постоянного<br>напряжения и ЭДС: от нормальных элементов к квантовому эталону  |
| Д. А. Любченко,<br>А. В. Мазуркевич   | 59 | Лазерные фазовые дальномеры: пути повышения точности   |
| А. Р. Тухватуллин   | 71 | ГЭТ 63-2019: новаторский метод стабилизации расхода жидкости<br>в эталонной установке 3  |

## СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

- |             |    |   |
|-------------|----|---|
| А. Г. Будко | 83 | Стандартный образец состава фталатов в полимерной матрице<br>на основе поливинилхлорида |
|-------------|----|---|

## СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

- |   |     |  |
|---|-----|--|
| М. П. Крашенинина,<br>Е. В. Галеева, И. А. Фомина,<br>И. Р. Арысланов, О. С. Голынец,<br>Д. В. Сомов, Р. Р. Галеев,<br>А. Л. Хохлов | 95  | Методика измерений объемных долей газов методом газовой<br>хроматографии в закиси азота медицинской: особенности оценки<br>метрологических характеристик |
| К. Т. Момыналиев,<br>М. В. Прокопьев, И. В. Иванов  | 113 | О стандартизации и оценке систем непрерывного мониторинга уровня<br>глюкозы  |
| О. Е. Первухина,<br>М. П. Крашенинина,<br>П. А. Петухов, В. Н. Майгурова  | 127 | Методика измерений массовой доли соевого ингибитора трипсина:<br>особенности разработки и аттестации   |

---

А. А. Маркарян, Е. Ю. Куделя,  
И. Д. Макитрук,  
Н. Ю. Пилявская, Д. А. Вирки,  
А. В. Булатов

**143** Оценка эквивалентности методов определения давления паров нефти  
и нефтепродуктов

---

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

В. В. Сулова

**155** Сведения о новых типах стандартных образцов

---



## MEASUREMENT STANDARDS

- A. Yu. Mikheeva, I. Yu. Tkachenko, A. I. Krylov **7** **Traceability in Organic Analysis. Report 2. State Primary Standard in the Field of Organic Analysis GET 208: Limits of Competence and Scope of Application**
- 
- I. V. Sadkovskaya, A. I. Eikhvald, T. A. Eikhvald **35** **State Primary Standard for the Pressure Unit in the Field of Absolute Pressure in the Range  $1 \cdot 10^{-1}$  –  $7 \cdot 10^5$  Pa GET 101-2011: Analysis of the State and Development Trends**
- 
- A. S. Katkov, V. I. Shevtsov, A. I. Bykov, V. E. Lovtsus, M. N. Belikova **45** **Metrological Support in the field of DC Voltage and EMF Measurements: from Normal Elements to a Quantum Standard**
- 
- D. A. Lubchenko, A. V. Mazurkevich **59** **Laser Phase Rangefinders: Ways to Improve Accuracy**
- 
- Al. R. Tukhvatullin **71** **GET 63-2019: Innovative Method for Stabilizing Liquid Flow Rate in a Reference Installation 3**

## REFERENCE MATERIALS

- A. G. Budko **83** **Certified Reference Material for the Composition of Phthalates in a Polymer Matrix Based on Polyvinyl Chloride**

## MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

- M. P. Krasheninina, E. V. Galeeva, I. A. Fomina, I. R. Arslanov, O. S. Golynets, D. V. Somov, R. R. Galeev, A. L. Khohlov **95** **Methodology for Measuring Volume Fractions of Gases Using Gas Chromatography in Medical Nitrous Oxide: Features of Assessing Metrological Characteristics**
- 
- K. T. Momynaliev, M. V. Prokopyev, I. V. Ivanov **113** **On Standardization and Evaluation of Continuous Glucose Monitoring Systems**
- 
- O. E. Pervukhina, M. P. Krasheninina, P. A. Petukhov, V. N. Maigurova **127** **Method for Measuring the Mass Fraction of Soybean Trypsin Inhibitor: Features of Development and Certification**



---

A. A. Markarian, E. Yu. Kudelya,  
I. D. Makitruk, N. Yu. Pilyavskaya,  
D. A. Virki, A. V. Bulatov

**143** **Assessment of the Equivalence of Methods for the Determination of the Vapor Pressure of Oil and Oil Products**

---

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

V. V. Suslova

**155** **Data on new Reference Materials Approved**

---



## ЭТАЛОНЫ

Обзорная статья  
УДК 620.1-1/-9 : 53.089.68  
<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-7-33>



# Прослеживаемость в органическом анализе. Часть 2. Государственный первичный эталон в области органического анализа ГЭТ 208: границы компетенции и сферы применения

А. Ю. Михеева  , И. Ю. Ткаченко, А. И. Крылов

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

**Аннотация:** В статье представлено краткое изложение истории создания Государственного первичного эталона в области органического анализа ГЭТ 208 и описание состава эталона. Авторы очертили границы компетенции и сферы применения ГЭТ 208. Детально рассмотрены вопросы формирования калибровочных и измерительных возможностей (КИВ) в области органического анализа на примере релевантных ключевых сличений. Приведены КИВ ГЭТ 208, документированные в базе данных МБМВ и подтверждающие эквивалентность российского государственного эталона и национальных эталонов других государств-подписантов соглашения CIPM MRA. Кроме того, систематизированы сведения о возможностях воспроизведения, хранения и передачи единиц величин от ГЭТ 208 в целях обеспечения единства измерений и метрологической прослеживаемости результатов измерений на территории Российской Федерации.

**Ключевые слова:** эталон, органический анализ, международные ключевые сличения, калибровочные и измерительные возможности, единство измерений, метрологическая прослеживаемость

**Ссылка при цитировании:** Михеева А. Ю., Ткаченко И. Ю., Крылов А. И. Прослеживаемость в органическом анализе. Часть 2. Государственный первичный эталон в области органического анализа ГЭТ 208: границы компетенции и сферы применения // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 5. С. 7–33. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-7-33>

Статья поступила в редакцию 21.08.2022; одобрена после рецензирования 15.09.2023; принята к публикации 25.12.2023.

## MEASUREMENT STANDARDS

Research Article

# Traceability in Organic Analysis. Report 2. State Primary Standard in the Field of Organic Analysis GET 208: Limits of Competence and Scope of Application

Alena Yu. Mikheeva  , Irina Yu. Tkachenko, Anatoliy I. Krylov

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

 a.mikheeva@vniim.ru

**Abstract:** The article summarizes the history of the creation of the State Primary Standard in the field of organic analysis GET 208 and a description of the standard. The authors outlined the limits of competence and scope of application of GET 208. The issues of developing calibration and measurement capabilities (CMCs) in the field of organic analysis are considered using the example of relevant key comparisons. The CMCs of GET 208 are presented, which are documented in the BIPM database and confirm the equivalence of the Russian state standard and the national standards of other signatories to the CIPM MRA. In addition, information on the possibilities of reproducing, storing, and transmitting measurement units from GET 208 has been systematized in order to ensure the uniformity of measurements and metrological traceability of measurement results in the Russian Federation.

**Keywords:** standard, organic analysis, international key comparisons, calibration and measurement capabilities, uniformity of measurements, metrological traceability

**For citation:** Mikheeva A. Yu., Tkachenko I. Yu., Krylov A. I. Traceability in organic analysis. Report 2. State Primary Standard in the field of organic analysis GET 208: limits of competence and scope of application. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(5): 7–33. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-7-33>

The article was submitted 21.08.2022; approved after reviewing 15.09.2023; accepted for publication 25.12.2023.

**Принятые сокращения:** qNMR – метод количественного ядерного магнитного резонанса; CIPM MRA – Comité International des Poids et Mesures Mutual Recognition Arrangement; CRM – Certified Reference Material; SI – Международная система единиц; ББФ – бензилбутилфталат; БДФ – ди(н-бутил)фталат; БЭГФ – бис(2-этилгексилфталат); ВНИИМ – ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»; ВС – КИВ широкой области охвата; ВЭЖХ – метод высокоэффективной жидкостной хроматографии; ВЭЖХ–МС – метод высокоэффективной жидкостной хроматографии и тандемный метод масс-спектрометрии; ВЭЖХ–УФДМ – высокоэффективная жидкостная хроматография с ультрафиолетовым детектором на основе диодной матрицы; ГПС – Государственная поверочная схема; ГПЭ – Государственный первичный эталон; ГХ – метод газовой хроматографии; ГХ–МС – метод газовой хроматографии и тандемный метод масс-спектрометрии; ГХ–МС–ИР – метод газовой хроматографии и тандемный метод масс-спектрометрии с изотопным разбавлением; ГЭТ 208 – Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии; ИСП–МС – метод масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой; ИЭТ1–2008 – исходная эталонная установка для измерений в области органического анализа; КИВ – калибровочные и измерительные возможности; КККВ – Консультативный Комитет по количеству вещества; ЛОС – примеси летучих органических соединений; МБ – метод массового баланса; МБМВ – Международное бюро мер и весов; МС–ИР – метод масс-спектрометрии с изотопным разбавлением; НМИ – Национальные метрологические институты; НС – примеси нелетучих соединений; ОА – органический анализ; ПБДЭ – пластина биохимическая, дифференцирующая энтеробактерии;

ПВХ – поливинилхлорид; РГОА – Рабочая группа в области органического анализа; РС – примеси родственных соединений; СО – стандартный образец; ССО – сертифицированный стандартный образец; ТГА – метод термогравиметрии; ЧОВ – чистое органическое вещество; ЭОС – элементоорганические соединения.

## Введение

Данная статья – вторая часть цикла из трех последовательных и взаимосвязанных публикаций, которые были задуманы авторами с целью изложить идеологию и общие принципы формирования метрологической прослеживаемости в области органического анализа, показать специфику организации сличений в данной области измерений и описать существующий рабочий алгоритм реализации прослеживаемости и передачи единиц величин в органическом анализе.

В первой статье цикла [1] авторы детально разбирают вопросы функционирования МБМВ<sup>1</sup> и соответствующего комитета – КККВ<sup>2</sup>. Перечисленные организации координируют работы в области метрологии и метрологического сервиса с целью демонстрации международной эквивалентности национальных эталонов в части органического анализа.

Во второй статье в хронологической последовательности представлена история создания отечественного Государственного первичного эталона в области органического анализа ГЭТ 208<sup>3</sup>. В фокусе внимания – компетенции, текущие калибровочные и измерительные возможности данного эталона, который обеспечивает: а) выполнение обязательств РФ как подписанта международных соглашений; б) метрологический сервис на территории РФ в области органического анализа.

В третьей статье цикла авторы намерены обсудить назначение и области применения ГЭТ 208 в рамках системы передачи единиц величин, а также принципы и механизмы формирования метрологических цепочек прослеживаемости к ГЭТ 208 и/или соответствующим эталонам других стран – участников соглашения CIPM MRA.

Взаимодополняя друг друга, статьи цикла раскрывают основные аспекты обеспечения метрологической прослеживаемости в области органического анализа

<sup>1</sup> BIPM – Bureau International des Poids et Mesures.

<sup>2</sup> CCQM – Consultative Committee for Amount of Substance: Metrology in Chemistry and Biology.

<sup>3</sup> ГЭТ 208-2014 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/1382717>

на международном уровне, дадут описание сферы компетенции Государственного первичного эталона – ГЭТ 208, обозначат практические подходы и рабочие алгоритмы реализации метрологической прослеживаемости в области органического анализа.

## Исторический экскурс

Государственный первичный эталон ГЭТ 208 был утвержден Приказом Росстандарта № 3390 от 27 декабря 2019 года. Однако история формирования эталона началась значительно раньше – в 1998 году, когда ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» (далее – ВНИИМ) впервые принял участие в международных сличениях в области органического анализа, организованных под эгидой КККВ МБМВ.

Сличения проходили по трем важным для аналитической химии направлениям. Первое: возможности ЯМР для ОА – ССQM-P3 «ЯМР для количественного анализа»<sup>4</sup>. Второе: измерение органических компонентов в матрицах – ССQM-P4 «п,п-ДДЕ в кукурузном масле»<sup>5</sup>. Третье: определение чистоты органических веществ – ССQM-P5 «Характеризация чистых веществ – органика»<sup>6</sup>.

В тот период ВНИИМ не располагал специализированным оборудованием и методической базой для такого рода исследований. Тем не менее, результаты всех проведенных сличений были признаны положительными, и, что самое важное, стала очевидной необходимость развития метрологии для целей ОА как нового и самостоятельного направления деятельности института.

Комплектование приборной базы под задачи ОА шло небыстро, но последовательно. В 2008 году была создана исходная эталонная установка ИЭТ1–2008. Исследование возможностей ИЭТ1 позволило сформировать технические и метрологические требования к будущему эталону в части аналитического оборудования. Одновременно по результатам участия ИЭТ1 в международных сличениях создавалась методическая база. С 2012 по 2014 годы в рамках реализации государственного проекта были выполнены работы по созданию нового Государственного первичного эталона в области органического анализа – ГЭТ 208.

<sup>4</sup> CCQM-P3 NMR for quantitative analysis: final report on key comparison.

<sup>5</sup> CCQM-P4 p, p-DDE in corn oil: final report on key comparison.

<sup>6</sup> CCQM-P5 Characterization of pure substances – organics: final report on key comparison.

Процесс формирования ГЭТ 208 от замысла до воплощения тесно связан с именем Леонида Алексеевича Конопелько<sup>7</sup>, который обосновал необходимость создания нового ГПЭ, возглавил процесс его разработки и определил место ГЭТ 208 в эталонной базе РФ. Первым ученым хранителем ГЭТ 208 в 2014 году стал Анатолий Иванович Крылов<sup>8</sup>, под руководством которого эталон продолжает свое развитие.

В 2019 году ГЭТ 208 был усовершенствован. В результате область применения эталона была расширена на специфическую гибридную группу веществ, имеющих в составе молекулы органическую часть и неорганический гетероатом – элементарноорганические соединения. Измерение ЭОС в последнее десятилетие стало актуальной аналитической задачей в связи с широким использованием ЭОС в народном хозяйстве и нормированием их содержания в жидких и твердых матрицах природного и антропогенного происхождения [2, 3].

#### **Актуальное состояние**

В настоящее время сфера применения ГЭТ 208 охватывает органические и элементарноорганические компоненты – не полимерные вещества с молярной массой до 3500 а.е.м., находящиеся в нормальных условиях в жидком или твердом агрегатном состоянии.

ГЭТ 208 состоит из 9 установок и комплекта вспомогательного оборудования (рис. 1). Перечень основных средств измерений в составе ГЭТ 208 представлен в табл. 1. Вспомогательная часть включает приборы и устройства для подготовки образцов и перевода органических аналитов в форму, пригодную для инструментального анализа (гомогенизатор, лиофильная сушка, система ускоренной жидкостной экстракции, система твердофазной экстракции, ультразвуковая ванна, микроволновая печь и т. д.); приборы контроля параметров окружающей среды.

Следует отметить, что ГЭТ 208 сформирован на основе универсальных аналитических приборов, коммерчески доступных на внешнем и внутреннем рынках. Уникальность комплекса ГЭТ 208 составляет

<sup>7</sup> Конопелько Леонид Алексеевич – доктор технических наук, профессор, руководитель научно-исследовательского отдела государственных эталонов в области физико-химических измерений ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», ученый хранитель Государственный первичный эталон единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ-154.

<sup>8</sup> Крылов Анатолий Иванович – доктор химических наук, руководитель научно-исследовательского отдела государственных эталонов в области органического и неорганического анализа ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».



Рис. 1. Общий вид установки А1 на основе метода газовой хроматографии / масс-спектрометрии в составе ГЭТ 208

Fig. 1. A general view of the A1 installation based on the gas chromatography / mass spectrometry method as part of GET 208

не инструментальное оформление, а разработанные аналитические и метрологические технологии и процедуры, включенные в состав ГЭТ 208 в форме эталонной документации и позволяющие достичь наивысших показателей точности измерений в органическом анализе. Кроме того, ключевым компонентом, обеспечивающим успешное функционирование эталона, является штат высококвалифицированных специалистов, обладающих аналитическими и метрологическими знаниями, навыками и опытом.

Еще одна существенная особенность ГЭТ 208 (как и ряда других ГПЭ в области физико-химических измерений) – практически безграничное количество единиц величин, составляющих сферу его применения. В отличие от физических величин, где метрологическую цепочку можно условно представить в виде одной оси «величина», для физико-химических величин неизбежно возникает вторая ось – «компонент».

Таким образом, ГЭТ 208 представляет собой сложную и многокомпонентную систему, все составляющие которой согласованно работают над решением двух основных задач ОА:

- 1) определение чистоты органических и элементарноорганических веществ;
- 2) измерение органических и элементарноорганических компонентов в растворах и материалах – матрицах различного типа.

#### **Дискурс**

В первой статье данного цикла [1] было рассмотрено и определено место ГЭТ 208 как основного звена в реализации идеологии эквивалентности измерений на международном уровне (1) и единства измерений в РФ (2) в области органического анализа.

Таблица 1. Основные средства измерений в составе Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии ГЭТ 208-2019

Table 1. Basic measuring instruments as part of the State Primary Standard of units of mass (molar) fraction and mass (molar) concentration of organic components in liquid and solid substances and materials based on liquid and gas chromatography-mass spectrometry with isotope dilution and gravimetry GET 208-2019

Номер в составе ГЭТ 208-2019	Установки и оборудование		
<i>Аналитический комплекс</i>			
А 1	Установка на основе метода газовой хроматографии / масс-спектрометрии (ГХ–МС) для измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в веществах и материалах		
	А 1.1	Хроматограф газовый Agilent 7890В с масс-спектрометрическим детектором Agilent 5977В (ГХ–МС)	
	А 1.2	Хроматограф газовый Agilent 7890А с масс-спектрометрическим детектором Agilent 5975С (ГХ–МС)	
	А 1.3	Хроматограф газовый Agilent 7890В с масс-спектрометрическим детектором Agilent 5977В, оснащенный автоматическим термодесорбером Markes TD100-хг (ГХ–МС&ТД)	
А 1.4	Хроматограф газовый с tandemным масс-спектрометрическим детектором Agilent 7000D GC/MS Triple Quad (ГХ–МС/МС)		
А 2	Установка на основе метода жидкостной хроматографии / масс-спектрометрии (ВЭЖХ–МС) для измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в веществах и материалах		
	А 2.1	Хроматограф жидкостный с tandemным масс-спектрометрическим детектором Agilent 6460 Triple Quad (ВЭЖХ–МС/МС)	
А 3	Установка на основе метода газовой хроматографии (ГХ) для измерения массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в веществах и материалах		
	А 3.1	Хроматограф газовый DANI Master GC с пламенно-ионизационным детектором, оснащенный термодесорбером DANI Master TD (ГХ-ПИД&ТД)	
А 4	Установка на основе метода высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) для измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в веществах и материалах		
	А 4.1	Хроматограф жидкостной Agilent 1200 с УФ-детектором на основе диодной матрицы и детектором по светорассеянию (ВЭЖХ-УФДМ и ВЭЖХ-СР)	
	А 4.2	Хроматограф ионный Dionex ICS-5000 с кондуктометрическим детектором (ИХ-КД)	
А 4.3	Хроматограф жидкостный Agilent 1200 с УФ-детектором (ВЭЖХ-УФ)		

Окончание табл. 1  
End of Table 1

Номер в составе ГЭТ 208-2019	Установки и оборудование
А 5	Установка на основе метода масс-спектрометрии с ионизацией в индуктивно связанной плазме (ИСП-МС/МС) для измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в веществах и элементарорганических компонентов в материалах
	А 5.1 Тандемный масс-спектрометр с ионизацией в индуктивно-связанной плазме Agilent Triple Quad 8800 (ИСП-МС/МС) (Прим. 1)
А 6	Установка на основе метода кулонометрического титрования по Карлу Фишеру для измерений массовой доли воды в веществах
	А 6.1 Титратор кулонометрический по методу Карла Фишера Mettler Toledo C30, оснащенный печью сушильной D0308
А 7	Установка для измерения молярной доли (концентрации) органических макромолекул на основе ПЦР-РВ
	А 7.1 Устройство для детекции специфической полимеразной цепной реакции в режиме реального времени «АНК-64»
А 8	Установка на основе метода термогравиметрии и синхронного термического анализа (ТГА/СТА) для измерений массовой доли органических и неорганических компонентов в веществах
	А 8.1 Система синхронного термического анализа (термогравиметрия и дифференциальная сканирующая калориметрия) NETZCH Jupiter 449 F5 (Прим. 2)
<i>Гравиметрический комплекс</i>	
А 9	Гравиметрическая установка
	А 9.1 Весы электронные специального класса точности GH-252
	А 9.2 Весы электронные специального класса точности XP105 DR
	А 9.3 Весы электронные специального класса точности XPE26
	А 9.4 Набор гирь класса точности E2

Примечание 1. Может применяться с прибором А 4.3.

Примечание 2. Может применяться с прибором А 1.2.

(1) С одной стороны, ГЭТ 208 подтверждает эквивалентность российского ГПЭ национальным эталонам других государств-подписантов СИРМ МРА, принимая участие в международных сличениях. (2) С другой стороны, ГЭТ 208 обеспечивает воспроизведение и передачу единиц величин органических и элементарорганических компонентов внутри страны, выполняя аттестацию подчиненных эталонов более низкого разряда (вторичных или рабочих эталонов), и/или посредством СО. Таким образом формируется непрерывная цепочка сличений и калибровок, гарантирующая метрологическую прослеживаемость результатов измерений к международной системе единиц SI [4], и надежная основа для взаимного признания результатов измерений в области ОА на международном уровне.

Цель изложенного в данной статье исследования – объективный обзор и демонстрация аналитических и метрологических возможностей ГЭТ 208, рассмотрение основных аспектов и особенностей измерений в области органического анализа.

### **Эквивалентность российского Государственного эталона ГЭТ 208 международным и национальным эталонам иностранных государств**

Напомним, что Росстандарт<sup>9</sup> как уполномоченный представитель РФ является участником двух фундаментальных метрологических соглашений – Метрической

<sup>9</sup> Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии.

конвенции и Договоренности о взаимном признании национальных эталонов, сертификатов калибровки и результатов измерений (CIPM MRA). Как и все стороны-подписанты, РФ приняла на себя обязательства по созданию и поддержанию БД КИВ, которая формируется под эгидой МБМВ на основе международных ключевых сличений.

Право и почетная обязанность всех ГПЭ РФ принимать участие в международных сличениях с эталонами единиц величин МБМВ и национальными эталонами иностранных государств закреплены в Федеральном законе «Об обеспечении единства измерений»<sup>10</sup>2-ФЗ, статья 7, п. 6.

В международных сличениях в области ОА Россию представляет ВНИИМ, измерения выполняются на ГЭТ 208. В период с 1998 года по настоящее время РФ приняла участие более чем в 35 международных сличениях, охватывающих самые разные аспекты ОА. В табл. 2 обобщены данные о КИВ РФ, систематизированные по категориям объектов анализа, принятым в КККВ.

Категории «Чистые вещества» и «Стандартные растворы» (см. табл. 2) подтверждают базовую компетенцию национальных эталонов по предоставлению услуг первичной калибровки и обеспечению метрологической прослеживаемости к единицам Международной системы единиц SI.

В органическом анализе прослеживаемость к SI формируется на основе чистых веществ, охарактеризованных на наивысшем аналитическом и метрологическом

уровне. Массовая доля основного компонента в чистом веществе обеспечивает прослеживаемость к одной из основных единиц SI – количеству вещества (молю)<sup>10</sup>. Важно понимать, что моль не является универсальной величиной, как, например, ампер или градус температуры. Для каждого вещества моль соответствует элементному составу и структуре конкретной молекулы, иона, комплекса и т. д., в органическом анализе – молю определенного органического компонента (моль бензола и моль фолиевой кислоты – это разные моли и разные единицы величин).

Таким образом, первое звено в формировании цепочки метрологической прослеживаемости в области ОА – определение чистоты вещества. Учитывая архивность задач первичной калибровки, сличения в категориях измерений «01» и «03» организует и координирует исключительно МБМВ.

Сличения по измерению органических компонентов в матрицах подтверждают компетенции НМИ в части создания средств контроля точности результатов измерений – материалов (матриц) с аттестованным (сертифицированным) содержанием аналитов. В табл. 3 представлена информация о сличениях в области ОА за последние 5 лет [5–13].

Широкая номенклатура сличений наглядно демонстрирует разнообразие задач органического анализа,

<sup>10</sup>В соответствии с Резолюцией № 1, принятой на XXVI заседании Генеральной конференции по мерам и весам, моль – это количество вещества системы, содержащее  $6,022\,140\,76 \cdot 10^{23}$  определенных структурных элементов [19].

Таблица 2. Калибровочные и измерительные возможности Российской Федерации в области органического анализа

Table 2. Calibration and measurement capabilities of the Russian Federation in the field of organic analysis

Категория КККВ	Наименование категории	Количество КИВ (в том числе ВС*), 2023 г.
<i>Первичная калибровка</i>		
01	Чистые вещества	41 (2)
03	Стандартные растворы	6 (3)
<i>Контроль точности</i>		
09	Современные материалы	7
10	Биологические жидкости и материалы	9
11	Пищевые матрицы	9 (3)
13	Донные отложения (осадки), почвы, руды, частицы	17 (17)

\* ВС (Broad Scope Claim) – КИВ широкой области охвата, подробнее – в [2].

Таблица 3. Ключевые сличения в области органического анализа за период 2017–2023 гг. с участием ФГУП «ВНИИМ»

Table 3. Key comparisons in the field of organic analysis for the period 2017–2023 with the participation of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology

Первичная калибровка	Контроль точности
CCQM-K55.d Характеризация чистоты органических веществ: Фолиевая кислота <sup>1</sup>	CCQM-K109 Определение мочевины и мочевой кислоты в сыворотке крови человека <sup>2</sup>
CCQM-K131 Полициклические ароматические углеводороды (ПАУ) в ацетонитриле <sup>3</sup>	CCQM-K141 Энрофлоксацин и Сульфадиазин в мышечной ткани коровы/быка <sup>4</sup>
CCQM-K78.a Свободные аминокислоты в водном (кислом) растворе <sup>5</sup>	CCQM-K146 Бензо(а)пирен в оливковом масле <sup>6</sup>
CCQM-K148.a Характеризация чистоты органических веществ: Бисфенол А <sup>7</sup>	CCQM-K133 Эфиры фталевой кислоты в поливинилхлориде (ПВХ) <sup>8</sup>
CCQM-K78.b Неполярные аналиты в мультикомпонентном органическом растворе. Массовая доля неполярных пестицидов в ацетонитриле <sup>9</sup>	CCQM-K156 Перфторированные загрязнители в воде. Массовая доля Л-ПФОА и Л-ПФОС <sup>10</sup>
CCQM-K148.b Характеризация чистоты органических веществ: Массовая доля окситетрациклина (свободное основание) в окситетрациклине гидрохлориде <sup>11</sup>	CCQM-K159 Свободные аминокислоты в плазме крови <sup>12</sup>
CCQM-K168 Неполярные аналиты в пищевой матрице с высоким содержанием углеводов – транс-Зеараленон в маисовой муке <sup>13</sup>	CCQM-K180 Полярный аналит в высокопротеиновой пищевой матрице – метронидазол в свином мясе <sup>14</sup>

<sup>1</sup> CCQM-K55.d (Folic Acid) Mass fraction assignment of folic acid in a high purity material: final report on key comparison // BIPM [website]. URL: [https://www.bipm.org/utis/common/pdf/final\\_reports/QM/K55/CCQM-K55.d.pdf](https://www.bipm.org/utis/common/pdf/final_reports/QM/K55/CCQM-K55.d.pdf)

<sup>2</sup> CCQM-K109 High polarity analytes in biological matrix: determination of urea and uric acid in human serum: final report on key comparison // BIPM [website]. URL: [https://www.bipm.org/utis/common/pdf/final\\_reports/QM/K109/CCQM-K109.pdf](https://www.bipm.org/utis/common/pdf/final_reports/QM/K109/CCQM-K109.pdf)

<sup>3</sup> CCQM-K131 Low-polarity analytes in a multicomponent organic solution: polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in acetonitrile: final report on key comparison // BIPM [website]. URL: [https://www.bipm.org/utis/common/pdf/final\\_reports/QM/K131/CCQM-K131.pdf](https://www.bipm.org/utis/common/pdf/final_reports/QM/K131/CCQM-K131.pdf)

<sup>4</sup> CCQM-K141: High polarity analytes in food-enrofloxacin and sulfadiazine in bovine tissue: final report on key comparison // BIPM [website]. URL: [https://www.bipm.org/utis/common/pdf/final\\_reports/QM/K141/CCQM-K141.pdf](https://www.bipm.org/utis/common/pdf/final_reports/QM/K141/CCQM-K141.pdf)

<sup>5</sup> CCQM-K78.a Multicomponent amino acids in dilute HCl solution: final report on key comparison // BIPM [website]. URL: <https://www.bipm.org/documents/20126/44675723/CCQM-K78.a.pdf/a049827c-9b95-eb4c-27cc-e49388b4cf08>

<sup>6</sup> CCQM-K146: Low-polarity analyte in high fat food: Benzo[a]pyrene in olive oil: final report on key comparison // BIPM [website]. URL: <https://www.bipm.org/documents/20126/44697365/CCQM-K146.pdf/2593c17b-ab5c-ba47-8c4c-caaaea022a76>

<sup>7</sup> CCQM-K148.a Purity of bisphenol A: final report on key comparison // BIPM [website]. URL: <https://www.bipm.org/documents/20126/57296299/CCQM-K148.a.pdf/d0703c25-da52-ed90-f9fe-10e7909bbdccc>

<sup>8</sup> CCQM-K133 Low-polarity analytes in plastics: phthalate esters in polyvinyl chloride (PVC): report B on key comparison, November 2019 // BIPM [website]. URL: <https://www.bipm.org/kcdb/comparison?id=1269>

<sup>9</sup> CCQM-K78.b Non-polar analytes in a multi-component organic solution. Mass fraction of non-polar pesticides in acetonitrile: Key comparison // BIPM [website]. URL: <https://www.bipm.org/kcdb/comparison?id=1806>

<sup>10</sup> CCQM-K156 Perfluorinated contaminants in water. Mass fraction of L-PFOA and L-PFOS: key comparison // BIPM [website]. URL: <https://www.bipm.org/kcdb/comparison?id=935>

<sup>11</sup> CCQM-K148.b Mass fraction of oxytetracycline (free base) in the oxytetracycline hydrochloride: key comparison // BIPM [website]. URL: <https://www.bipm.org/kcdb/comparison?id=1816>

<sup>12</sup> CCQM-K159 Free amino acids in plasma, study protocol: key comparison, October 2019.

<sup>13</sup> CCQM-K168 Non-polar analytes in high carbohydrate food matrix: trans-zeaxalenone in maize powder: technical protocol, April, 2020 // BIPM [website]. URL: <https://www.bipm.org/kcdb/comparison?id=1840>

<sup>14</sup> CCQM-K180 – Polar analyte in high protein food matrix – metronidazole in porcine muscle // BIPM [website]. URL: <https://www.bipm.org/kcdb/comparison?id=1835>

а существующее разделение сличений (первичная калибровка и контроль точности) отражает специфику физико-химических измерений в целом, где необходимы два типа референтных материалов:

1) калибранты для градуировки (калибровки) аналитического оборудования (чистые вещества и растворы чистых веществ);

2) средства контроля точности результатов измерений (матрицы).

При этом важно, что каждая потенциальная комбинация «органическое вещество – матрица» имеет свои характерные особенности, которые необходимо знать и учитывать при выполнении измерений. Ниже приведены примеры международных сличений в области ОА, в которых в разное время принимал участие ГЭТ 208, и обсуждены особенности решения определенных измерительных задач.

### Категория «Чистые вещества»

Дизайн сличений в категории «Чистые вещества» предполагает определение массовой доли основного компонента в чистом органическом веществе. Для этой цели могут быть использованы любые pertinentные аналитические методы или их комбинации.

Общепринятый международный подход к определению чистоты органических веществ основан на методе МБ и заключается в максимально полном исследовании вещества с целью подтверждения его идентичности и определения всех возможных примесей. После этого массовую долю основного компонента рассчитывают по формуле «100% минус сумма примесей» согласно рекомендациям IUPAC<sup>11</sup>.

В основе метода МБ лежит понимание, что на определенном уровне любое вещество является многокомпонентной матрицей, то есть содержит большее или меньшее количество органических и/или неорганических примесей. Реализация алгоритма МБ для органических веществ включает обязательные измерения четырех групп вероятных примесных компонентов:

1) примеси РС, в общем случае – это компоненты, которые могут быть измерены тем же аналитическим методом, что и основное вещество, чаще всего – его изомеры и/или конгенеры;

2) примеси воды, свободной и кристаллогидратной;

3) примеси ЛОС (например, остаточные органические растворители после очистки основного вещества перекристаллизацией);

4) примеси НС, включая органические и неорганические компоненты (например, металлов в любой форме).

МБ – косвенный метод, и, очевидно, всегда существует потенциальная возможность завязать чистоту вещества по причине «недоопределения» примесей. Исключить такой сценарий невозможно, но минимизировать его вероятность вполне реально. Применение не менее двух аналитических методов для измерений каждой из групп примесей позволяет избежать грубых промахов и максимально полно исследовать чистое органическое вещество.

Альтернатива МБ – метод количественного ядерного магнитного резонанса (qNMR). ЯМР-спектроскопия достаточно давно зарекомендовала себя как ведущий метод качественного структурного анализа органических молекул, но для количественного анализа потенциал ЯМР был признан сравнительно недавно – когда точностные характеристики ЯМР-спектрометров и хроматографических приборов стали сопоставимы. В результате qNMR начал активно и широко использоваться для определения чистоты органических соединений [5, 6, 12, 13].

С одной стороны, в отличие от МБ, qNMR позволяет выполнить прямое измерение массовой доли основного компонента. С другой стороны, технология применения qNMR требует наличия первичных СО, которые используются в качестве внутренних стандартов и, соответственно, должны быть тщательно охарактеризованы с помощью альтернативного аналитического метода (или методов), что снова подталкивает к необходимости применения метода МБ.

Для получения дополнительной информации об интегральных характеристиках органических соединений и/или подтверждения их идентичности удобно и целесообразно использовать прямые методы – кулонометрию, криометрию, дифференциальную сканирующую калориметрию. При этом важно понимать, что с помощью данных методов нельзя составить окончательное суждение о чистоте исследуемого вещества или сделать заключение об его идентичности.

Входящее в состав ГЭТ 208 оборудование в полной мере позволяет реализовать метод МБ и использовать метод дифференциально сканирующей калориметрии в качестве альтернативного/поддерживающего метода измерений чистоты.

Сличения CCQM-K55.d [5] приведены в качестве примера, демонстрирующего измерительную процедуру при определении массовой доли основного компонента в чистом органическом веществе.

<sup>11</sup> Methods for the SI value assignment of the purity of organic compounds: IUPAC Organic Purity Technical Report – Combined Draft: 6th September 2018: IUPAC Project 2013–025.

Как было сказано выше, метод МБ основан на измерении примесных компонентов. Следовательно, как первый и необходимый этап работы были выполнены теоретические исследования – поиск и обобщение информации об исследуемом веществе. На основе физико-химических свойств фолиевой кислоты, литературных данных, информации о существующих технологиях производства и очистки был сформирован перечень вероятных загрязнителей и выбраны аналитические методы для их измерений. В большинстве случаев основное внимание при аттестации должно быть сосредоточено на примесях РС и для гигроскопичных веществ – воды. Вероятность и возможный уровень содержания ЛОС и НС намного ниже.

В данном случае ожидаемые примеси РС включали п-аминобензоилглутамат, птерин-6-карбоновую кислоту, птерин-6-альдегид, птероевую кислоту, п-аминобензоат глутамат, изомерные формы фолиевой кислоты. Для измерений был выбран метод ВЭЖХ–МС и ВЭЖХ–УФДМ. Для измерений остаточного содержания воды использовали прямой метод – кулонометрическое титрование по К. Фишеру. Примеси НС были измерены двумя методами, пригодными для большинства органических компонентов – ИСП–МС и ТГА. Содержание ЛОС определяли методом ГХ–МС в двух вариантах ввода пробы: статический парофазный анализ и термодесорбция с криофокусированием. Полученные ВНИИМ результаты измерений обобщены в табл. 4. На рис. 2 в графической форме представлены данные по оценке эквивалентности результатов участников сличений.

На рис. 2 видно, что результат измерений ВНИИМ хорошо согласуется с данными других участников и принятым референтным значением. Таким образом, по результатам сличений CCQM-55.d ВНИИМ подтвердил базовую компетенцию НМИ по предоставлению услуг первичной

калибровки. В свою очередь ГЭТ 208 получил объективные доказательства того, что аналитические методы, которые были использованы для определения чистоты фолиевой кислоты, и процедуры оценивания неопределенности полученных значений полностью соответствуют международным требованиям.

В табл. 5 обобщены данные о КИВ РФ в ОА в категории «Чистые вещества», закрепленные в БД МБМВ.

### «Органические растворы»

Сличения в категории «Органические растворы» являются естественным продолжением сличений в категории «Чистые вещества» и также подтверждают компетенции НМИ в области первичной калибровки.

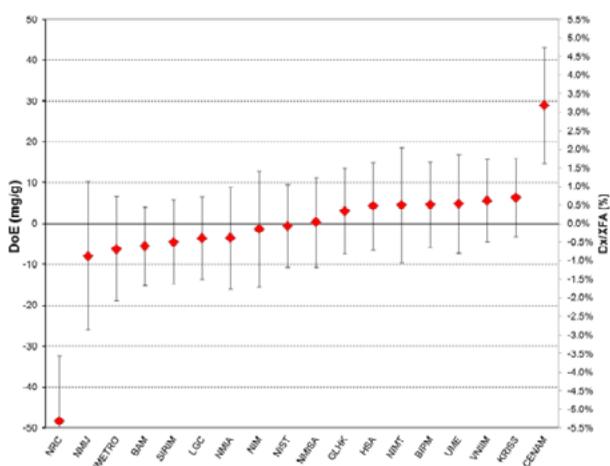


Рис. 2. Степень эквивалентности результатов измерений участников сличений CCQM-K55.d Characterization of Organic Substances for Chemical Purity: Folic Acid, mg/g [5]  
 Fig. 2. The degree of equivalence between the measurement results of comparison participants CCQM-K55.d Characterization of Organic Substances for Chemical Purity: Folic Acid, mg/g [5]

Таблица 4. Полученные ВНИИМ результаты измерений при проведении сличений CCQM-K55.d Characterization of Organic Substances for Chemical Purity: Folic Acid  
 Table 4. Measurement results obtained by the D. I. Mendeleev Institute for Metrology during comparisons CCQM-K55.d Characterization of Organic Substances for Chemical Purity: Folic Acid

Величина	Массовая доля, мг/г	Расширенная неопределенность, мг/г
Массовая доля примесей РС	12,20	3,02
Массовая доля примеси воды	75,61	0,78
Массовая доля примесей ЛОС	0,044	0,010
Массовая доля примесей НС	0,076	0,007
Массовая доля основного компонента	912,07	3,12

Таблица 5. Калибровочные и измерительные возможности Российской Федерации в органическом анализе, первичная калибровка, категория «Чистые вещества»

Table 5. Calibration and measurement capabilities of the Russian Federation in organic analysis, primary calibration, category "Pure substances"

Компоненты	Значение	Расширенная неопределенность ( $k=2$ )
валин, глицин, аланин, лейцин, изолейцин, пролин, серин, треонин, цистеин, метионин, аспаргиновая кислота, аспаргин, глутаминовая кислота, глутамин, лизин, аргинин, гистидин, фенилаланин, тирозин, триптофан	(98–100) %	(0,8–0,3) %
фолевая кислота, рибофлавин, энрофлоксацин, ципрофлоксацин, норфлоксацин, офлофлоксацин, префлоксацин, ломефлоксацин, спарфлоксацин, левофлоксацин, моксифлоксацин, гемифлоксацин, гатифлоксацин, ситафлоксацин, тровафлоксацин, делафлоксацин, клинафлоксацин	(90–100) %	(07–04) %
Неполярные ( $pK_{ow} < -2$ ) органические вещества с молярной массой до 500 г/моль	(90–100) %	(2,3–0,23) %
Полярные ( $pK < -2$ ) органические вещества с молярной массой до 500 г/моль	(90–100) %	(2,3–0,23) %

В ОА взаимодействие/компарирование измеряемого образца и калибранта реализуется через градуировку (калибровку) аналитических приборов (ГХ, ВЭЖХ, спектрофотометры и т. д.). Для выполнения градуировки (калибровки) чистые органические вещества, исследованные аналитически и метрологически охарактеризованные, должны быть переведены в форму стандартных растворов – растворов органических компонентов в органических или водных растворителях. Растворы готовят гравиметрическим методом по экспериментально-расчетной процедуре. Источник метрологической прослеживаемости определяется по происхождению калибранта – чистого вещества.

В соответствии с CIPM MRA, метрологическая прослеживаемость до SI может быть обеспечена одним из двух способов: или (1) путем аттестации чистого вещества в лаборатории НМИ-участника сличений («in-house»), или (2) посредством использования коммерчески доступного сертифицированного СО (CRM), произведенного другим НМИ-подписантом CIPM MRA, имеющим соответствующие КИВ в БД МБМВ. В обоих случаях ключевое требование – наличие полной и достоверной информации о процедуре и методах аттестации чистого органического вещества (или веществ), использованного(-ых) для приготовления стандартного раствора. Результаты измерений, не обеспеченные метрологической прослеживаемостью до SI, не могут быть использованы для расчета референтного значения сличений и не пригодны для внесения в базу данных КИВ.

Примером сличений в категории «Растворы» могут служить ключевые сличения CCQM-K131 [7]. Протокол сличений предполагал измерение бензо(а)антрацена и бензо(а)пирена в растворе ацетонитрила.

Измерения аналитов проведены на ГЭТ 208 условно прямым методом с применением МС-ИР в комбинации с ГХ. В качестве калибранта был использован *certified reference material* NIST SRM 1647f.

Результаты участников сличений CCQM-K131 представлены на рис. 3. В табл. 6 приведены КИВ РФ в области ОА, категория «Стандартные растворы».

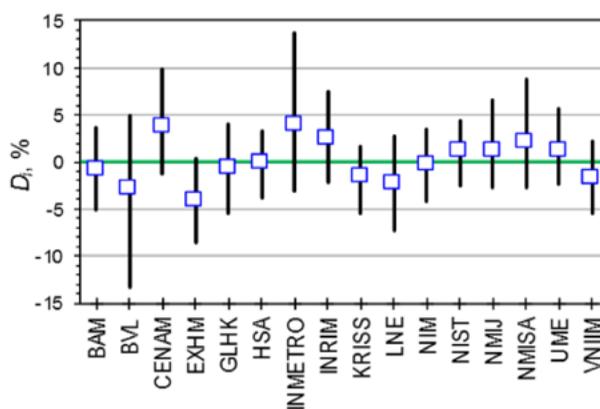


Рис. 3. Степень эквивалентности результатов измерений участников сличений CCQM-K133 CCQM-K131 Polycyclic Aromatic Hydrocarbons (PAHs) in Acetonitrile [7]

Fig. 3. The degree of equivalence between the measurement results of comparison participants CCQM-K133 CCQM-K131 Polycyclic Aromatic Hydrocarbons (PAHs) in Acetonitrile [7]

Таблица 6. Калибровочные и измерительные возможности Российской Федерации в области органического анализа, первичная калибровка, категория «Стандартные растворы»

Table 6. Calibration and measurement capabilities of the Russian Federation in the field of organic analysis, primary calibration, category "Reference solutions"

Компоненты	Матрица	Значение	Расширенная неопределенность ( $k = 2$ )
Пролин, фенилаланин	многокомпонентный водный раствор	(50–500) мкг/г	(3,0–3,0) %
Полициклические Ароматические Углеводороды – ПАУ (молярная масса > 150 г/моль, полярность $pKow < -2$ )	многокомпонентный органический раствор	(50–500) мкг/г	(4,0–2,0) %
Полихлорированные бифенилы (ПХБ)	многокомпонентный органический раствор	(50–500) мкг/г	(4,0–2,0) %
Хлорированные пестициды (молярная масса < 500 г/моль, полярность $pKow < -2$ )	многокомпонентный органический раствор	(0,01–100) мг/г (50–500) мкг/г	(6,0–2,0) %

Таким образом, компетенции ВНИИМ и ГЭТ 208 в важнейшей области метрологического сервиса – предоставлении услуг первичной калибровки – подтверждены по результатам ключевых международных сличений в категориях «Чистые вещества» и «Органические растворы» и документированы в международной БД МБМВ.

### Матрицы

Решение задачи контроля точности результатов измерений органических компонентов напрямую связано со сличениями по измерению аналитов в матрицах различного типа. Каждое такое сличение – серьезный вызов, требующий не только тщательного выполнения измерений, но и большой подготовительной работы.

Обязательными составляющими сличений в матрицах являются:

- выбор подходящего аналитического метода (в идеале – двух независимых методов) и условий измерений;
- разработка эффективной процедуры подготовки образца;
- исследование и выявление источников неопределенности измерений;
- минимизация их вкладов в суммарную неопределенность.

По сути, каждое «матричное» сличение – это попытка разработать референтную методику измерений, которая будет сочетать оптимальную аналитическую процедуру, наилучший инструментальный метод и наивысшую точность измерений. И, как уже было сказано выше, отдельным и крайне важным этапом работы является выбор или разработка/создание калибранта, соответствующего строгим требованиям CIPM MRA.

Наивысший приоритет был установлен РГОА для сличений в категории «Пищевые матрицы», поскольку продукты питания имеют непосредственное отношение к безопасности существования и качеству жизни человека. Пищевая промышленность находится под постоянным контролем соответствующих национальных и международных структур, таких как Codex Alimentarius [20], что требует применения согласованных методов и метрологически прослеживаемых СО.

Сличения CCQM-K141 [9] были организованы для подтверждения возможностей НМИ в части измерений полярных аналитов ( $pKow > -2$ ) в пищевой матрице с высоким содержанием жира и белка.

Для ГЭТ 208 это был первый опыт работы с антибиотиками сульфаниламидного и фторхинолонового ряда, поэтому сличения были начаты с серьезных теоретических и экспериментальных исследований. В частности, было опробовано несколько способов извлечения аналитов из высокопротеиновых матриц, были исследованы различные комбинации растворителей с целью повышения эффективности экстракции, изучены варианты очистки экстрактов от сопутствующих макрокомпонентов. На основе полученных данных была разработана оптимальная процедура измерений, включающая инструментальный анализ методом ВЭЖХ и МС-ИР.

Для формирования прослеживаемости результатов измерений к референтным материалам ВНИИМ (ГЭТ 208) была разработана технология определения чистоты антибиотиков методом МБ, которая была успешно реализована при аттестации чистых веществ энрофлоксацина и сульфадиазина. Результаты измерений участников сличений приведены на рис. 5.

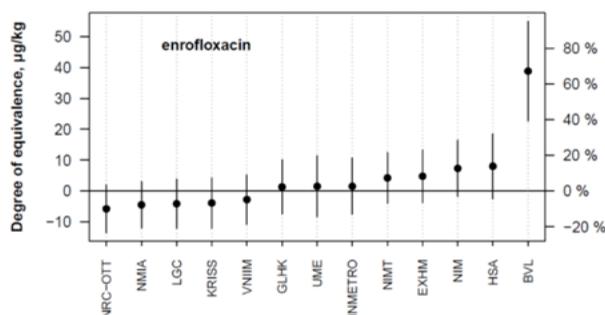


Рис. 5. Степень эквивалентности результатов измерений участников сличений CCQM-K141 Enrofloxacin and sulfadiazine in bovine tissue [9]

Fig. 5. The degree of equivalence between the measurement results of comparison participants CCQM-K141 Enrofloxacin and sulfadiazine in bovine tissue [9]

Еще одним приоритетным направлением деятельности РГОА является лабораторная медицина, где на основании результатов измерений принимаются врачебные решения относительно ухода за конкретным пациентом. Этот сектор строго регулируется (например, Регламентом ЕС 2017/746 IVDR) и имеет согласованные международные стандарты качества в части метрологической прослеживаемости калибраторов (ISO 17511:2020), стандартных измерений (ISO 15189:2022), эталонных процедур (ISO 15193:2009), стандартных образцов (ISO 15194:2009) и требований к компетентности клинических лабораторий (ISO 15195:2018). Кроме того, авторитетные профильные организации (например, JCTLM, ICHCLR)<sup>12</sup> прикладывают постоянные усилия для гармонизации клинических лабораторных результатов.

К тому же, мировой тренд на развитие цифровой медицины (введение персональных цифровых медицинских карт, использование искусственного интеллекта для диагностики и т. д.) требует соответствующих решений в части метрологии. Очевидно, что для обеспечения сопоставимости многопараметрических измерений необходимы прослеживаемые калибраторы, иначе агрегирование данных из различных клинических исследований будет некорректным.

Примером сличений в категории «Биологические матрицы» могут служить ключевые сличения CCQM-K109 [8], в которых аналиты измерялись на низком (норма) и высоком (патология) уровнях.

Выполнение этих сличений потребовало применения совсем других техник и приемов работы с матрицей, наличия специального оснащения, соответствующих

<sup>12</sup> JCTLM – Joint Committee for Traceability in Laboratory Medicine; ICHCLR – International Consortium for Harmonization of Clinical Laboratory Results.

знаний и навыков. Инструментальный анализ был выполнен методом ВЭЖХ–МС–ИР. Особое внимание было уделено минимизации всех составляющих неопределенности измерений, поскольку высокая точность – необходимое условие уверенной диагностики, когда границы между патологией и нормой достаточно условны и часто смещаются в ту или иную сторону в зависимости от особенностей индивидуума.

В качестве примера на рис. 6 представлены результаты ВНИИМ и других НМИ-участников в части измерений мочевины.

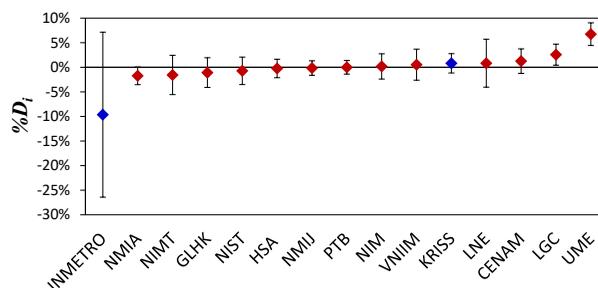


Рис. 6. Степень эквивалентности результатов измерений участников сличений CCQM-K109 Determination of urea and uric acid in human serum [8]

Fig. 6. The degree of equivalence between the measurement results of comparison participants CCQM-K109 Determination of urea and uric acid in human serum [8]

В 2022 году измерительная процедура, разработанная в процессе сличений CCQM-K109, была положена в основу Государственной первичной референтной методики измерений мочевины и мочевой кислоты в биологических жидкостях<sup>13</sup> и применена для аттестации СО матричного типа – СО состава мочевины и мочевой кислоты в сыворотке крови.

Категория «Современные материалы» включает технические продукты – пластмассы, проводники, керамику, полимеры и т. д. Сличения CCQM-133 предполагали измерение трех конгенов группы фталатов: ди(н-бутил)фталата (ДБФ), ди(2-этилгексил)фталата (ДЭГФ) и бензилбутилфталата (ББФ) в полимерной матрице.

В рамках выполнения сличений была изучена пригодность различных техник извлечения фталатов из поливинилхлорида, исследованы процедуры очистки

<sup>13</sup> ГПРМИ-243/15–2022 Государственная первичная референтная методика измерений массовой (молярной) концентрации мочевины в биологической матрице – сыворотке крови методом высокоэффективной жидкостной хроматографии/масс-спектрометрии с изотопным разбавлением / Разработчик МВИ: ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/6/items/1403492>

экстракта от высокомолекулярных компонентов матрицы, подобраны оптимальные условия инструментального анализа методом ГХ–МС–ИР.

Кроме того, для создания собственных калибрантов были выполнены исследования по определению чистоты чистых органических веществ БДФ, ББФ и БЭГФ, которые затем использовали для градуировки аналитического оборудования. Таким образом была обеспечена метрологическая прослеживаемость результатов измерений аналитов к референтным материалам ВНИИМ<sup>14</sup>.

На рис. 7 представлены результаты измерений ди(н-бутил)фталата участниками сличений.

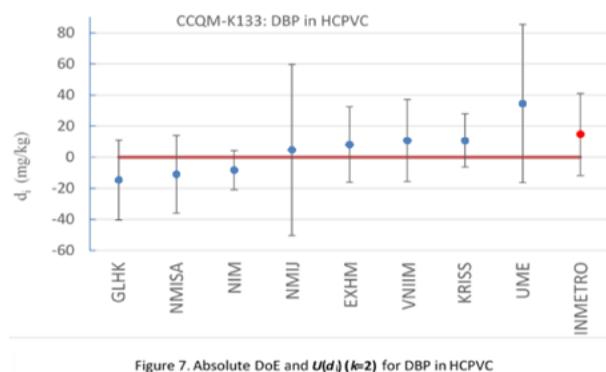


Рис. 7. Степень эквивалентности результатов измерений участников сличений CCQM-K133 Low-polarity analytes in plastics: Phthalate esters in polyvinyl chloride (PVC) для ди(н-бутил)фталата [21]

Fig. 7. The degree of equivalence between the measurement results of comparison participants CCQM-K133 Low-polarity analytes in plastics: Phthalate esters in polyvinyl chloride (PVC) for di(n-butyl) phthalate [21]

Исследование фталатов было продолжено в 2019 году в рамках плановых работ Росстандарта<sup>15</sup>. В результате разработанные технология аттестации чистых веществ и аналитическая процедура измерений фталатов, успешно опробованные при выполнении сличений CCQM-133, были использованы для создания СО состава раствора фталатов и Государственной референтной

<sup>14</sup> На основе полученных материалов исследований был разработан ГО 11366–2019 СО состава раствора эфиров ортофталевой кислоты (фталатов) в метаноле (6ФТЛТ-ВНИИМ).

<sup>15</sup> Совершенствование Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии ГЭТ 208-2014, работы в соответствии с планом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт) на 2017–2019 гг.

методики измерений содержания фталатов в полимерных материалах на основе ПВХ<sup>16</sup> [14].

Последние на текущий момент сличения в категории «Донные отложения (осадки), почвы, руды, частицы» были финализированы в 2015 году: CCQM-K102 Polybrominated diphenyl ethers in sediment<sup>17</sup> [15]. Категория охватывает все твердые абиотические матрицы.

Полибромированные эфиры являются антипиренами, их добавляют в промышленные и бытовые товары для уменьшения воспламеняемости материалов. ПБДЭ привлекают внимание специалистов по причине высокой устойчивости в условиях окружающей среды, способности к биоаккумуляции и доказанной токсичности, что представляет явную угрозу для человека и биоты в целом.

Участникам сличений было предложено измерить содержание ПБДЭ в нативно загрязненных донных отложениях. В качестве аналитов были выбраны три соединения, относящиеся к низко-, средне- и высокобромированным конгенерам групп ПБДЭ 47, ПБДЭ 99, ПБДЭ 153.

Учитывая высокую сорбционную активность аналитов, при разработке аналитической процедуры максимум внимания было уделено технологии извлечения ПБДЭ из твердой матрицы. Данная технология должна была гарантировать исчерпывающую экстракцию целевых соединений. Наилучшие результаты были получены при извлечении аналитов высококипящим растворителем (толуол) в аппарате Сокслета в течение 16 часов, а также методом ускоренной экстракции растворителем при повышенной температуре и давлении (ASE – Accelerated Solvent Extraction) в смесь гексан/дихлорметан (не менее 5 циклов).

Результаты измерений для ПБДЭ 153 приведены на рис. 8.

Измерения элементарных соединений были впервые выполнены в рамках дополнительной части ключевых сличений CCQM-K128 Измерение тяжелых металлов и оловоорганических соединений в порошке

<sup>16</sup> РМИ ВНИИМ-243-01-2019. Референтная методика измерений массовой доли шести приоритетных фталатов (диметилфталата, диэтилфталата, ди(н-бутил)фталата, бензилбутилфталата, ди(2-этилгексил)фталата и ди(н-октил)фталата) в объектах на основе поливинилхлорида методом газовой хроматографии/масс-спектрометрии с изотопным разбавлением // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/8/items/834820>

<sup>17</sup> CCQM-K102 Polybrominated diphenyl ethers in sediment: final report on key comparison // BIPM [website]. URL: [https://www.bipm.org/utis/common/pdf/final\\_reports/QM/K102/CCQM-K102.pdf](https://www.bipm.org/utis/common/pdf/final_reports/QM/K102/CCQM-K102.pdf)

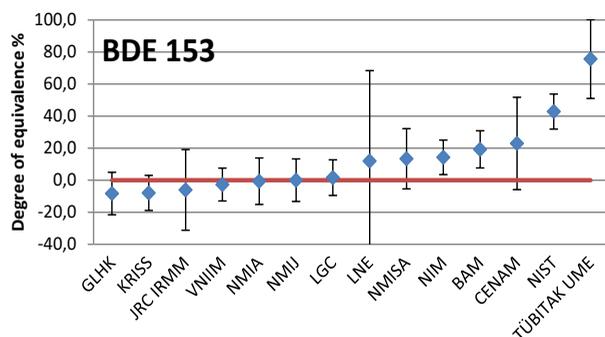


Рис. 8. Степень эквивалентности результатов измерений участников сличений CCQM-K102 Polybrominated diphenyl ethers in sediment для ПБДЭ 153 [15]

Fig. 8. The degree of equivalence between the measurement results of comparison participants CCQM-K102 Polybrominated diphenyl ethers in sediment, for PBDE153 [15]

кожи<sup>18</sup> [16]. Сличение CCQM-K128 было организовано Рабочей группой по неорганическому анализу<sup>19</sup> для проверки возможностей НИМ в измерении тяжелых металлов в матричном материале, содержащем органику. Опционально была предусмотрена возможность выполнить измерение элементоорганического соединения – трибутиллолова. На основную часть сличений было зарегистрировано 11 участников, в дополнительном исследовании приняли участие только три НМИ, что свидетельствует о нетривиальности поставленной задачи. Результаты измерений ВНИИМ, UME (Турция) и НИМ (Китай) хорошо согласуются друг с другом и принятым референтным значением (см. рис. 9).

Новые знания и приобретенный положительный опыт в измерении трибутиллолова были эффективно использованы позднее: в 2019 году ВНИИМ была разработана Государственная референтная методика измерений массовой доли оловоорганических катионов и тетрабутиллолова в почвах, грунтах, донных отложениях методом ГХ–МС–ИР<sup>20</sup>.

<sup>18</sup> CCQM-K128 Measurement of heavy metals and organo-tin in leather powder: final report on key comparison // BIPM [website]. URL: <https://www.bipm.org/documents/20126/44697222/CCQM-K128.pdf/44800209-2304-04f8-f2ce-68a0b2f1b110>

<sup>19</sup> Inorganic Analysis Working Group – IAWG.

<sup>20</sup> РМИ ВНИИМ-243-02-2019 Референтная методика измерений массовой доли оловоорганических катионов (монобутиллолова, дибутиллолова, трибутиллолова, трифениллолова, трициклогексиллолова, монооктиллолова и диоктиллолова) и тетрабутиллолова в почвах, грунтах, донных отложениях методом газовой хроматографии/масс-спектрометрии // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/8/items/1257184>

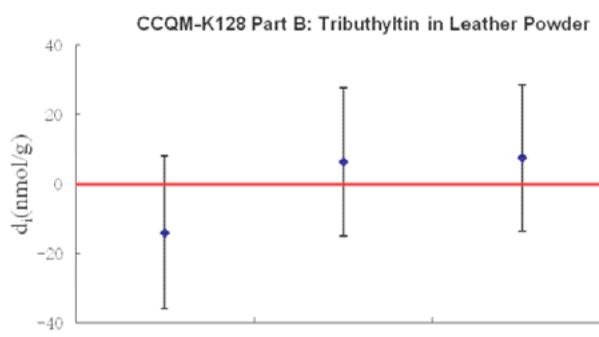


Рис. 9. Степень эквивалентности результатов измерений участников сличений CCQM-K128 Measurement of Heavy Metals and Organo-Tin in Leather Powder для трибутиллолова [16]

Fig. 9. The degree of equivalence between the measurement results of comparison participants CCQM-K128 Measurement of Heavy Metals and Organo-Tin in Leather Powder, for tributyltin [16]

Вне зависимости от измерительной категории КККВ, выполнение международных сличений в области ОА является комплексной аналитической и сложной метрологической задачей. Каждое успешное сличение и внесенная в базу данных МБМВ строка КИВ – это объективное и документированное подтверждение компетентности РФ в соответствующей области измерений, а также показатель результативности российского Государственного первичного эталона ГЭТ 208.

В табл. 12 обобщены данные о КИВ РФ в части контроля точности результатов измерений (область органического анализа и измерений элементоорганических соединений).

Полная и детальная информация об одобренных КИВ РФ содержится в международной БД и доступна на официальном сайте МБМВ. Включение в КИВ в БД обеспечивает презумпцию соответствия требованиям метрологической прослеживаемости.

В целом, в среднесрочной перспективе ВНИИМ планирует укрупнение КИВ за счет формирования позиций с широкой областью применения (ВС), а также расширение метрологического сервиса в части чистых веществ и стандартных растворов за счет увеличения ассортимента выпускаемых СО.

Освоение и внедрение метода qNMR для прямого измерения чистоты органических компонентов – следующий серьезный вызов на повестке дня.

### Обеспечение единства измерений в области органического анализа на территории Российской Федерации

Главными функциями ГЭТ 208 является передача воспроизводимых эталоном единицы величин и обеспечение

Таблица 12. Калибровочные и измерительные возможности Российской Федерации, контроль точности, матричные материалы

Table 12. Calibration and measurement capabilities of the Russian Federation, accuracy control, matrix materials

Компоненты	Матрица	Значение	Расширенная неопределенность(k=2)
<i>Биологические жидкости и материалы</i>			
Мочевина, Мочевая кислота	сыворотка крови	(10–2000) мг/кг	(5,0–5,0) %
Мочевина, Мочевая кислота	моча	(10–2000) мг/кг	(5,0–5,0) %
Креатинин	сыворотка крови	(1,0–30) мкг/г	(2,0–3,0) %
Холестерин	сыворотка крови	(1,0–3,0) мг/г	(2,5–2,5) %
Глюкоза	сыворотка крови	(0,1–10) мг/г	(2,0–3,0) %
TributyltinТрибутил олово	leather materialsматериалы кожи	(150–600) нмоль/г	(5,4–6,0) %
<i>Пищевые продукты</i>			
Эндосульфат, Эндосульфат сульфат	чай	(100–1 000) мкг/г	(6,0–7,0) %
п.п.-ДДЕ, п. п.-ДДТ, гамма- ГХЦГ	рыбное масло	(1,0–6,0) мг/кг	(6,0–6,0) %
п.п.-ДДЕ	кукурузное масло	(1,0–10) мг/кг	(6,0–7,0) %
Меламан	сухое молоко	(0,1–5,0) мг/кг	(5,0–12) %
18 приоритетных ПАУ (100–500 г/моль, рК < -2)	пищевая матрица с высоким содержанием жира, низким содержанием белка и низким содержанием углеводов	(0,1–1 000) мг/кг	(7,0–10) %
Фторхинолоны (200–500 г/моль, рК > -2)	пищевая матрица с высоким содержанием жира и белка	(20–5 000) мг/кг	(7,0–10) %
Сульфаниламиды (200–500 г/моль, рК > -2)	пищевая матрица с высоким содержанием жира и белка	(20–5 000) мг/кг	(7,0–10) %
<i>Современные материалы</i>			
Диметилфталат, Диэтилфталат, Ди(н-бутил)фталат, Ди(изо)бутилфталат, Бензилбутилфталат, Ди(2-этилгексил)фталат, Ди(н-октил)фталат	пластики	(10–5 000) мг/кг	(10–10) %
<i>Донные отложения, почвы,</i>			
МоХБ, ДиХБ, ТриХБ, ТетраХБ, ПеХБ, ГкХБ, ГпХБ, ОкХБ, НоХБ, ДеХБ	донные отложения	(0,001–5,0) мг/кг	(1,0–5,0) %
МоБДЭ, ДиБДЭ, ТриБДЭ, ТетраБДЭ, ПеБДЭ, ГкБДЭ, ГпБДЭ	донные отложения	(1,0–1 000) мкг/кг	(1,0–5,0) %

метрологической прослеживаемости результатов проверки, калибровки и измерений в различных отраслях промышленности и сферах деятельности внутри РФ.

В 2014 году одновременно с утверждением ГЭТ 208 была принята Государственная поверочная схема (ГПС) для средств измерений содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, что было отражено в ГОСТ Р 8.735.2–2013. Представленная в ГОСТ Р 8.735.0–2011 ГПС устанавливала единый порядок передачи единиц содержания компонентов от комплекса Государственных первичных эталонов в области физико-химических измерений, в том числе – единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов от ГЭТ 208 (см. рис. 10). В результате существовавшая ранее схема обеспечения прослеживаемости СО состава органических компонентов через гравиметрическую процедуру приготовления к эталону массы перестала быть единственно возможной и сейчас постепенно заменяется на схему прослеживаемости к соответствующим единицам величин, воспроизводимым ГЭТ 208.

ГПС предполагала универсальный для всех перечисленных ГПЭ (см. рис. 10) алгоритм передачи единиц величин нижестоящим эталонам и рабочим средствам измерений без указания методов передачи (прямой, косвенный, сличения и др.). Как следствие, на чертеже отсутствовали соответствующие горизонтальные овалы с указанием методов, что не удовлетворяло требованиям ГОСТ 8.061–80. В то же время, в цепочку передачи единиц величин наряду с эталонами были впервые включены СО, но их статус и место в системе (а также отличие от СО, разработанных вне ГПС) не были четко определены.

В процессе создания ГЭТ 208 были предложены способы передачи единиц величин, которые лучше учитывали специфику органического анализа. Для этого была принята систематизация органических соединений на основе их базовых физико-химических свойств и специфических групповых характеристик, аналогичная существующей в РГОА [2]. Такой подход позволил усовершенствовать и оптимизировать стандартную систему передачи единиц величин от «единица – в единицу» до «единица – компетенция» или «компонент – группа компонентов». Принятый подход был опробован для передачи единиц от ГЭТ 208 Государственному вторичному эталону ГВЭТ 208–1<sup>21</sup> [17]. Например, в ходе аттестации ГВЭТ

208–1 подтвердил компетенцию в части измерения массовой доли основного компонента в *n,n*-ДДТ. Это дало возможность передать вторичному эталону широкую компетенцию в части аттестации чистых веществ хлорорганических пестицидов с низкой полярностью ( $-\log K_{o/w}$  от минус 8,0 до минус 2,0) и молярной массой до 300 а. е. м. Компетенция на определение чистоты органических кислот была получена ГВЭТ 208–1 на основании сличений эталонов по массовой доле основного компонента в аскорбиновой кислоте. Пример схемы прослеживаемости аттестованных значений индивидуальных стандартных образцов ГВЭТ 208–1 представлен на рис. 11.

В 2019 году одновременно с совершенствованием ГЭТ 208 была выполнена модернизация ГПС для средств измерения содержания органических компонентов с целью сделать процедуру передачи единиц величин от ГЭТ 208 болеестройной и понятной.

Исторически сложившийся принцип построения поверочных схем в соответствии с ГОСТ 8.061–80 и ГОСТ 8.885-2015 хорошо подходит для описания передачи единиц физических величин, но имеет ряд существенных недостатков с точки зрения передачи единиц физико-химических величин. Например, в рамках принятых правил построения поверочной схемы нечетко обозначено «верхнее звено» прослеживаемости и функции СО, аттестованных с применением ГЭТ. В новой ГПС было зафиксировано, что материализованной частью единицы величины являются эталон сравнения и/или выполняющий функцию эталона стандартный образец, предназначенные для хранения и передачи единиц соответствующих величин.

Уравнивание аттестованных на ГЭТ 208 СО и разрядных эталонов способствовало гармонизации отечественного и международного подходов к эталонам в области физико-химических измерений. Например, в документе МД1 МОЗМ «Элементы закона по метрологии» сертифицированные стандартные образцы<sup>22</sup> отнесены к эталонам, используемым для установления метрологической прослеживаемости результатов измерений [22]. Кроме того, при разработке ГПС была предпринята попытка разделить линии передачи единиц величин через СО и подчиненные эталоны. На рис. 12 в виде схемы представлено разделение процессов воспроизведения, хранения и передачи единиц величин на ГЭТ 208, а также место и функция каждого элемента системы. Схема новой ГПС представлена на рис. 13.

<sup>21</sup> 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 // Федеральный

информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/11/items/399340>

<sup>22</sup> Соответствует стандартно образцам утвержденного типа.

**Государственная поверочная схема для средств измерений  
содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах**

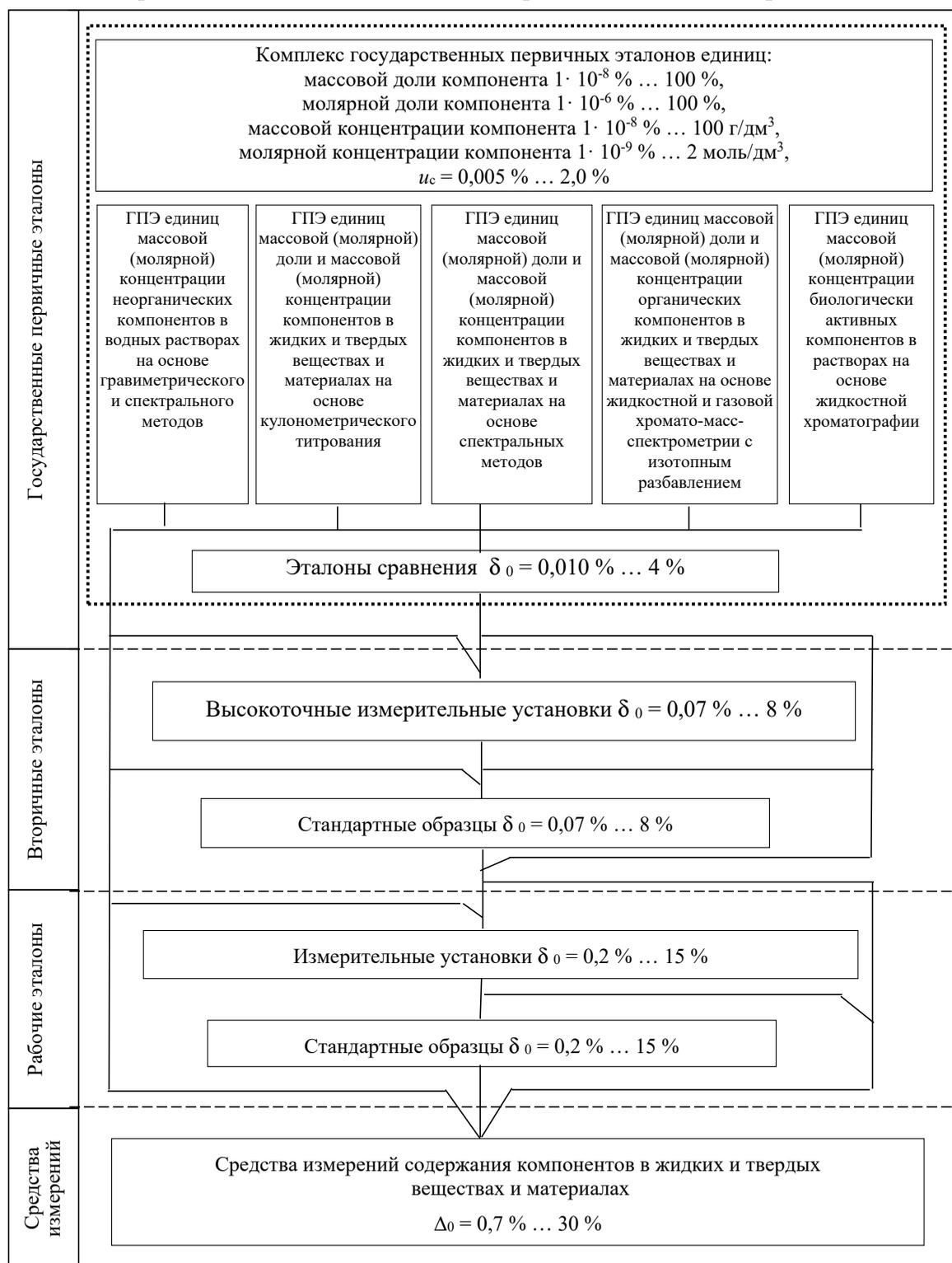


Рис. 10. Чертеж государственной поверочной схемы ГЭТ 208-2014

Fig. 10. A drawing of the State Verification Scheme GET 208-2014



Рис. 11. Прослеживаемость аттестованных значений стандартных образцов от ГВЭТ 208-1 до ГЭТ 208

Fig. 11. Traceability of certified values of reference materials from GVET 208-1 to GET 208

В настоящий момент реализуются обе линии передачи единиц величин. Первая – в целом не вызывает вопросов. Она позволяет через систему подчиненных эталонов реализовывать классическую передачу единиц величин «компонент – в компонент» для вторичных и рабочих эталонов, а также осуществлять передачу единиц величин вторичным эталонам через область компетенции.

Вторая линия передачи единиц величин предполагает, что СО выполняет функцию эталона сравнения, хранит и передает единицу величины и позволяет продемонстрировать прослеживаемость результатов поверки, калибровки и измерений к ГЭТ 208. В этом случае СО отечественных производителей, выпускаемые без применения утвержденных разрядных эталонов соответствующих единиц величин, но с использованием аттестованных на ГЭТ 208 СО, связаны с ГПЭ и, следовательно, обеспечены метрологической прослеживаемостью к ГЭТ 208.

Наличие второй линии позволяет создавать на основе прослеживаемых СО другие СО производных величин или величин другого рода [18]. Примером демонстрации прослеживаемости к ГЭТ 208 по второй линии

является охарактеризованный по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления ГСО 11753, прослеживаемость аттестованного значения которого в части содержания хлорорганических соединений реализована посредством применения ГСО 11533<sup>23</sup>, аттестованного на ГЭТ 208.

Новая ГПС тоже не совершенна: большое число важных деталей требует дополнительных пояснений и проработки. Например, при актуализации ГПС предполагалось, что расположение СО и измерительных установок в одном поле должно демонстрировать их взаимосвязь. Добиться подобного эффекта можно было бы двумя путями:

- 1) применением охватывающей квадраты пунктирной рамки: рис. 14, часть А;
- 2) применением связывающей их горизонтальной линии: рис. 14, часть Б.

Однако в ГОСТ 8.061–80 таких возможностей не предусмотрено.

<sup>23</sup> Аттестованные характеристики ГСО 11533 – массовая доля хлорбензола (%), молярная доля хлорбензола (%).

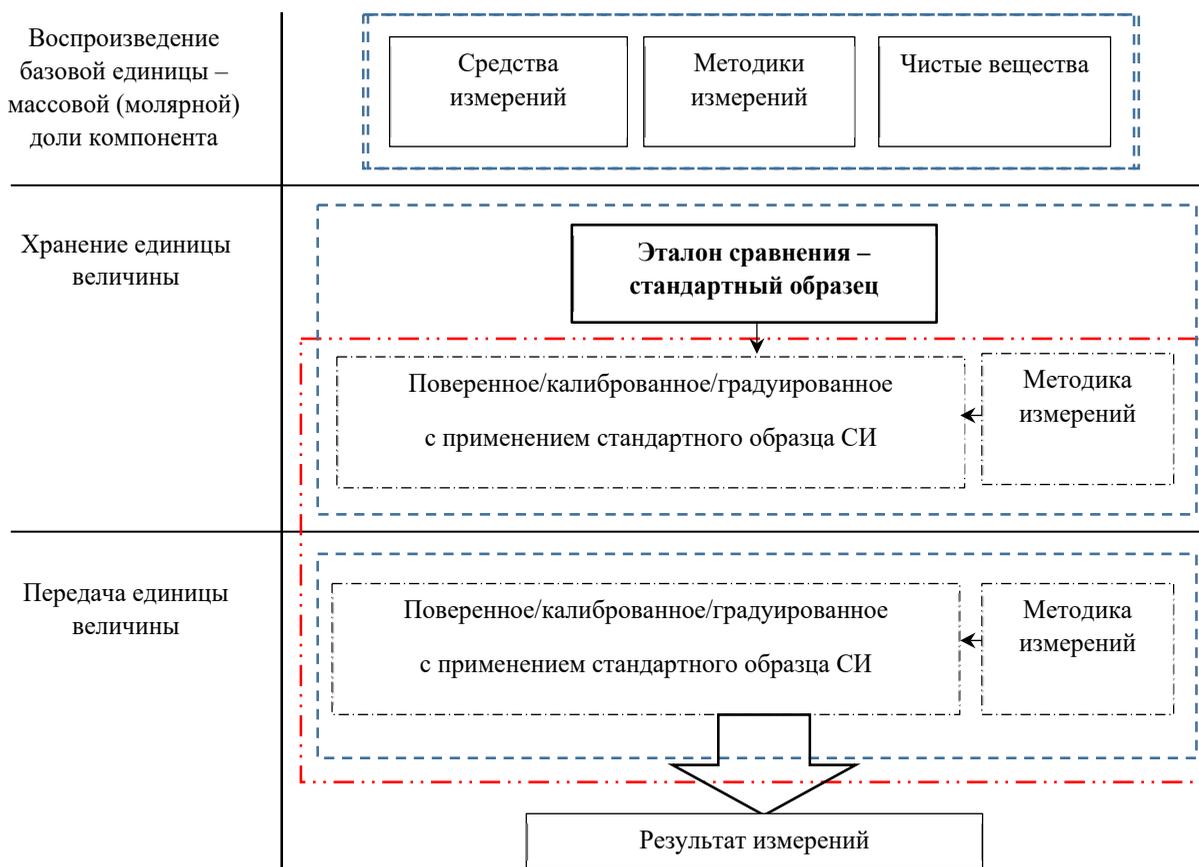


Рис. 12. Схематичное изображение структурных элементов процессов воспроизведения, хранения и передачи единицы величины

Fig. 12. Schematic representation of the structural elements of the processes of reproduction, storage, and transmission of a measurement unit

Кроме того, вызывает вопросы трактование методов передачи единиц физико-химических величин.

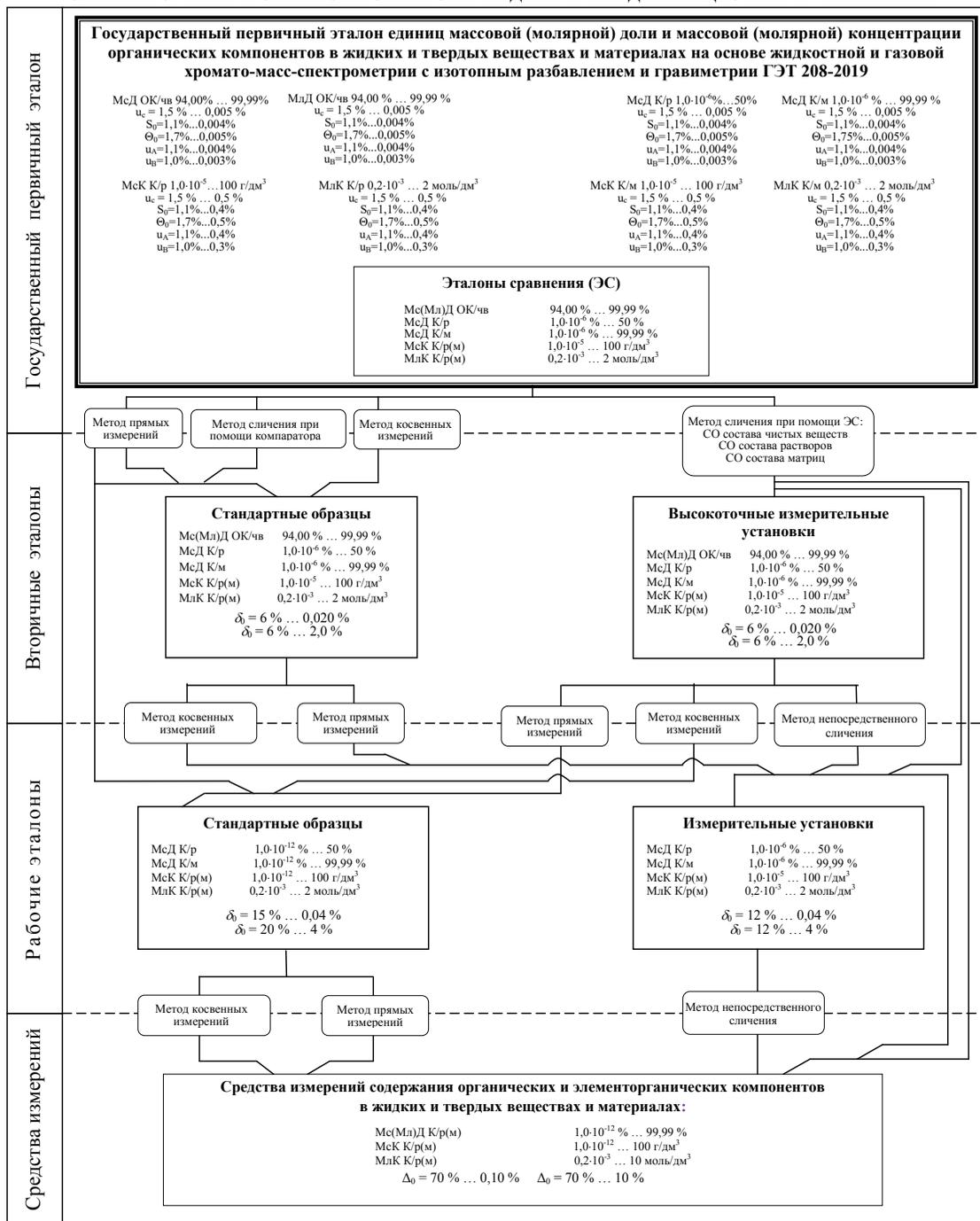
Имеющиеся несовершенства не мешают утверждать, что главная задача актуализации ГПС была решена: в ГПС документировано, что материализованной частью и средством передачи единицы величины является не только входящее в его состав оборудование, но и СО – носитель единицы моля органического компонента, который транспортирует, хранит и передает единицу величины, аналогично гире – рабочему эталону единицы массы. Именно через СО напрямую или косвенно обеспечивается прослеживаемость результатов поверки, калибровки и измерений к единицам величин, воспроизводимым на ГЭТ 208.

Важно повторить, что процесс передачи единицы в области физико-химических измерений осуществляется не только при поверке – значимом, но не единственном способе применения СО, но и при калибровке/градуировке средств измерений и испытаниях СО. На наш

взгляд, действующая редакция ГПС демонстрирует связь между данными процессами и СО более четко и прозрачно. Универсальные средства измерений (хроматографы, масс-спектрометры, спектрофотометры и др.), широко применяемые в области органического анализа, калибруют/градуируют не с помощью СО, который по тем или иным причинам был выбран в качестве средства поверки, а с применением СО состава конкретных органических компонентов – аналитов (что обеспечивает прослеживаемость «компонент – в компонент» к единицам величин, характеризующим химический состав веществ и материалов).

Таким образом, действующая ГПС заметно лучше учитывает особенности передачи единиц величин в области органического анализа и позволяет не только передавать единицы величин на нижестоящие эталоны, но и определяет место и статус СО, выполняющих функции эталонов сравнения. Эталоны сравнения – СО – являются коммерческим продуктом и могут быть

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ ПОВЕРОЧНАЯ СХЕМА ДЛЯ СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ СОДЕРЖАНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ И ЭЛЕМЕНТОРГАНИЧЕСКИХ КОМПОНЕНТОВ В ЖИДКИХ И ТВЕРДЫХ ВЕЩЕСТВАХ И МАТЕРИАЛАХ**



Примечание: МсД ОК/чв – массовая доля основного компонента в чистом веществе  
 МлД ОК/чв – молярная доля основного компонента в чистом веществе  
 МсД К/р – массовая доля компонента в растворе  
 МсД К/м – массовая доля компонента в материале  
 МсК К/р(м) – массовая концентрация компонента в растворе (материале)  
 МлК К/р(м) – молярная концентрация компонента в растворе (материале)

Рис. 13. Чертеж Государственной поверочной схемы ГЭТ 208-2014 в соответствии с МД1 МОЗМ «Элементы закона по метрологии» [22]

Fig. 13. A drawing of the State Verification Scheme GET 208-2014 in accordance with MD1 OIML «Elements of the Law on Metrology» [22]

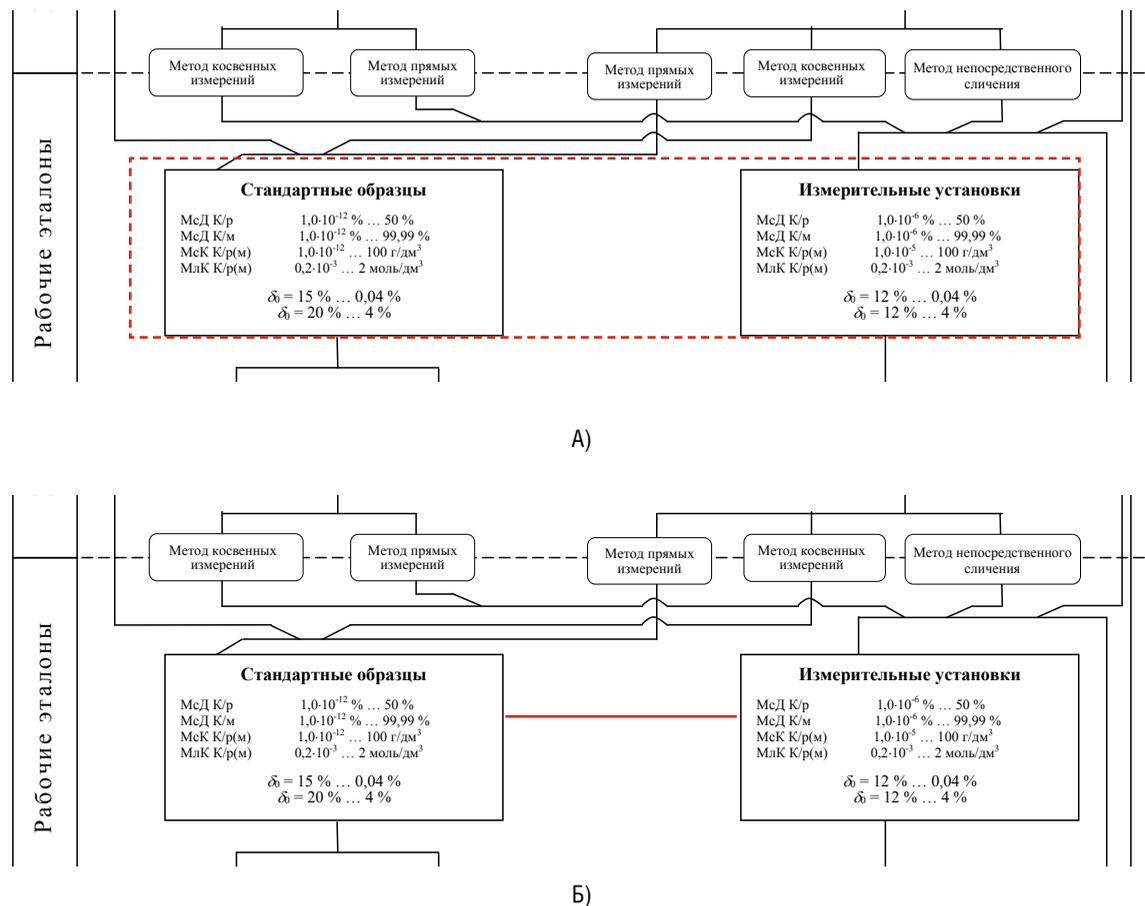


Рис. 14. Варианты объединения эталонных установок и их продукции – стандартных образцов – для демонстрации неразрывной связи между ними

Fig. 14. Options for combining reference installations and their products (reference materials) to demonstrate the inextricable link between them

использованы для обеспечения метрологической прослеживаемости результатов измерений органических компонентов в целях поверки, калибровки и при реализации методик измерений.

Ассортимент аттестованных на ГЭТ 208 СО постоянно растет. В 2021 году для обеспечения метрологической прослеживаемости результатов измерений соответствующих единиц величин на ГЭТ 208 были выполнены работы по воспроизведению следующих единиц величин: «массовая доля гапсахлорбензола», «массовая доля *n*-додекана», «массовая доля *n*-гептана», «массовая доля *n*-гексадекана», «массовая доля гексахлорциклогексана», «массовая доля бензола», «массовая доля резерпина», «массовая доля кофеина», «массовая доля глюкозы», «массовая доля сахарозы», «массовая доля антрацена» и аттестована серия стандартных образцов.

Метрологические характеристики стандартных образцов приведены в табл. 13.

### Заключение

В ходе проведенного исследования выполнен обзор метрологических возможностей ГЭТ 208 и представлены данные, подтверждающие эквивалентность российского государственного эталона и национальных эталонов других государств-подписантов соглашения CIPM MRA.

Референтные материалы – СО состава чистых веществ, растворов и матриц, разработанные с помощью ГЭТ 208, могут применяться для демонстрации метрологической прослеживаемости к ГЭТ 208 результатов измерений, получаемых по методикам поверки и калибровки эталонов и средств измерений, а также по методикам измерений (включая референтные и первичные референтные методики) содержания соответствующих компонентов в различных объектах при осуществлении деятельности в области мониторинга и охраны окружающей среды, при производстве фармацевтической, пищевой и других видов продукции.

Таблица 13. Метрологические характеристики стандартных образцов, аттестованных на ГЭТ 208-2014  
 Table 13. Metrological characteristics of reference materials certified to GET 208-2014

Наименование стандартного образца	Интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли компонента $w_B$ , %	Допускаемое значение расширенной неопределенности аттестованного значения $U^{(1)}$ при $k=2$ , %
ГСО 12101–2022 СО состава гексахлорбензола	от 97,50 до 99,00 вкл. св. 99,00 до 99,55 вкл.	$0,2 \cdot (100 - w_B) + 0,02$ $0,2 \cdot (100 - w_B) + 0,05$
ГСО 12133–2023 СО состава <i>n</i> -додекана	98,40–99,70	$0,284 \cdot (100 - w_B) + 0,03$
ГСО 12062–2022 СО состава <i>n</i> -гептана	99,00–99,90	$0,02^{(2)}$
ГСО 11731–2021 СО состава <i>n</i> -гексадекана	98,00–99,98	$0,10^{(2)}$
ГСО 12102–2022 СО состава линдана	от 96,50 до 99,00 вкл. св. 99,00 до 99,70 вкл.	$0,14 \cdot (100 - w_B) + 0,02$ $0,12 \cdot (100 - w_B) + 0,04$
ГСО 11988–2022 СО состава бензола	99,90–99,98	$0,8 \cdot (100 - w_B)$
ГСО 12061–2022 СО состава резерпина	99,3–99,85	$0,46 \cdot (100 - w_B)$
ГСО 12060–2022 СО состава кофеина	от 96,70 до 99,96 вкл. св. 99,96 до 99,98 вкл.	$0,4 \cdot (100 - w_B)$ $0,9 \cdot (100 - w_B)$
ГСО 11989–2022 СО состава глюкозы	99,50–99,85	$0,10^{(2)}$
ГСО 12134–2023 СО состава сахарозы	от 98,70 до 99,96 вкл. св. 99,96 до 99,98 вкл.	$0,4 \cdot (100 - w_B)$ $0,9 \cdot (100 - w_B)$
ГСО 12059–2022 СО состава антрацена	99,00–99,80	$0,36 \cdot (100 - w_B)$

<sup>1)</sup> Численно равно границам абсолютной погрешности аттестованного значения  $CO \pm \Delta$  (в %) при  $P=0,95$ .

<sup>2)</sup> Допускаемое значение относительной расширенной неопределенности аттестованного значения.

В 2022 году на ГЭТ 208 завершены работы по аттестации СО состава чистых органических веществ маркеров клинической диагностики – мочевины и мочевой кислоты, а также СО состава мочевины и мочевой кислоты в матричном материале – сыворотке крови человека.

В настоящее время на ГЭТ 208 выполняется разработка комплекса СО состава чистых органических веществ (ароматических углеводов, алкилкарбонатов, искусственных подсластителей и пестицидов), а также СО состава растворов и матриц (всего – более 40 новых типов СО) для обеспечения единства измерений в приоритетных областях народного хозяйства.

Подведем итог. Формируемая в РФ база национальных эталонных материалов – эталонов сравнения и СО

состава чистых веществ, высокоточных СО состава растворов органических компонентов и матриц – позволит создать действующую систему прослеживаемости в области органического анализа и гарантировать признание результатов измерений российских лабораторий на международном уровне в интересах свободной торговли, а также обеспечит технологический суверенитет РФ в части метрологического обеспечения измерений.

**Благодарности:** Разработка и совершенствование ГЭТ 208 выполнены в рамках договоров о предоставлении субсидий на безвозмездной и безвозвратной основе на возмещение затрат, связанных

с осуществлением мероприятий в области обеспечения единства измерений (разработка и совершенствование государственных первичных эталонов единиц величин и государственных эталонов единиц величин) «Разработка Государственного первичного эталона единиц массовой доли органических компонентов» и «Совершенствование Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии ГЭТ 208–2014».

**Acknowledgments:** Development and improvement of GET 208 were carried out within the framework of contracts on the provision of subsidies on a gratuitous and irrevocable basis to reimburse costs associated with the implementation of measures in the field of ensuring the uniformity of measurements (development and improvement of state primary standards of measurement units and state standards of measurement units) «Development of the State Primary Standard of units of mass fraction of organic components» and «Improvement of the State Primary Standard of units of mass (molar) fraction and mass (molar) concentration of organic components in liquid and solid substances

and materials based on liquid and gas chromatography-mass spectrometry with isotope dilution and gravimetry GET 208–2019».

**Вклад соавторов:** Михеева А. Ю. – определение замысла статьи, работа с литературными данными, подготовка первоначального варианта и доработка текста статьи; Ткаченко И. Ю. – работа с литературными данными, подготовка первоначального варианта и доработка текста статьи; Крылов А. И. – формирование концепции работы, критический анализ материалов статьи.

**Author Contributions:** Mikheeva A. Yu. – definition of the article concept, work with literary data, preparation of the initial and final version of the article; Tkachenko I. Yu. – work with literary data, preparation of the initial and final version of the article; Krylov A. I. – development of the concept, critical analysis of the article materials.

**Конфликт интересов:** Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов, связанных с содержанием настоящей статьи. Автор А. И. Крылов является членом редакционного совета журнала «Эталон. Стандартные образцы»

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

## СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Михеева А. Ю., Крылов А. И. Прослеживаемость в органическом анализе. Ч. 1: Эквивалентность национальных и международных эталонов // Эталон. Стандартные образцы. 2020. Т. 16, № 3. С. 5–21. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2020-16-3-5-21>
2. Caseri W. Initial organotin chemistry // Journal of Organometallic Chemistry. 2014. Vol. 751. P. 20–24. <https://doi.org/10.1016/j.jorganchem.2013.08.009>
3. Ayrey G., Man F. P., Poller R. C. Mechanism of thermal stabilization of PVC by organotin compounds: scavenging of chlorine atoms // Journal of Organometallic Chemistry. 1979. Vol. 173, № 2. P. 171–174.
4. Международная система единиц (SI) / Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии. 9-е изд. М.: Росстандарт, 2019. 100 с.
5. Mass fraction assignment of folic acid in a high purity material / S. Westwood [et al.] // Metrologia. 2018. Vol. 55, № 1A. P. 08013. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/55/1A/08013>
6. Mass fraction assignment of Bisphenol-A high purity material / S. Westwood [et al.] // Metrologia. 2021. Vol. 58, № 1A. P. 08015. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/58/1A/08015>
7. CCQM-K131 Low-polarity analytes in a multicomponent organic solution: polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in acetonitrile / D. L. Duerwer [et al.] // Metrologia. 2019. Vol. 56, № 1A. P. 08003. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/56/1A/08003>
8. High polarity analytes in biological matrix: determination of urea and uric acid in human serum (CCQM-K109) / Q. Liu [et al.] // Metrologia. 2019. Vol. 56, № 1A. P. 08006. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/56/1A/08006>
9. High polarity analytes in food – enrofloxacin and sulfadiazine in bovine tissue (CCQM-K141) / A. Windust [et al.] // Metrologia. 2019. Vol. 56, № 1A. P. 08005. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/56/1A/08005>
10. Mass fraction assignment of Amino Acids in acidic aqueous solution (CCQM-K78.a) / S. Westwood [et al.] // Metrologia. 2019. Vol. 56, № 1A. P. 08010.
11. CCQM-K146 low-polarity analyte in high fat food: benzo[a]pyrene in olive oil / X. Li [et al.] // Metrologia. 2020. Vol. 57, № 1A. P. 08017. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/57/1A/08017>
12. Final report on key comparison CCQM-K55.c (L-(+)-Valine): Characterization of organic substances for chemical purity / S. Westwood [et al.] // Metrologia. 2014. Vol. 51, № 1A. P. 08010. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/51/1A/08010>

13. Key Comparison Study – Organic Solvent Calibration Solution – Gravimetric preparation and value assignment of aflatoxin B1 (AfB1) in acetonitrile (ACN) / R. D. Josephs [et al.] // *Metrologia*. 2022. Vol. 59, № 1A. P. 08002. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/59/1A/08002>
14. Метрологическое обеспечение измерений содержания фталатов: стандартный образец состава раствора шести приоритетных фталатов в метаноле / А. И. Крылов [и др.] // *Эталоны. Стандартные образцы*. 2021. Т. 17, № 3. С. 5–19. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-3-5-19>
15. CCQM-K102: polybrominated diphenyl ethers in sediment / M. Ricci [et al.] // *Metrologia*. 2017. Vol. 54, № 1A. P. 08026. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/54/1A/08026>
16. Measurement of heavy metals and organo-tin in leather powder /L. D. Ma // *Metrologia*. 2018. Vol. 55, № 1A. P. 08020. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/55/1A/08020>
17. 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>
18. Международный словарь по метрологии: основные и общие понятия и соответствующие термины: пер. с англ. и фр. / Всерос. науч.-исслед. ин-т метрологии им. Д. И. Менделеева, Белорус. гос. ин-т метрологии. Изд. 2-е, испр. СПб.: НПО Профессионал, 2010. 82 с.
19. О пересмотре Международной системы единиц (SI) // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2019. Т. 85, № 8. С. 67–69. <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2019-85-8-67-69>
20. *Heggum C. Codex Alimentarius*; eds. McSweeney P. L. H., McNamara J. P. // *Encyclopedia of Dairy Sciences (Third Edition)*. 2022. P. 726–736. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-818766-1.00241-5>
21. CCQM-K133 Low-polarity analytes in plastics : Phthalate esters in polyvinyl chloride (PVC) : Key comparison track C, draft B report, 14 december 2020 / Mingwu S., Weihua W., Numata M. // BIPM [website]. URL: [https://www.bipm.org/documents/20126/48766271/OAWG\\_20\\_065.pdf/fc609772-3988-a578-46e9-3f96d2af9679](https://www.bipm.org/documents/20126/48766271/OAWG_20_065.pdf/fc609772-3988-a578-46e9-3f96d2af9679)
22. OIML D1:2020 (E) National metrology systems – Developing the institutional and legislative Framework // International Organization of Legal Metrology [website]. URL: [https://www.oiml.org/en/publications/documents/en/files/pdf\\_d/d001-e20.pdf](https://www.oiml.org/en/publications/documents/en/files/pdf_d/d001-e20.pdf)

## REFERENCE

1. Mikheeva A. Yu., Krylov A. I. Traceability in organic analysis. Report 1: Equivalence of the national and international measurement standards. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2020;16(3):5–21. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2020-16-3-5-21>
2. Caseri W. Initial organotin chemistry. *Journal of Organometallic Chemistry*. 2014;751:20–24. <https://doi.org/10.1016/j.jorganchem.2013.08.009>
3. Ayrey G., Man F. P., Poller R. C. Mechanism of thermal stabilization of PVC by organotin compounds: scavenging of chlorine atoms. *Journal of Organometallic Chemistry*. 1979;173(2):171–174.
4. The International System of Units (SI), 9<sup>th</sup> ed. BIPM, 2019. 104 p. (Russ. ed.: *The International System of Units (SI)*. Moscow: Rosstandart; 2019. 100 p.). (In Russ.).
5. Westwood S., Josephs R., Choteau T., Daireaux A., Stoppacher N., Wielgosz R. et al. Mass fraction assignment of folic acid in a high purity material. *Metrologia*. 2018;55(1A):08013. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/55/1A/08013>
6. Westwood S., Martos G., Josephs R., Choteau T., Wielgosz R., Davies S. et al. Mass fraction assignment of Bisphenol-A high purity material. *Metrologia*. 2021;58(1A):08015. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/58/1A/08015>
7. Diewer D. L., Sander L. C., Wise S. A., Lippa K., Philipp R., Hein S. et al. CCQM-K131 Low-polarity analytes in a multicomponent organic solution: polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in acetonitrile. *Metrologia*. 2019;56(1A):08003. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/56/1A/08003>
8. Liu Q., Liu H., Chen Y., Yong S., Teo H. L., Wong L., Teo T. L. et al. High polarity analytes in biological matrix: determination of urea and uric acid in human serum (CCQM-K109). *Metrologia*. 2019; 56(1A):08006. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/56/1A/08006>
9. Windust A., McRae G., Meija J., Mester Z., Melanson J. E., Croft M. et al. High polarity analytes in food – enrofloxacin and sulfadiazine in bovine tissue (CCQM-K141). *Metrologia*. 2019;56(1A):08005. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/56/1A/08005>
10. Westwood S., Josephs R., Choteau T., Daireaux A., Wielgosz R., Melanson J. Mass fraction assignment of Amino Acids in acidic aqueous solution (CCQM-K78.a). *Metrologia*. 2019;56(1A):08010. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/56/1A/08010>
11. Li X., Li H., Zhang Q., Lu X., Li S., Koch M., Polzer J. CCQM-K146 low-polarity analyte in high fat food: benzo[a]pyrene in olive oil. *Metrologia*. 2020;57(1A):08017. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/57/1A/08017>
12. Westwood S., Josephs R., Choteau T., Daireaux A., Wielgosz R., Davies S. et al. Final report on key comparison CCQM-K55.c (L-(+)-Valine): Characterization of organic substances for chemical purity. *Metrologia*. 2014;51(1A):08010. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/51/1A/08010>
13. Josephs R. D., Bedu M., Daireaux A., Li X., Li X., Guo Z. Key Comparison Study – Organic Solvent Calibration Solution – Gravimetric preparation and value assignment of aflatoxin B1 (AfB1) in acetonitrile (ACN). *Metrologia*. 2022;59(1A):08002. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/59/1A/08002>
14. Krylov A. I., Mikheeva A. Y., Budko A. G., Tkachenko I. Yu. Metrological support of phthalate content measurements: reference material for the composition of a solution of six priority phthalates in methanol. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2021;17(3):5–19. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-3-5-19>

15. Ricci M., Shegunova P., Conneely P., Becker R., Torres M. M., Osuna M. A. CCQM-K102: polybrominated diphenyl ethers in sediment. *Metrologia*. 2017;54(1A):08026. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/54/1A/08026>
16. Ma L. D., Wang Q., Wei C., Wong Y. L., Tang P. O., Lee H. M., Sze K. L. Measurement of heavy metals and organo-tin in leather powder. *Metrologia*. 2018;55(1A):08020. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/55/1A/08020>
17. 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. *Reference Materials*. 2017;13(1):9–26. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2017-13-1-9-26>
18. International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM) // ISO [website]. URL: [https://www.iso.org/sites/JCGM/VIM/JCGM\\_200e\\_FILES/MAIN\\_JCGM\\_200e/Start\\_e.html](https://www.iso.org/sites/JCGM/VIM/JCGM_200e_FILES/MAIN_JCGM_200e/Start_e.html)
19. On the revision of the international system of units (SI). *Industrial laboratory. Diagnostics of materials*. 2019;85(8):67–69. (In Russ.). <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2019-85-8-67-69>
20. Heggum C. Codex Alimentarius. In: McSweeney P. L. H., McNamara J. P. eds. Encyclopedia of dairy sciences (Third edition). Academic Press;2022:726–736. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-818766-1.00241-5>
21. CCQM-K133 Low-polarity analytes in plastics : Phthalate esters in polyvinyl chloride (PVC) : Key comparison track C, draft B report, 14 december 2020: eds. Mingwu S., Weihua W., Numata M. Accessed January 20, 2022. [https://www.bipm.org/documents/20126/48766271/OAWG\\_20\\_065.pdf/fc609772-3988-a578-46e9-3f96d2af9679](https://www.bipm.org/documents/20126/48766271/OAWG_20_065.pdf/fc609772-3988-a578-46e9-3f96d2af9679)
22. OIML D1:2020 (E) National metrology systems – Developing the institutional and legislative Framework. Accessed January 20, 2022. [https://www.oiml.org/en/publications/documents/en/files/pdf\\_d/d001-e20.pdf](https://www.oiml.org/en/publications/documents/en/files/pdf_d/d001-e20.pdf)

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

- ISO 17511:2020 In vitro diagnostic medical devices – Requirements for establishing metrological traceability of values assigned to calibrators, trueness control materials and human samples ISO 15189 // International Organization for Standardization [website]. URL: <https://www.iso.org/ru/standard/69984.html>
- ISO 15193:2009 In vitro diagnostic medical devices – Measurement of quantities in samples of biological origin – Requirements for content and presentation of reference measurement procedures // International Organization for Standardization [website]. URL: <https://www.iso.org/standard/42021.html>
- ISO 15194:2009 In vitro diagnostic medical devices – Measurement of quantities in samples of biological origin – Requirements for certified reference materials and the content of supporting documentation // International Organization for Standardization [website]. URL: <https://www.iso.org/standard/42022.html>
- ISO 15195:2018 Laboratory medicine – Requirements for the competence of calibration laboratories using reference measurement procedures // International Organization for Standardization [website]. URL: <https://www.iso.org/standard/69824.html>
- NIST SRM 1647f Standard reference material priority pollutant polycyclic aromatic hydrocarbons in acetonitrile, certificate of analysis // MERCK [website]. URL: <https://www-s.nist.gov/srmors/certificates/1647F.pdf>
- ГОСТ 8.061–80 Национальный стандарт Российской Федерации. Государственная система обеспечения единства измерений. Поверочные схемы. Содержание и построение. Основные положения = State system for ensuring the uniformity of measurements. Verification schedules. Scope and layout. М.: ИПК Издательство стандартов, 2002. 11 с.
- ГОСТ 8.885-2015 Национальный стандарт Российской Федерации. Государственная система обеспечения единства измерений. Эталоны. Основные положения = State system for ensuring the uniformity of measurements. Measurement standards. Basic principles. М.: Стандартинформ, 2019. 10 с.
- ГОСТ Р 8.735.0–2011 Национальный стандарт Российской Федерации. Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах = State system for ensuring the uniformity of measurements. State verification schedule for instruments measuring the content of components in liquid and solid media. Basic principles. М.: Стандартинформ, 2012. 13 с.
- ГОСТ Р 8.735.2–2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Передача единиц от государственного первичного эталона на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии = State system for ensuring the uniformity of measurements. State verification schedule for instruments measuring the content of components in liquid and solid media. Basic principles. М.: Стандартинформ, 2014. 11 с.
- ГСО 10732–2015 Стандартный образец утвержденного типа состава пестицида 4,4'-ДДТ (4,4'-ДДТ-Т СО УНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/389450>
- ГСО 10833–2016 Стандартный образец утвержденного типа состава раствора бенз(а)пирена в ацетонитриле (С20Н12 СО УНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/389354>

ГСО 11366–2019 Стандартный образец утвержденного типа состава раствора эфиров ортофталевой кислоты (фталатов) в метаноле (6Фтлт-ВНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/719094>

ГСО 11533–2020 Стандартный образец утвержденного типа состава хлорбензола (ХлБ-ВНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1305712>

ГСО 11753–2021 Стандартный образец утвержденного типа массовой доли хлорорганических соединений в нефтепродуктах (ХО-НП-СХ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1393707>

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>

Об утверждении Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии: Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 декабря 2019 г. № 3390 // Электронный фонд правовых и нормативно-технических документов : официальный сайт. 2020. URL: <https://docs.cntd.ru/document/564319510>

Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах: Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 июня 2021 г. № 988.

Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах: Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 мая 2015 г. № 598.

Регламент Европейского Парламента и Совета Европейского Союза 2017/746 от 5 апреля 2017 г. о медицинских изделиях для диагностики *in vitro*, а также об отмене Директивы 98/79/ЕС и Решения 2010/227/ЕС Европейской Комиссии (Страсбург, 5 апреля 2017 г.) // Портал ГАРАНТ.РУ [сайт]. URL: <https://base.garant.ru/72074006/#friends>

## ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

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

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

e-mail: [a.mikheeva@vniim.ru](mailto:a.mikheeva@vniim.ru)

ResearcherID: B-6506–2019

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

**Ткаченко Ирина Юрьевна** – руководитель сектора производства стандартных образцов органических и неорганических веществ ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

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

e-mail: [i.y.tkachenko@vniim.ru](mailto:i.y.tkachenko@vniim.ru)

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

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

e-mail: [a.i.krylov@vniim.ru](mailto:a.i.krylov@vniim.ru)

## INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

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

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

e-mail: [a.mikheeva@vniim.ru](mailto:a.mikheeva@vniim.ru)

ResearcherID: B-6506–2019

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

**Irina Yu. Tkachenko** – Head of the sector for the production of reference materials of organic and inorganic substances, D. I. Mendeleev Institute for Metrology

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

e-mail: [i.y.tkachenko@vniim.ru](mailto:i.y.tkachenko@vniim.ru)

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

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

e-mail: [a.i.krylov@vniim.ru](mailto:a.i.krylov@vniim.ru)



## ЭТАЛОНЫ

Обзорная статья

УДК 536.5.081.3//535.241.34

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-35-44>



# Государственный первичный эталон единицы давления для области абсолютного давления в диапазоне $1 \cdot 10^{-1} - 7 \cdot 10^5$ Па ГЭТ 101–2011: анализ состояния и тенденций развития

И. В. Садковская ✉, А. И. Эйхвальд, Т. А. Эйхвальд

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

**Аннотация:** Рассмотрены вопросы, связанные с созданием и совершенствованием системы метрологического обеспечения РФ в области абсолютного давления, обозначены основные этапы и результаты теоретических и практических научно-исследовательских работ в области измерений абсолютного давления, проводимых в ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». В сжатом виде приведены исторические сведения о создании первичных эталонов и поверочных схем в области измерения давления. Проведен краткий анализ состояния и тенденций развития мировой метрологии в области измерения абсолютного давления, основанный на литературных данных и результатах ключевых сличений. Изложены причины, обуславливающие необходимость совершенствования Государственного первичного эталона единицы давления для области абсолютного давления, предложены пути осуществления модернизации эталона. Описаны принципы действия и особенности конструкций эталонных комплексов из состава Государственного первичного эталона единицы абсолютного давления ГЭТ 101–2011. Перечислены основные метрологические характеристики эталона, опубликованы итоги ключевых сличений, результаты исследований эталона и международного сотрудничества. Изложены и проанализированы существующие проблемы эталонной базы РФ в области абсолютного давления и пути дальнейшего совершенствования первичного эталона. Дана оценка метрологических характеристик Государственного первичного эталона единицы абсолютного давления после окончания работ по его модернизации.

**Ключевые слова:** метрологическое обеспечение, абсолютное давление, единство измерений, Государственный первичный эталон, лазерный интерференционный жидкостный манометр, фазовая модуляция, грузопоршневой манометр, метрологические характеристики, ключевые сличения

**Используемые сокращения:** ВЭ – вторичный эталон; ГПС – Государственная поверочная схема; ГПМ – грузопоршневой манометр; ГПЭ – Государственный первичный эталон; ГЭТ 101 – Государственный первичный эталон единицы давления для области абсолютного давления в диапазоне  $1 \cdot 10^{-1} - 7 \cdot 10^5$  Па; СИ – средство измерений; ЛИММ – лазерный интерференционный масляный манометр; ЛИРМ – лазерный интерференционный ртутный манометр.

**Ссылка при цитировании:** Садковская И. В., Эйхвальд А. И., Эйхвальд Т. А. Государственный первичный эталон единицы давления для области абсолютного давления в диапазоне  $1 \cdot 10^{-1} - 7 \cdot 10^5$  Па ГЭТ 101–2011: анализ состояния и тенденций развития // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 5. С. 35–44. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-35-44>

Статья поступила в редакцию 15.07.2023; одобрена после рецензирования 26.10.2023; принята к публикации 25.12.2023.

## MEASUREMENT STANDARDS

Review Article

# State Primary Standard for the Pressure Unit in the Field of Absolute Pressure in the Range $1 \cdot 10^{-1} - 7 \cdot 10^5$ Pa GET 101–2011: Analysis of the State and Development Trends

Irina V. Sadkovskaya ✉, Aleksei I. Eikhvald, Tatiana A. Eikhvald

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

✉ I. V. Sadkovskaya@vniim.ru

**Abstract:** Issues related to the development and improvement of the metrological support system of the Russian Federation in the field of absolute pressure are considered; the main stages and results of theoretical and practical research work in the field of absolute pressure measurements carried out at the D. I. Mendeleev Institute for Metrology are outlined. Historical information on the creation of primary standards and verification schedules in the field of pressure measurement is presented. A brief analysis of the state and development trends of world metrology in the field of absolute pressure measurement is carried out based on literature data and the results of key comparisons. The reasons for improving the State Primary Standard of the pressure unit in the field of absolute pressure are outlined, and ways to modernize the standard are proposed. The operating principles and design features of reference complexes from the State Primary Standard for the pressure unit in the field of absolute pressure GET 101–2011 are described. The main metrological characteristics of the standard are listed; the results of key comparisons, benchmark studies and international cooperation are published. The existing problems of the reference base of the Russian Federation in the field of absolute pressure and ways to improve the primary standard are outlined and analyzed. The metrological characteristics of the State Primary Standard for the pressure unit in the field of absolute pressure after completion of the modernization are assessed.

**Keywords:** metrological support, absolute pressure, uniformity of measurements, State Primary Standard, laser interference liquid-level manometer, phase modulation, deadweight manometer, metrological characteristics, key comparisons

**For citation:** Sadkovskaya I. V., Eikhvald A. I., Eikhvald T. A. State Primary Standard for the pressure unit in the field of absolute pressure in the range  $1 \cdot 10^{-1} - 7 \cdot 10^5$  Pa GET 101–2011: analysis of the state and development trends. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(5):35–44. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-35-44>.

The article was submitted 15.07.2023; approved after reviewing 26.10.2023; accepted for publication 25.12.2023.

### Введение

Роль метрологии в жизни современного общества невозможно переоценить, понятие точности измерений используется во всех технических и естественных науках. Единство измерений осуществляется путем централизации воспроизведения единицы физической величины с помощью первичного эталона, воспроизводящего единицу с наивысшей точностью, возможной в данной области измерений, и возглавляющего ГПС для СИ в данной области. Растущие потребности и запросы развивающейся науки, техники и новых технологий диктуют необходимость постоянного совершенствования системы

метрологического обеспечения в различных областях измерений. В данной статье рассматриваются вопросы, связанные с системой метрологического обеспечения в РФ в области измерений абсолютного давления.

### Экскурс

Первый эталон в РФ, воспроизводящий и хранящий единицу давления, был создан в 1920-х гг. в Главной Палате мер и весов по идее Д. И. Менделеева и представлял собой многоканальный ртутный манометр. В 1925 г. в стране была введена обязательная поверка приборов давления (манометров, вакуумметров,

мановакуумметров). Число поверяемых приборов возросло из года в год и достигло к 1939–1941 гг. только по вновь изготовленным приборам почти одного миллиона [1]. К этому времени была сформирована первая поверочная схема в области измерения давления, которую возглавил введенный к тому времени в действие эталонный ртутный мановакуумметр.

Развитие эталонной базы РФ в области давления привело к созданию в 1970-х гг. пяти государственных (первичных и первичных специальных) эталонов: двух – для области низкого и среднего абсолютного давления, двух – для области избыточного давления, одного – для разности давлений. Четыре из пяти эталонов были созданы и находятся в ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» (ВНИИМ). Государственный первичный эталон в области средних абсолютных давлений ГЭТ 101–76 был представлен двумя грузопоршневыми манометрами абсолютного давления и обеспечивал воспроизведение единицы давления в диапазоне  $2,7 \cdot 10^2 - 1300 \cdot 10^2$  Па [2]. Калибровочные возможности эталона, опубликованные на сайте МБМВ<sup>1</sup> в 2001 г., составляли 6,7 Па (Calibration and Measurement Capabilities. Mass and related quantities), чего к началу XXI века было явно недостаточно для метрологического обеспечения новых прецизионных СИ абсолютного давления, используемых в различных отраслях экономики РФ: их заявленные погрешности составляли десятые и даже сотые доли Па.

Для выбора направления работ по совершенствованию эталона ГЭТ 101–76, которые проводились в 2008–2011 гг., был проведен анализ состояния и тенденций развития мировой метрологии в области измерения низкого и среднего абсолютного давления, проведенный на основе литературных данных и результатов ключевых сличений, который позволил утверждать следующее.

Применение интерферометрических методов в жидкостной манометрии, начавшееся еще в 1960-х гг. в США, Франции [3–4] и других странах, привело к существенному повышению точности воспроизведения единицы давления и сделало жидкостные манометры самыми точными первичными эталонами давления в диапазоне до 1 атм. В 1970-е гг. были созданы такие приборы, как лазерный интерференционный масляный манометр

для низких давлений в NPL (Великобритания) [5], лазерный интерференционный ртутный манометр в CSIRO (Австралия) [6], комплекс из масляного и ртутного ультразвуковых манометров в NIST (США) [7], являющийся и сегодня самым точным первичным эталоном в мире. Проведенные в 2002 и 2008 гг. ключевые сличения первичных эталонов в области низкого (до 1000 Па) [8] и среднего (до 120 кПа) [9] давления убедительно продемонстрировали роль интерференционных жидкостных манометров в современной метрологии. Поэтому основной задачей при совершенствовании эталонной базы РФ в области измерения абсолютного давления явилась разработка фактически нового первичного эталона единицы давления на основе лазерных интерференционных жидкостных манометров. В состав усовершенствованного и утвержденного в 2012 г. эталона ГЭТ 101–2011 вошли ЛИММ и ЛИРМ, разработанные во ВНИИМ, и ГПМ с газовой смазкой [10].

Проводимые в соответствии с различными темами и программами (в том числе международными) исследования эталона ГЭТ 101–2011 позволили за прошедшие после его утверждения 10 лет наметить реальные и конкретные пути его дальнейшего совершенствования.

### Дискурс

Приведенные ниже основные причины обосновывают необходимость модернизации эталона.

С 1 января 2020 года введена в действие новая ГПС для средств измерений абсолютного давления, возглавляемая эталоном ГЭТ 101–2011. Диапазон действия ГПС расширен на порядок в областях как низкого, так и высокого давления по сравнению с ранее действующей поверочной схемой и составляет в настоящее время  $1 \cdot 10^{-1} - 1 \cdot 10^7$  Па (8 порядков по значению давления). В соответствии с ГПС передача единицы давления рабочим эталонам и средствам измерений от ГПЭ предусмотрена, в основном, посредством разряда ВЭ. Создание комплекса этих эталонов до настоящего времени не завершено: ВЭ отсутствует в диапазоне свыше  $1,3 \cdot 10^3$  Па, поэтому передача единицы давления рабочим эталонам производится непосредственно от ГЭТ 101–2011. Постоянная эксплуатация ГПМ из состава ГЭТ 101 привела к тому, что к настоящему времени ГПМ выработал свой ресурс и требует незамедлительной модернизации. Кроме модернизации ГПМ необходимо усовершенствовать процесс передачи единицы давления от ГПЭ к рабочим эталонам, применяя для этой цели высокоточное средство передачи – вторичный эталон – и снизив рабочую нагрузку на ГПЭ.

Другим важным направлением совершенствования эталона ГЭТ 101 является разработка и введение в его

<sup>1</sup> МБМВ (Международное бюро мер и весов, фр. Bureau International des Poids et Mesures, BIPM) хранит международные эталоны основных единиц; выполняет международные метрологические работы, связанные с разработкой и хранением международных эталонов, сличением национальных эталонов с международными и между собой; проводит исследования в области метрологии, направленные на увеличение точности измерений.

состав ЛИММ высокого разрешения. В настоящее время ЛИММ с диапазоном измерений  $1 \cdot 10^{-1} - 1 \cdot 10^3$  Па имеет разрешение 1,4 МПа, что связано с применяемым методом регистрации интерференционного сигнала – счетом полуполос. Из-за относительно невысокого разрешения лазерного интерферометра ЛИММ уступает в точности ультразвуковому интерференционному манометру NIST<sup>2</sup> [11] в нижней части диапазона. Увеличение разрешения оптического интерферометрического устройства ЛИММ до сотых долей интерференционной полосы за счет изменения конструкции интерферометра и электронной схемы обработки сигнала позволит повысить точность воспроизведения единицы абсолютного давления ЛИММ в нижней части диапазона (ниже 10 Па) в несколько раз. При этом диапазон ГПЭ будет расширен в область более низких давлений.

### **Актуальность**

Актуальность разработки ЛИММ высокого разрешения подтверждает тот факт, что в мировой метрологии не ослабевает интерес к созданию первичных эталонов давления на основе интерференционных жидкостных манометров. Так, в 2015 г. в NIM<sup>3</sup> был создан ультразвуковой интерференционный масляный манометр [12], а в PTB<sup>4</sup> продолжается разработка лазерного интерференционного масляного манометра [13].

Начатые в 2021 г. работы по очередному совершенствованию ГПЭ отвечают требованиям распоряжения Правительства РФ от 19 апреля 2017 года № 737-р, в котором отмечается, что по ряду областей измерений (в том числе давления) РФ отстает от уровня ведущих стран мира (раздел III, п. 3) и приводится информация о периодичности обновления национальных эталонов передовых государств, которая составляет сегодня 5–7 лет.

Таким образом, цель данного исследования – на основе литературных данных и результатов ключевых сличений проанализировать основные факторы, влияющие на метрологическое обеспечение в области измерения абсолютного давления. По результатам анализа предлагается сформулировать комплекс мероприятий, направленных на расширение функциональных возможностей ГПЭ. В задачи исследования входило рассмотреть варианты решения проблемы метрологического обеспечения высокоточных СИ, особенно зарубежного

производства, которые стали широко применяться в атомной энергетике, авиакосмическом комплексе, металлургии, электронной и медицинской промышленности, то есть по основным направлениям технологической модернизации экономики РФ.

### **Материалы и методы**

*Состав, принцип действия, метрологические характеристики эталона ГЭТ 101–2011*

В настоящее время первичный эталон ГЭТ 101–2011 [10] состоит из трех эталонных комплексов: 1) лазерного интерференционного масляного манометра (ЛИММ); 2) лазерного интерференционного ртутного манометра (ЛИРМ); 3) грузопоршневого манометра (ГПМ) с газовой смазкой. ЛИММ и ЛИРМ являются отечественными разработками, их конструкции защищены патентами РФ RU2262677 C1 и RU2559163 C1.

ГЭТ 101–2011 возглавляет Государственную поверочную схему для средств измерений абсолютного давления в диапазоне  $1 \cdot 10^{-1} - 1 \cdot 10^7$  Па, утвержденную приказом Росстандарта от 6 декабря 2019 года № 2900.

Эталон необходим для метрологического обеспечения высокоточных СИ, применяемых в атомной энергетике, авиакосмическом комплексе, металлургии, электронной и медицинской промышленности, в системах Росгидромета и Минобороны РФ, в приборостроении и точном машиностроении, а также для обеспечения международной эквивалентности измерительных возможностей РФ в области абсолютного давления.

### **Лазерные интерференционные жидкостные манометры ЛИММ и ЛИРМ**

В основе принципа действия жидкостных манометров лежат законы гидростатики, из которых следует, что давление газа уравнивает столб жидкости в U-образной манометрической трубке. Поэтому измеряемое давление газа может быть выражено через плотность жидкости, ускорение свободного падения и высоту столба жидкости, которая для достижения высшей точности измеряется лазерно-интерференционным методом.

Лазерные интерференционные масляный [14] и ртутный [15] манометры имеют сходную структуру (рис. 1). Основные составные части манометров: корпус (U-образная трубка) с рабочей жидкостью и поплавковыми демпфирующими устройствами, оптический интерферометр, газовый лазер, электронный блок сопряжения с компьютером (оптико-электронная схема регистрации), управляющий компьютер, система создания и поддержания абсолютного давления.

<sup>2</sup> NIST – National Institute of Standards and Technology, USA.

<sup>3</sup> NIM – National Institute of Metrology of China, China.

<sup>4</sup> PTB – Physikalisch-Technische Bundesanstalt National Metrology Institute, Germany.

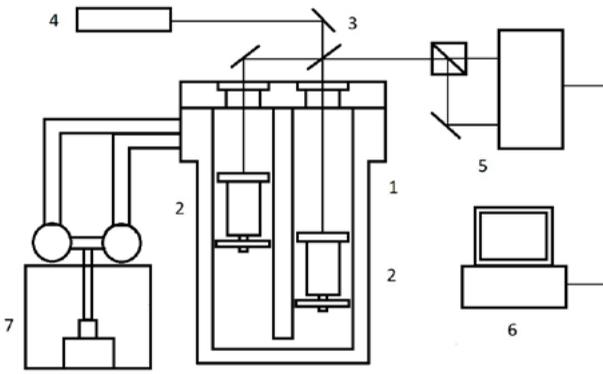


Рис. 1. Схема лазерного интерференционного жидкостно-го манометра: 1 – корпус (U-образная трубка) с рабочей жидкостью; 2 – поплавковые демпфирующие устройства; 3 – оптический интерферометр; 4 – газовый лазер; 5 – электронный блок сопряжения с компьютером (оптико-электронная схема регистрации); 6 – управляющий компьютер; 7 – система создания и поддержания абсолютного давления

Fig. 1. Diagram of laser interference liquid-level manometer: 1 – housing (U-shaped tube) with working fluid; 2 – float damping devices; 3 – optical interferometer; 4 – gas laser; 5 – electronic interface unit with a computer (optical-electronic registration circuit); 6 – control computer; 7 – system for creating and maintaining absolute pressure

Уравнение измерения лазерного интерференционного жидкостного манометра имеет вид:

$$p = \rho \cdot g \cdot h + p_0, \quad (1)$$

где  $p$  – измеряемое давление;  $p_0$  – остаточное давление в колене сравнения манометра;  $\rho$  – плотность рабочей жидкости,  $\rho(t) = \rho_0 [1 - \beta(t - t_0)]$ , где  $\beta$  – температурный коэффициент плотности;  $\rho_0$  – плотность, измеренная при температуре  $t_0 = 20,0$  °C;  $g$  – местное значение ускорения свободного падения;  $h$  – разность уровней жидкости в коленах манометра, при этом выражение для  $h$  имеет вид:

для ЛИММ:

$$h = \frac{N \cdot \lambda}{4 \cdot \cos \alpha}, \quad (2)$$

для ЛИРМ:

$$h = \frac{-(1 + aH) + \sqrt{(1 + aH)^2 + a \cdot \frac{N\lambda}{2}}}{a \cdot \cos \alpha}, \quad (3)$$

где  $N$  – количество сосчитанных интерференционных полуполос;  $\lambda$  – длина волны лазера;  $\alpha$  – угол падения лазерных лучей на поверхность жидкости в манометре;  $H$  – расстояние от поверхностей ртути до оптических

оков в обоих коленах в откачанном манометре;  $a$  – коэффициент, связанный с показателем преломления газа.

Отличительной особенностью ЛИММ и ЛИРМ являются оригинальные конструкции их поплавковых демпфирующих устройств [14–15], которые применяются в манометрах с целью уменьшения поверхностных волн рабочей жидкости. Кроме демпфирования поверхностных волн поплавки выполняют еще одну важную роль – стабилизация кривизны поверхности жидкости, что уменьшает случайную погрешность измерений давления [14].

### Грузопоршневой манометр

Принцип действия ГПМ заключается в уравновешивании силы давления газа на неуплотненный поршень весом поршня с грузоприемным устройством и наложенными на него грузами известной массы. Измеряемое давление газа может быть выражено через массу подвижной части и грузов, приведенную площадь поршня и ускорение свободного падения.

Автоматизированный ГПМ абсолютного давления с газовой смазкой Ruska 2465 представляет собой измерительную систему, в которую входят измерительный прибор и автоматический генератор давления (контроллер), обеспечивающий автоматическое задание и поддержание требуемого значения давления после наложения вручную требуемой комбинации грузов на поршень измерительного прибора.

Уравнение измерения абсолютного давления грузопоршневым манометром имеет вид:

$$p_{a_i} = \frac{m_i g}{A(1 + \alpha(t_i - t_n))} + p_o, \quad (4)$$

где  $p_{a_i}$  – измеряемое абсолютное давление;  $m_i$  – масса подвижной части и грузов, наложенных на поршень;  $g$  – местное значение ускорения свободного падения;  $A$  – приведенная площадь измерительной поршневой системы;  $\alpha$  – температурный коэффициент линейного расширения материала измерительной поршневой системы;  $t_i$  – температура измерительной поршневой системы;  $t_n$  – нормальная температура;  $t_n = 20,0$  °C;  $p_o$  – остаточное давление.

### Метрологические характеристики эталона ГЭТ 101–2011

В соответствии с разработанными программами и методиками исследований были определены основные метрологические характеристики ЛИММ, ЛИРМ и ГПМ (табл. 1). ГПЭ воспроизводит и хранит единицу давления в диапазоне  $1 \cdot 10^{-1} - 7 \cdot 10^5$  Па.

Метрологические характеристики эталона ГЭТ 101–2011 соответствуют характеристикам лучших зарубежных эталонов NIST (США), PTB (Германия), NMIJ (Япония), действующих в аналогичных диапазонах.

### Сличения. Международное сотрудничество. Исследования ГПЭ

В 2010 г. ЛИММ участвовал в сличениях с национальными эталонами Центра Метрологии и Аккредитации Финляндии<sup>5</sup> в диапазоне 1–1000 Па, проект EURAMET № 1151, и подтвердил свои метрологические характеристики [16]. Наличие в составе эталона ГЭТ 101–2011 отечественных лазерных интерференционных жидкостных манометров, высокий научно-технический уровень которых соответствует лучшим мировым образцам, сделал возможным участие эталона в ключевых сличениях ССМ.Р-К4.2012 в диапазоне абсолютно го давления 1–10<sup>4</sup> Па [11]. Положительный итог участия ЛИММ и ЛИРМ в ключевых сличениях позволил ВНИИМ в 2018 г. актуализировать калибровочные и измерительные возможности РФ в области абсолютно го давления. Количество строк СМС, зарегистрированных в базе МБМВ, увеличилось на две за счет внесения в нее калибровочных и измерительных возможностей, реализуемых разработанными во ВНИИМ жидкостными манометрами.

В соответствии с Программой сотрудничества между Росстандартом и PTB, с 2015 г. ведутся работы в области разработки, исследования и сличения лазерных интерференционных масляных манометров, используемых в качестве первичных эталонов абсолютно го давления. Совместно с PTB в рамках сотрудничества по теме КООМЕТ 724/RU-a/17 проведены исследования физико-химических свойств рабочей жидкости ЛИММ (масла вакуумного VM-1). Результаты исследований позволяют утверждать, что влияние дегазации и понижения

давления на плотность масла практически компенсируют друг друга, их совместное воздействие приводит к незначительному изменению плотности, которое составляет  $\sim 1 \cdot 10^{-5}$ , и введения поправок к плотности масла VM-1, связанных с эффектами дегазации и сжимаемости, не требуется [17].

Проведены исследования возможности повышения разрешения ЛИММ. С этой целью во ВНИИМ разработано и опробовано оптическое интерференционное устройство с фазовой модуляцией, позволяющее измерять 1/255 долю интерференционной полосы. Проведенные исследования его функциональности дают возможность утверждать, что неопределенность отсчета дробной доли полосы не превосходит 5/255. При этом результирующая неопределенность не превосходит 1/25 интерференционной полосы (в пересчете в давление – 0,2 мПа), что в 7 раз меньше разрешения ЛИММ и связанной с ним неопределенности [18]. Полученные результаты исследований позволили сделать вывод о целесообразности разработки ЛИММ высокого разрешения для совершенствования ГЭТ 101–2011.

### Результаты и обсуждение

#### Пути совершенствования эталона ГЭТ 101–2011

В рамках работ по совершенствованию эталона ГЭТ 101 планируется введение в его состав нового отечественного ГПМ с 4 измерительными поршневыми системами (ИПС), что позволит увеличить верхнюю границу диапазона воспроизведения единицы давления эталоном до 10<sup>7</sup> Па. С этой целью в ООО «Альфапаскаль» в соответствии с разработанным ТЗ был изготовлен грузопоршневой манометр абсолютно го давления МПА, который должен заменить ГПМ из состава ГЭТ 101–2011. Основные узлы МПА: измерительная поршневая система (ИПС); основное устройство; комплект грузов; устройство создания и поддержания давления (УСД). Запланированы исследования основных метрологических и технических характеристик МПА с ИПС МГП-0,2, МГП-2, МГП-10

<sup>5</sup> MIKES – Centre for Metrology and Accreditation, Finland.

Таблица 1. Метрологические характеристики ГЭТ 101–2011  
Table 1. Metrological characteristics of GET 101–2011

Эталонный комплекс	Диапазон значений давления, Па	Среднее квадратическое отклонение результата измерений $S$ , Па	Неисключенная систематическая погрешность $\theta$ , Па	Суммарная стандартная неопределенность $u_c$ , Па
ЛИММ	$1 \cdot 10^{-1} - 1 \cdot 10^3$	$1,3 \cdot 10^{-3}$	$3,2 \cdot 10^{-3} + 7,0 \cdot 10^{-5} \cdot p^*$	$3,6 \cdot 10^{-3} + 5,0 \cdot 10^{-5} \cdot p^*$
ЛИРМ	$1 \cdot 10^2 - 1,3 \cdot 10^5$	$2,1 \cdot 10^{-2}$	$4,3 \cdot 10^{-2} + 7,0 \cdot 10^{-6} \cdot p^*$	$5,2 \cdot 10^{-2} + 4,9 \cdot 10^{-6} \cdot p^*$
ГПМ	$7 \cdot 10^3 - 7 \cdot 10^5$	0,2–1	0,3–7	0,5–7,8

\* Примечание:  $p$  – измеряемое давление, Па.

и МГП-100, включающие следующие процедуры: определение продолжительности свободного вращения и скорости опускания поршня ИПС; измерение геометрических параметров поршня и цилиндра; калибровку комплекта специальных грузов, датчиков температуры и остаточного давления МПА; проведение сличений всех четырех ИПС в перекрывающихся поддиапазонах с целью определения метрологических характеристик МПА во всем диапазоне измерений – от  $7 \cdot 10^2$  до  $10^7$  Па.

В усовершенствованном ГПЭ в качестве средства передачи единицы давления рабочим эталонам и высокоточным СИ предполагается использовать калибратор давления PACE1000 с модулями улучшенной и повышенной точности – IRS1-B и IRS2-B (Рег. № 72120–18 в ФИФ ОЕИ). Введение в состав ГПЭ стабильного, прецизионного, транспортируемого СИ давления позволит снизить нагрузку на ГПЭ и упростить процесс передачи единицы давления рабочим эталонам в соответствии с ГПС. Кроме того, транспортируемое СИ сможет использоваться в качестве эталона сравнения при проведении сличений.

С целью создания эталонной установки на основе ЛИММ высокого разрешения (ЛИММ-2) в ООО «Альфапаскаль» в соответствии с разработанным техническим заданием начаты работы по изготовлению корпуса манометра – одного из основных узлов ЛИММ-2. Разработка ЛИММ высокого разрешения предполагает также модернизацию поплавковых демпфирующих устройств и разработку новой системы создания и поддержания низкого абсолютного давления. Проведение пуско-наладочных работ и испытаний эталонной установки ЛИММ-2 в сборе запланировано после изготовления и поставки во ВНИИМ всех ее составных частей.

Введение ЛИММ-2 в состав ГПЭ позволит в несколько раз повысить точность воспроизведения единицы давления в нижней части диапазона (ниже 10 Па) и снизить нижний предел измерений эталона до  $1 \cdot 10^{-2}$  Па (в настоящее время –  $1 \cdot 10^{-1}$  Па).

### **Заключение**

Система метрологического обеспечения в области измерений абсолютного давления должна постоянно совершенствоваться в связи с растущими потребностями и запросами отечественной науки и техники. Обеспечение единства измерений в области давления невозможно без совершенствования эталонной базы страны, и, в первую очередь, – Государственного первичного эталона РФ. Намеченные сегодня пути совершенствования эталона ГЭТ 101 являются результатом

постоянно проводимых в научно-исследовательском отделе государственных эталонов в области измерений давления ВНИИМ метрологических исследований, анализа и оценки состояния входящих в его состав эталонных установок.

По завершении всего объема работ во ВНИИМ должен быть создан и утвержден в качестве усовершенствованного ГПЭ единицы абсолютного давления эталонный комплекс, в состав которого будут входить следующие эталонные установки:

- лазерный интерференционный масляный манометр высокого разрешения (ЛИММ-2), диапазон измерений от  $1 \cdot 10^{-2}$  до  $1 \cdot 10^2$  Па;

- лазерный интерференционный масляный манометр (ЛИММ-1), диапазон измерений от  $1 \cdot 10^{-1}$  до  $1 \cdot 10^3$  Па;

- лазерный интерференционный ртутный манометр (ЛИРМ), диапазон измерений от  $1 \cdot 10^2$  до  $1 \cdot 10^5$  Па;

- грузопоршневой манометр абсолютного давления МПА с 4-мя измерительными поршневыми системами, диапазон измерений от  $7 \cdot 10^2$  до  $1 \cdot 10^7$  Па;

- калибратор давления PACE1000 с 2-мя модулями (улучшенной и повышенной точности) – средство передачи единицы давления в диапазоне от  $3,5 \cdot 10^3$  до  $3,5 \cdot 10^5$  Па.

Введение в действие усовершенствованного ГПЭ позволит:

- а) снизить нижний предел измерений абсолютного давления эталона до  $1 \cdot 10^{-2}$  Па (в настоящее время –  $1 \cdot 10^{-1}$  Па);

- б) повысить точность воспроизведения единицы абсолютного давления в нижней части диапазона ГПЭ (ниже 10 Па) в 2–3 раза;

- в) повысить верхний предел измерений абсолютного давления до  $1 \cdot 10^7$  (в настоящее время –  $7 \cdot 10^5$  Па);

- г) усовершенствовать процесс передачи единицы давления рабочим эталонам, применяя для этой цели специальное средство передачи единицы давления;

- д) разработать обновленную Государственную поверочную схему (ГПС) для СИ абсолютного давления в диапазоне  $1 \cdot 10^{-2}$  –  $1 \cdot 10^8$  Па.

Таким образом, комплекс мероприятий по совершенствованию ГПЭ направлен на расширение его функциональных возможностей, включая повышение точности, расширение диапазона воспроизведения единицы абсолютного давления и совершенствование процесса передачи единицы давления вторичным и рабочим эталонам в соответствии с обновленной ГПС.

Достигнутые в результате совершенствования ГПЭ результаты позволяют обеспечить потребности научных

исследований и промышленности страны в повышении точности измерений абсолютного давления в широком диапазоне. Совершенствование эталона позволит решить проблемы метрологического обеспечения высокоточных СИ, особенно зарубежного производства, которые стали широко применяться в атомной энергетике, авиакосмическом комплексе, металлургии, электронной и медицинской промышленности, то есть по основным направлениям технологической модернизации экономики России.

**Благодарности:** Работы по совершенствованию и содержанию Государственного первичного эталона единицы давления для области абсолютного давления ГЭТ 101 проводились и проводятся в соответствии с соглашениями между Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандартом) и ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» о предоставлении субсидий из федерального бюджета на осуществление расходов в области обеспечения единства измерений «Разработка, совершенствование, содержание Государственных первичных эталонов единиц величин, а также разработка и совершенствование Государственных первичных референтных методик (методов) измерений».

**Acknowledgments:** Work to improve and maintain the State Primary Standard for the pressure unit in the field of absolute pressure GET 101 was and is being carried out in accordance with agreements between the Federal Agency

#### СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Сто лет государственной службы мер и весов в СССР / Б. М. Леонов [и др.]. Москва; Ленинград: Гос. изд-во техн.-теорет. лит-ры, 1945. 376 с.
2. Полухин Г. И., Цвелик В. А. Государственный специальный эталон и общесоюзная поверочная схема для средств измерений абсолютного давления в диапазоне  $2,7 \cdot 10^2 - 4000 \cdot 10^2$  Па // Измерительная техника. 1977. № 6. С. 5–6.
3. Thomas A. M., Johnson D. P., Little J. W. Design of an interferometric oil manometer for vacuum measurement // Transactions the ninth national vacuum symposium, American vacuum society. 1962. P. 468–473.
4. Aubry B., Delbart R. Manometre differential interferometrique systeme Peube // Le Vide. 1965. Vol. 20, № 117. P. 194–199.
5. Poulter K. F., Nash P. J. An interferometric oil micromanometer // Journal of Physics E: Scientific Instruments. 1979. Vol. 12. P. 931–936.
6. A new interferometric manometer / E. R. Harrison [et al.] // Metrologia. 1976. Vol. 12. P. 115–122.
7. Heydemann P. L. M., Tilford C. R., Hyland R. W. Ultrasonic manometers for low and medium vacuum under development at the National Bureau of Standards // Journal of Vacuum Science & Technology A. 1977. Vol. 14(1). P. 597–605.
8. Final report on key comparison CCM.P-K4 in absolute pressure from 1 Pa to 1 000 Pa / A. P. Miiller [et al.] // Metrologia. 2002. Vol. 39. Tech. Suppl. 07001.
9. Final report on key comparison CCM.P-K2. Pressure (10 kPa to 120 kPa). Absolute Mode / M. Perkin [et al.] // Metrologia. 2008. Vol. 45. Tech. Suppl. 07002. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/45/1A/07002>
10. Новый Государственный первичный эталон единицы давления / И. В. Садковская [и др.] // Мир измерений. 2012. № 2. С. 19–25.
11. Final report on the key comparison CCM.P-K4.2012 in absolute pressure from 1 Pa to 10 kPa / J. Ricker [et al.] // Metrologia. 2017. Vol. 54. Tech. Suppl. 07002. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/54/1A/07002>
12. A new primary standard oil manometer for absolute pressure up to 10 kPa / Li Yanhua [et al.] // Metrologia. 2015. Vol. 52. P. 111–120. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/52/1/111>
13. Ehlers S., Sabuga W. Progress in development of an interferometric oil manometer // ACTA IMEKO. 2020. Vol. 9. № 5. P. 334–337. [https://doi.org/10.21014/acta\\_imeko.v9i5.995](https://doi.org/10.21014/acta_imeko.v9i5.995)

for Technical Regulation and Metrology (Rosstandart) and the D. I. Mendeleev Institute for Metrology on the provision of subsidies from the federal budget for expenses in the field of ensuring the uniformity of measurements “Development, improvement, maintenance of State primary measurement standards of quantity units, as well as development and improvement of State primary reference measurement techniques (methods).”

**Вклад соавторов:** Садковская И. В. – определение замысла статьи, работа с литературными данными, подготовка первоначального варианта и доработка текста статьи; Эйхвальд Т. А. – работа с литературными данными, доработка текста статьи; Эйхвальд А. И. – формирование концепции работы, критический анализ материалов статьи.

**Author contributions:** Sadkovskaya I. V. – definition of the article idea, work with literary data, preparation of the initial version and revision of the text; Eikhvald T. A. – work with literary data, revision of the text; Eikhvald A. I. – development of the research concept, critical analysis of the article materials.

**Конфликт интересов:** Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов, связанных с содержанием настоящей статьи.

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

14. Садковская И. В., Эйхвальд А. И., Эйхвальд Т. А. Лазерный интерференционный масляный манометр // Измерительная техника. 2019. 3. С. 3–7. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2019-3-3-7>
15. Садковская И. В., Эйхвальд А. И. Лазерный интерференционный ртутный манометр государственного первичного эталона единицы давления ГЭТ 101-2011 // Измерительная техника. 2014. № 11. С. 11–14.
16. Садковская И. В., Эйхвальд А. И., Rantanen M., Semenoja S. Результаты сличений лазерного интерференционного масляного манометра с национальными эталонами Финляндии // Измерительная техника. 2011. № 5. С. 66–70.
17. Садковская И. В., Эйхвальд А. И., Эйхвальд Т. А. Измерение сжимаемости рабочей жидкости лазерного интерференционного масляного вакуумметра с помощью интерференционного пьезометра низкого давления // Измерительная техника. 2018. № 5. С. 47–49.
18. Садковская И. В., Эйхвальд А. И., Эйхвальд Т. А. Исследование неопределенности измерений лазерного интерференционного масляного манометра высокого разрешения, вносимой оптическим интерферометром с фазовой модуляцией // Приборы. 2021. № 6. С. 9–12.

## REFERENCE

1. Leonov B. M., Malikov S. F. et al. One hundred years of public service of weights and measures in the USSR. Moscow; Leningrad: Gosudarstvennoe izdatel'stvo tehnicheckoj-teoreticheckoj literatury; 1945. 376 p. (In Russ.).
2. Poluhin G. I., Cvelik V. A. State special standard and all-Union verification scheme for absolute pressure measuring instruments in the range of  $2.7 \cdot 10^2 - 4000 \cdot 10^2$  Pa. *Izmeritel'naya Tekhnika*. 1977;(6):5–6. (In Russ.).
3. Thomas A. M., Johnson D. P., Little J. W. Design of an interferometric oil manometer for vacuum measurement. Transactions the ninth national vacuum symposium, American vacuum society. 1962;468–473.
4. Aubry B., Delbart R. Manometre differential interferometrique systeme Peube. *Le Vide*. 1965;20(117):194–199.
5. Poulter K. F., Nash P. J. An interferometric oil micromanometer. *Journal of Physics E: Scientific Instruments*. 1979;12:931–936.
6. Harrison E. R. et al. A new interferometric manometer. *Metrologia*. 1976. Vol.12. P. 115–122.
7. Heydemann P. L. M., Tilford C. R., Hyland R. W. Ultrasonic manometers for low and medium vacuum under development at the National Bureau of Standards // *Journal of Vacuum Science & Technology A*. 1977. Vol. 14(1). P. 597–605.
8. Miiller A. P. et al. Final report on key comparison CCM.P-K4 in absolute pressure from 1 Pa to 1 000 Pa. *Metrologia*. 2002;39(Tech. Suppl.):07001.
9. Perkin M. et al. Final report on key comparison CCM.P-K2. Pressure (10 kPa to 120 kPa). Absolute mode. *Metrologia*. 2008;45(Tech. Suppl.):07002. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/45/1A/07002>
10. Sadkovskaya I. V., Cvelik V. A., Kovalkov V. P., Eikhvald A. I. New State primary standard of pressure unit. *Mir izmerenij*. 2012;(2):19–25. (In Russ.).
11. Ricker J. et al. Final report on the key comparison CCM.P-K4.2012 in absolute pressure from 1 Pa to 10 kPa. *Metrologia*. 2017;54(Tech. Suppl.):07002. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/54/1A/07002>
12. Yanhua Li et al. A new primary standard oil manometer for absolute pressure up to 10 kPa. *Metrologia*. 2015;52:111–120. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/52/1/111>
13. Ehlers S., Sabuga W. Progress in development of an interferometric oil manometer. *ACTA IMEKO*. 2020;9(5):334–337. [https://doi.org/10.21014/acta\\_imeko.v9i5.995](https://doi.org/10.21014/acta_imeko.v9i5.995)
14. Sadkovskaya I. V., Eikhvald A. I., Eikhvald T. A. Laser interferometric oil manometer of State primary pressure standard GET 101–2011. *Izmeritel'naya Tekhnika*. 2019;(3):3–7. (In Russ.). <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2019-3-3-7>
15. Sadkovskaya I. V., Eikhvald A. I. Laser interference mercury manometer of the state primary standard of pressure unit GET 101–2011. *Izmeritel'naya Tekhnika*. 2014;(11):11–14. (In Russ.).
16. Sadkovskaya I. V., Eichwald A. I., Rantanen M., Saxholm S. Results of comparisons of a laser interferometric oil manometer at VNIIM with the national standards of Finland. *Izmeritel'naya Tekhnika*. 2011;(5):66–70. (In Russ.).
17. Sadkovskaya I. V., Eikhval'd T. A., Eikhval'd A. I. Measurements of the compressibility of working liquid of a laser interferometric oil manometer with the help of a low-pressure interferometric piezometer. *Measurement Techniques*. 2018;61(5):481–485. (In Russ.).
18. Sadkovskaya I. V., Eikhvald A. I., Eikhvald T. A. Investigation of the measurement uncertainty of a high-resolution laser interference oil pressure gauge introduced by a phase-modulated optical interferometer. *Pribory*. 2021;(6):9–12. (In Russ.).

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

- Лазерный интерференционный масляный манометр пат. RU2262677 С1 РФ; заявл. 18.10.2004; опубл. 20.10.2005, Бюл. № 29. 6 с.
- Лазерный интерференционный ртутный манометр пат. RU2559163 С1 РФ; заявл. 05.05.2014; опубл. 10.08.2015, Бюл. № 22. 8 с.
- Об утверждении Стратегии обеспечения единства измерений в Российской Федерации до 2025 г.; Распоряжение Правительства РФ от 19 апреля 2017 года № 737-р // Информационно-правовой портал Гарант.ру [сайт]. URL: <https://www.garant.ru/products/ipo/prime/doc/71563952/>

#### ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

**Садковская Ирина Владимировна** – канд. тех. наук, ведущий научный сотрудник научно-исследовательского отдела госэталонов в области измерений давления ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», ученый хранитель эталона ГЭТ 101–2011

Россия, 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19  
e-mail: i. v.sadkovskaya@vniim.ru

**Эйхвальд Алексей Игоревич** – канд. физ.-мат. наук, ведущий инженер ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»  
Россия, 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19

**Эйхвальд Татьяна Алексеевна** – инженер ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»  
Россия, 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19

#### INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

**Irina V. Sadkovskaya** – Cand. Sci. (Eng.), Leading Researcher of the research department of state standards in the field of pressure measurements, D. I. Mendeleev Institute for Metrology, scientific custodian of the standard GET 101–2011

19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia  
e-mail: i. v.sadkovskaya@vniim.ru

**Aleksei I. Eikhvald** – Cand. Sci. (Phys.-Math.), Leading Engineer, D. I. Mendeleev Institute for Metrology  
19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia

**Tatiana A. Eikhvald** – Engineer, D. I. Mendeleev Institute for Metrology  
19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia

## ЭТАЛОНЫ

Обзорная статья  
УДК 621.317.72.024.089.68  
<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-45-58>



# Метрологическое обеспечение в области измерений постоянного напряжения и ЭДС: от нормальных элементов к квантовому эталону

А. С. Катков  , В. И. Шевцов, А. И. Быков, В. Э. Ловцюс, М. Н. Беликова

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

**Аннотация:** В статье рассматриваются вопросы метрологического обеспечения на примере высшего звена Государственной поверочной схемы для средств измерений постоянного электрического напряжения и электродвижущей силы. Кратко рассмотрена история возникновения и развития эталонных измерений постоянного напряжения и электродвижущей силы в Российской империи, СССР и Российской Федерации. Приведены результаты работ по совершенствованию Государственного первичного эталона ГЭТ 13, завершённые в 2022 г.

**Ключевые слова:** нормальный элемент, эталон, постоянное напряжение и ЭДС, джозефсоновская микросхема

**Используемые сокращения:** НЭ – нормальный элемент; СИ – средство измерений; ДМ – джозефсоновская микросхема; ЭДС – электродвижущая сила.

**Ссылка при цитировании:** Метрологическое обеспечение в области измерений постоянного напряжения и ЭДС: от нормальных элементов к квантовому эталону / А. С. Катков [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 5. С. 45–58. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-45-58>

Статья поступила в редакцию 15.05.2023; одобрена после рецензирования 10.10.2023; принята к публикации 25.12.2023.

## MEASUREMENT STANDARDS

Review article

# Metrological Support in the field of DC Voltage and EMF Measurements: from Normal Elements to a Quantum Standard

Alexander S. Katkov  , Vladimir I. Shevtsov, Andrey I. Bykov, Viktor E. Lovtsus, Margarita N. Belikova

D. I. Mendeleev Institute for Metrology, St. Petersburg, Russia  
 [a.s.katkov@vniim.ru](mailto:a.s.katkov@vniim.ru)

**Abstract:** The article deals with the issues of metrological support on the example of the highest level of the State Verification Scheme for measuring instruments of direct current voltage and electromotive force. The origin and development of reference measurements of DC voltage and electromotive force in the Russian Empire, the USSR, and modern Russia is briefly reviewed. The results of work on improving the State Primary Standard GET 13 completed in 2022 are presented.

**Keywords:** standard cell, standard, direct voltage and EMF, Josephson array

**Abbreviations used in the article:** SC – standard cell; MI – measuring instrument; JA – Josephson array; EMF – electromotive force.

**For citation:** Katkov A. S., Shevtsov V. I., Bykov A. I., Lovtsus V. E., Belikova M. N. Metrological support in the field of DC voltage and EMF measurements: from normal elements to a quantum standard. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(5):45–58. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-45-58>

The article was submitted 15.05.2023; approved after reviewing 10.10.2023; accepted for publication 25.12.2023.

## Введение

Развитие высокотехнологических отраслей науки и техники в настоящее время трудно, а вернее – невозможно представить без точных измерений постоянного электрического напряжения. Точные измерения постоянного электрического напряжения занимают фундаментальное место едва ли не во всех секторах отечественной экономики, но особенно – в авиакосмической отрасли, атомной промышленности, приборостроении, автомобилестроении, медицине. В последние два года значительно выросло количество передач единицы от Государственного первичного эталона вторичным эталонам, а также разрядным рабочим эталонам от вторичных эталонов, хранящихся в ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». При этом, единица передавалась как эталонам региональных центров стандартизации и метрологии, так и эталонам крупных промышленных предприятий, в том числе – эталонам ФБУ «ГНМЦ» Минобороны России. Перечисленные выше обстоятельства объясняют причины, по которым к настоящему времени существенно ужесточились требования к системе метрологического обеспечения в области измерений постоянного электрического напряжения.

Как было сказано, требования к метрологическим характеристикам как средств измерений, так и эталонов очевидно и неизбежно возрастают. Потому представляется актуальным рассмотреть вопрос развития системы метрологического обеспечения в области измерений постоянного электрического напряжения.

Необходимо также учесть, что контекст данной работы гораздо шире. В условиях санкционных ограничений на поставку в Российскую Федерацию высокотехнологичной продукции, в том числе и продукции приборостроения, остро встает вопрос импортозамещения и восстановления отечественного приборостроения.

Приоритетная цель статьи – представить анализ состояния в области измерений постоянного электрического напряжения на примере верхнего звена Государственной поверочной схемы.

## Исторический экскурс

Прежде чем приступить к рассмотрению состава Государственного первичного эталона единицы постоянного напряжения, его метрологических характеристик, целесообразно провести исторический экскурс в историю возникновения и развития измерений постоянного напряжения и электродвижущей силы в Российской империи, СССР и Российской Федерации. Единица измерения электрического потенциала, разности потенциалов, электродвижущей силы, электрического напряжения – вольт. Воспроизведению вольта уделялось первостепенное внимание в Главной палате мер и весов России, а позже и во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева. Поэтому представляет интерес обратиться к истории создания первых эталонов вольта.

До 1870 г. практическое использование электричества было ограничено телеграфией, гальванопластикой и освещением некоторых маяков. Но с 1870 г. область применения электричества в технике и в быту значительно расширилась. Свершились такие судьбоносные открытия, как электрическая свеча Яблочкова, лампы накаливания Эдисона и Свана, динамо-машина Грамма и Сименса, микрофон, телефон, стала возможной передача электрической энергии на расстояние, нашли промышленное применение электрохимические процессы и так далее. Эти изобретения и стали предтечей появления новой области техники – электротехники. В свою очередь быстрый рост электротехники был обусловлен успехом первой Международной электрической выставки в Париже в 1881 г., в связи с которой был созван Международный конгресс электриков. Данный

конгресс впервые отметил острую необходимость установления в международном масштабе единых электрических единиц и, кроме того, необходимость совместной разработки методов изготовления образцов этих единиц и образцовых приборов.

Далее вопрос создания эталонов обсуждался Международным конгрессом электриков в Чикаго в 1893 г. Обсуждение этих вопросов в Чикаго привело к созданию системы международных электрических единиц. Решения чикагского конгресса послужили отправной точкой для законодательных инициатив в области электрических единиц ряда стран: Австралии, Великобритании, Соединенных Штатов Америки, Франции, Германии, которые узаконили эти единицы в 1894–1898 гг. Законодательными актами в этих странах при реализации международных электрических единиц были установлены серебряный вольтметр и НЭ Кларка и Вестона. Параллельно проводились исследования абсолютных измерений электрических единиц с помощью ампер-весов Кельвина и Пеллата, квадрантного электрометра Кельвина.

Неясности и ошибки, допущенные чикагским конгрессом в определениях, а также отсутствие единой спецификации для реализации эталонов с надлежащим единообразием и точностью привели к тому, что вопрос о международных электрических единицах оставался в тот период предметом международного внимания. Окончательное решение этого вопроса стало возможным в 1908 г. на Лондонской международной конференции по электрическим единицам и эталонам. Официальными представителями России на этой конференции были профессор Н. Г. Егоров и профессор Л. П. Свенторжецкий. На лондонской конференции международные единицы были установлены независимо от абсолютных единиц. Конференция приняла в качестве законодательной основы и для практических целей электрических измерений систему международных электрических единиц, основными единицами которой являлись международный ом и международный ампер. При этом считалось, что в качестве основной системы должна оставаться система абсолютных практических единиц.

Остальные международные единицы определялись как производные от международного ома и международного ампера. В частности, международный вольт был определен как электрическое напряжение, производимое током силой в один международный ампер в проводнике, имеющем сопротивление в один международный ом.

В 1899 г. профессор Н. Г. Егоров опубликовал статью [1], в которой были представлены результаты

посещения в 1896–97 гг. метрологических организаций Англии, Франции, Австро-Венгрии и Германии. В 1899 г. Н. Г. Егоров сформулировал задачи по научному и техническому развитию эталонов электрических единиц и поверке электроизмерительных приборов, что и привело к открытию в 1900 г. электрического отделения Главной палаты мер и весов Российской Империи. Но уже с 1899 г. начались работы по созданию эталонов вольта. Бывшим инспектором Главной палаты мер и весов М. В. Ивановым по указанию Н. Г. Егорова были изготовлены образцы НЭ Латимера-Кларка [2]. При всех измерениях, связанных с поверкой и калибровкой электроизмерительной техники, в электрическом отделении Главной палаты мер и весов пользовались НЭ и копиями манганиновых эталонов ома фирмы Вольфа с сертификатами Физико-технического института Германии.

М. В. Ивановым по известным спецификациям была изготовлена партия НЭ Кларка и проведены исследования путем взаимных сличений НЭ при различных режимах работы с помощью потенциометра – «компенсационного аппарата» Фейснера. Исследования показали, что разность ЭДС составляла порядка 0,004–0,010 В при различных температурах. Для получения окончательных результатов были проведены измерения ЭДС с помощью серебряного вольтметра по методике Физико-технического института Германии. Сам вольтметр (рис. 1) был изготовлен в соответствии с правилами, принятыми Международным конгрессом в Чикаго в 1893 г.

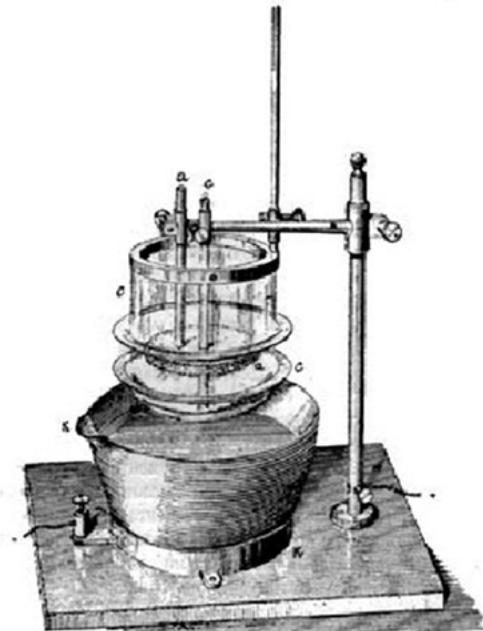


Рис. 1. Серебряный вольтметр  
Fig. 1. Silver voltmeter

Вольтметр (рис. 1) содержал платиновую чашку – катод, анодом служила серебряная пластина, укрепленная на штативе с помощью серебряного стержня. В качестве электролита использовался 15(20)-процентный раствор азотнокислого серебра. Для определения ЭДС эталонных НЭ с помощью серебряного вольтметра составлялась электрическая цепь из последовательно соединенных вольтметра, эталонных катушек сопротивления (две катушки по 1 Ом) и аккумуляторной батареи. При этом падение напряжения на эталонных катушках сравнивалось с ЭДС НЭ Е, которую и надо было определить. Сама ЭДС вычислялась как

$$E = R \cdot i = \frac{R \cdot q}{t \cdot e} \text{ международный вольт,}$$

где  $q$  – количество выделившегося при электролизе серебра, мг;  $e = 1,118$  мг – количество серебра, выделяемого током 1 А за 1 с;  $t$  – время, в течение которого выделялось серебро током  $i$ , с;  $R$  – сопротивление эталонных катушек, Ом.

Позже, в 1901 г., М. В. Иванов изготовил два НЭ Вестона, которые впоследствии были исследованы одновременно с ранее изготовленными НЭ Кларка. В дальнейшем НЭ Вестона (рис. 2) в Главной палате мер и весов изготавливала А. Б. Феррингер, т. к. при исследованиях было выявлено, что эти элементы имеют более высокую механическую надежность и значительно меньший температурный коэффициент. Впоследствии они заменили НЭ Кларка.

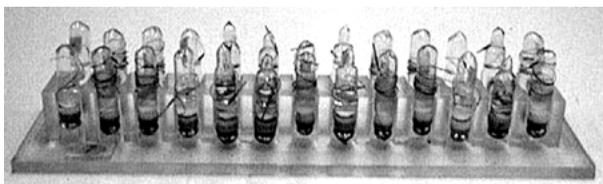


Рис. 2. Группа нормальных элементов Вестона  
Fig. 2. The Weston group of standard cells

В 1909 г. Н. Г. Егоров, ставший к этому времени управляющим Главной палатой мер и весов, начал работы по созданию эталонов ома, вольта и ампера [3], и в 1910 г. было изготовлено уже 6 НЭ. В 1910 г. А. Б. Феррингер была откомандирована в Национальную физическую лабораторию (НФЛ) Англии, где приняла участие в совместном со специалистом НФЛ изготовлении 39 НЭ, которые были сличены с НЭ НФЛ. Впоследствии в Главную палату мер и весов был доставлен 31 НЭ из изготовленных 39. Общее число НЭ в Главной палате мер и весов достигло 44 – они и составили Государственный эталон электродвижущей силы.

К 1914 г. в Главной палате оставалось 42 НЭ со стабильными значениями электродвижущей силы. Работа прервалась в 1916 г. на период Первой мировой и Гражданской войн и возобновилась только в ноябре 1922 г. В 1923 и 1924 гг. исследования эталонной группы НЭ проводились ежемесячно, чтобы наверстать упущенное время. Затем к измерениям приступали один раз в 3 месяца. Было установлено, что отклонения ЭДС эталонных НЭ от среднего значения ЭДС группы составляли  $1 \cdot 10^{-5}$ . Поэтому было принято решение проводить определение ЭДС эталонных НЭ по серебряному вольтметру и ртутным образцам эталона сопротивления не чаще одного раза в 3–5 лет.

В 1926 г. Главная палата начала сличение своих эталонов с эталонами метрологических учреждений Англии, Германии, США, Франции и Японии, тем самым приняв активное участие в работе международных метрологических организаций. Эти работы продолжались вплоть до 1930 г., когда Главная палата вошла в число четырех национальных институтов, представивших в Консультативный комитет по электричеству (ККЭ) доклады о результатах сличений и предложения по дальнейшей работе.

В 1933 г. по предложению первой сессии ККЭ в Международном бюро мер и весов (МБМВ) была организована электрическая лаборатория, основной задачей которой являлось сличение эталонов электрических величин разных стран. Электрическая лаборатория МБМВ в 1934–35 гг. организовала сличения эталонов. В этих сличениях принял участие и Всесоюзный институт метрологии и стандартизации (ВИМС), в который в 1931 г. была преобразована Главная палата мер и весов. ВИМС представил в МБМВ группу НЭ и две катушки сопротивления, предварительно сличенные с Государственными эталонами СССР. Эти сличения установили сходимость электрических единиц всех государств, участвовавших в сличении, в пределах 0,001 % (кроме Франции). В результате были установлены средние значения единиц сопротивления и ЭДС пяти государств: СССР, США, Англии, Японии и Германии. Международные сличения электрических эталонов (катушек сопротивления и НЭ) электрической лабораторией МБМВ повторялись в 1936–37 и 1939 гг.

В 1938 г. был изменен состав группового эталона [4]: эталон состоял из 24 НЭ. В 1940 г. была произведена замена 8 НЭ и среднее значение ЭДС группового эталона было принято равным  $1,018310(4)$  международно-го вольта [5]. В июле 1941 г. эталон был эвакуирован из Ленинграда в Свердловский филиал ВИМС; из филиала он вернулся в ВИМС в мае 1944 г. Групповой эталон единицы ЭДС к тому времени состоял из 22 НЭ.

В 1946 г. Международный комитет по мерам и весам (МКМВ) МБМВ принял решение, в соответствии с которым первый международный вольт устанавливался равным 1,00034 абсолютного вольта. По результатам исследований группового эталона единицы ЭДС, которые проводились с 1939 по 1948 гг., было выявлено, что среднее значение ЭДС понизилось на 60 мкВ. Принимая во внимание решение МКМВ и данные научных исследований, в 1948 г. было принято решение об изменении значения ЭДС группового эталона. Это значение было принято равным 1,018590 абсолютного вольта вместо действовавшего ранее значения 1,018310 международного вольта.

В 1948 г. IX Генеральная конференция по мерам и весам вновь вернулась к рассмотрению предложений по переходу от международных электрических единиц к абсолютным практическим единицам, и в 1954 г. X Генеральная конференция по мерам и весам приняла резолюцию: «В качестве основных единиц практической системы единиц для международных сношений принять: единицу длины – метр, единицу массы – килограмм, единицу силы тока – ампер, единицу термодинамической температуры – градус Кельвина, единицу силы света – свечу».

Таким образом, основной электрической единицей стал ампер. В 1960 г. XI Генеральная конференция по мерам и весам окончательно приняла новую систему единиц – SI (Международная система единиц). К этому времени ведущие метрологические организации зарубежных стран уже имели установки, основанные на принципе токовых весов, для абсолютного определения ампера, т. е. через размеры основных механических единиц: метр, килограмм, секунду.

В 1947 г. во ВНИИМ были созданы токовые весы (рис. 3) с однослойными цилиндрическими катушками. С этого времени и до создания во ВНИИМ в 1979 г. установки для воспроизведения вольта на основе эффекта Джозефсона единица ЭДС определялась через абсолютные измерения силы тока на токовых весах и эталон ома. Для воспроизведения единицы ЭДС были отобраны 4 НЭ – эталоны сравнения, ЭДС которых сравнивалась с падением напряжения на специальной эталонной катушке сопротивления в 1 Ом, создаваемым током, измеряемым на токовых весах. Хранение единицы осуществлялось по-прежнему группой НЭ, среднее значение которой устанавливалось по результатам взаимных сличений с эталонами сравнения.

В 1955 г. с помощью токовых весов было установлено новое среднее значение ЭДС группы первичного эталона из 20 НЭ, равное 1,018608 абсолютного вольта.

Было принято решение о том, что повторные изменения единицы будут осуществляться лишь тогда, когда измерения на токовых весах обнаружат изменение среднего значения ЭДС группового эталона, превышающее 0,001 %, т. е.  $\pm 10$  мкВ.

В послевоенные годы во ВНИИМ продолжались работы по исследованию и совершенствованию НЭ Вестона как в части их конструкции, так и химического состава электролита и стеклянной оболочки. В 1968 г. при лаборатории электрических измерений ВНИИМ был создан специальный участок по совершенствованию и изготовлению эталонных НЭ, где под руководством В. В. Мюллер эти работы продолжили Н. Н. Градская, Т. П. Платонова, И. И. Попова, Н. С. Рубчевская. Работы по исследованию метрологических характеристик НЭ проводили Е. А. Чалова и А. С. Савушкина [5]. В результате



Рис. 3. Ампер-весы  
Fig. 3. The ampere balance

созданные этим коллективом НЭ по своим метрологическим параметрам стали одними из лучших в мире и применялись в первичном и вторичных эталонах и образцовых мерах ЭДС. Разработанная ими и при их непосредственном участии технология изготовления эталонных насыщенных НЭ, имеющих стабильность ЭДС за год на уровне  $(5-10) \cdot 10^{-6}$  В, была внедрена в серийное производство на заводе «Микроприбор», г. Львов, и используется до настоящего времени (рис. 4).



Рис. 4. Промышленно изготовленные нормальные элементы

Fig. 4. Industrially produced standard cells

МБМВ с 1968 по 1969 гг. на основании результатов абсолютных измерений, выполненных в Англии, США, Японии, изменило значение единицы вольт: единица МБМВ была уменьшена на 11 мкВ. В это же время единица вольт СССР была уменьшена на 16 мкВ на основе собственных абсолютных измерений с помощью эталонов ампера и ома и уточнения размера единицы силы тока путем измерения гиромагнитного отношения протона в слабом и сильном магнитных полях [6]. По результатам сличений с МБМВ в 1970 г. единица вольт СССР отличалась от единицы вольт МБМВ на +2,16 мкВ, т. е.  $V_{\text{ВНИИМ-69}} - V_{\text{МБМВ-69}} = 2,16 \text{ мкВ}$ .

В конце 60-х и в 70-х гг. XX столетия во ВНИИМ были начаты и успешно развивались исследования по применению кремниевых стабилитронов (диодов Зенера) для создания стабильных мер напряжения с целью возможной замены ими НЭ как более транспортируемых эталонов. Эти исследования были начаты под руководством профессора П. Н. Горюнова его учеником канд. техн. наук В. М. Шишкиным [7] и послужили толчком в развитии этого направления в ряде отраслевых институтов СССР, а также в метрологических институтах стран-членов СЭВ [8].

ВНИИМ с 60-х годов прошлого столетия возглавил работы по метрологическому обеспечению в области измерений постоянного напряжения и ЭДС. В ведущих отраслях промышленности (в головных институтах

министерства обороны, электронной, аэрокосмической, ракетной техники, приборостроительной промышленности и др.) были созданы и внедрены комплексы рабочих эталонов вольт (группы по 10 НЭ и аппаратура для передачи единицы и обеспечения условий хранения эталона) – всего 9 рабочих эталонов [9].

В 70-е годы прошлого столетия началась новая эпоха в создании эталонов – переход на воспроизведение единиц физических величин через физические константы с применением стабильных физических эффектов. Начало нового этапа в развитии области измерений постоянного напряжения связано с открытием в 1962 г. британским физиком Б. Джозефсоном эффекта туннелирования электронов в сверхпроводниках при температуре жидкого гелия (4,2 К). Уравнение измерения, описывающее эффект Джозефсона, который положен в основу создания эталона вольт, имеет вид

$$U = fnh/2e = fn\Phi_0 = fn/K_J,$$

где  $h/2e$  – отношение постоянной Планка к удвоенному заряду электрона;  $f$  – частота электромагнитного облучения перехода Джозефсона;  $\Phi_0$  – квант магнитного потока;  $K_J$  – константа Джозефсона;  $n$  – номер ступени вольтамперной характеристики перехода Джозефсона.

В 1972 г. МКМВ рекомендовало применять следующее значение константы:  $K_J = 483594 \text{ Гц/В}$ .

Работы ВНИИМ по созданию установки на эффекте Джозефсона связаны с именами В. О. Арутюнова, С. В. Горбачевича, Ю. В. Тарбеева, К. А. Краснова. Первые измерения ЭДС НЭ с использованием аппаратуры на основе эффекта Джозефсона были выполнены во ВНИИМ в 1974–75 гг. [10]. Эти работы проводились до 1980 г. под руководством Т. Б. Рождественской и В. И. Кржимовского при участии А. С. Каткова, В. Э. Ловцюса, А. С. Мженя, А. И. Смирнова, В. М. Гуревича и завершились созданием эталона вольт первого поколения ГЭТ 13–80 на основе эффекта Джозефсона [11] (рис. 5). В состав были включены мера напряжения на эффекте Джозефсона, группа из 19 НЭ, находящаяся в термостате при температуре 25 °С, и компараторы для передачи единицы от меры напряжения группе НЭ. Точность эталона характеризовалась значениями НСП  $1 \cdot 10^{-6}$  и СКО  $5 \cdot 10^{-8}$ .

В период с 1984 по 1989 гг. во ВНИИМ был создан комплекс аппаратуры второго поколения на основе квантового эффекта Джозефсона, утвержденный в качестве Государственного первичного эталона вольт ГЭТ 13–89. Внешний вид эталона вольт второго поколения на основе квантового эффекта Джозефсона представлен на рис. 6. Сессией ККЭМ в 1988 г. была принята

Туннельный джозефсоновский переход  $U = 1$  мВ;  $F = 8$  ГГц

Рис. 5. Внешний вид эталона ГЭТ 13–80  
Fig. 5. Appearance of GET 13–80

рекомендация E1-88 о переходе на новое значение константы Джозефсона  $K_J = 483597,9$  ГГц/В, которое с 1990 г. стало использоваться в ГЭТ 13–89. Применение нового значения константы Джозефсона  $K_{J90}$  привело к тому, что единица напряжения СССР изменилась на 3,58 мкВ, в то время как единица напряжения МБМВ изменилась на 8,06 мкВ, что подтвердило высокий уровень научных исследований, проводимых во ВНИИМ. Достигнутая точность воспроизведения вольта характеризовалась оценками НСП  $5 \cdot 10^{-9}$  и СКО  $5 \cdot 10^{-9}$ . Это была одна из самых высоких точностей для эталонов, построенных с использованием аппаратуры второго поколения.

Точный джозефсоновский переход  $U = 3$  мВ;  $F = 8,6$  ГГц

Рис. 6. Внешний вид ГЭТ 13–89  
Fig. 6. Appearance of GET 13–89

Во ВНИИМ на основе теоретических и экспериментальных работ, выполненных в период с 1991 г. по 1999 г. под руководством канд. физ.-мат. наук В. С. Александрова при участии А. С. Каткова, Е. Д. Колтика, И. В. Коротковой, В. И. Кржимовского, В. Э. Ловцюса, С. В. Потапова, Б. С. Таубе, Г. П. Телитченко, был создан комплекс эталона единицы напряжения третьего поколения [12] и разработана новая Государственная поверочная схема. При создании эталона были использованы интегральные джозефсоновские микросхемы, полученные в результате

проведения совместных работ со специалистами Физико-технического института (ФТИ) Германии – профессором Ю. Нимайером и доктором Р. Бэром.

В апреле 2001 г. этот комплекс был утвержден Госстандартом России в качестве Государственного первичного эталона единицы электрического напряжения ГЭТ 13–01. Внешний вид эталона вольта третьего поколения на основе квантовой меры напряжения МН-2 представлен на рис. 7.



Рис. 7. Внешний вид эталона вольта ГЭТ 13–01  
(на основе меры МН-2)

Fig.7. Appearance of the voltage standard GET 13–01  
(based on the MN-2 measure)

### Квантовый эталон четвертого поколения

Успешное функционирование ГЭТ 13–01 в течение многих лет подтвердило высокую точность воспроизведения единицы электрического напряжения. Эта точность была подтверждена рядом завершенных ключевых сличений [13–16]. В то же время практическая эксплуатация в составе эталона ДМ СИС-типа (сверхпроводник – изолятор – сверхпроводник) показала, что ДМ обладает многозначной вольтамперной характеристикой. Это,

в свою очередь, затрудняло установление заданного значения напряжения и не позволяло получить стабильное во времени напряжение ввиду спонтанных перескоков напряжения с одного квантового уровня на другой. Это свойство используемой ДМ ограничивало вероятность расширить функциональные возможности эталона, в частности, – проводить долговременные измерения с применением напряжения, соответствующего одной квантовой ступени, а также реализовать изменение выходного напряжения эталона по заданному алгоритму.

Появление ДМ безгистерезисного типа (сверхпроводник – нормальный металл – сверхпроводник, СНС) [17] позволило избавиться от спонтанных перескоков напряжения с одного квантового уровня на другой и решить проблему стабильности воспроизводимого напряжения. В свою очередь это позволило расширить функциональные возможности применения меры напряжения на основе ДМ СНС-типа.

Проведенные исследования меры напряжения на основе ДМ СНС-типа и оценка ее метрологических характеристик с применением ГЭТ 13–01 [18] показали возможность использования данного вида меры в составе первичного эталона. Применение квантового эффекта Джозефсона в Государственном первичном эталоне с опорой на значения фундаментальных физических констант в соответствии с новой Международной системой единиц позволяет повысить точность воспроизведения напряжения и расширить диапазон значений в область малых напряжений. В соответствии с соглашением о предоставлении субсидий из федерального бюджета организациям на осуществление расходов в области обеспечения единства измерений, в период 2020–2022 гг. были проведены работы по совершенствованию Государственного первичного эталона ГЭТ 13–01, которые привели к изменению как состава эталона, так и его метрологических характеристик.

По положительным результатам государственных приемочных испытаний в 2022 г. утвержден новый состав усовершенствованного Государственного первичного эталона электрического напряжения. Особенностью структуры нового эталона является наличие в его составе двух квантовых мер напряжения. Состав нового эталона включает следующие характеристики:

1) **квантовую меру напряжения МН-2**, применявшуюся ранее в составе ГЭТ 13–01, построенную на основе ДМ СНС-типа. ДМ встроена в криогенный преобразователь, обеспечивающий рабочие условия:

- температуру среды, в которой находится ДМ, 4,2 К;
- экранирование от магнитного поля Земли;
- экранирование от электромагнитных помех;

– стабильность термоЭДС измерительных проводников.

ДМ облучается сверхвысокочастотным сигналом в диапазоне частот 72–77 ГГц, синхронизированным с опорной частотой 10 МГц, формируемой рубидиевым стандартом частоты. Установка выходного напряжения ДМ реализуется блоком смещения, который совместно с осциллографом осуществляет контроль параметров ДМ (значение критического тока и ширину по току квантовой ступени напряжения).

Воспроизводимое напряжение определяется уравнением Джозефсона

$$U = Nf/K_J, \quad (1)$$

где  $N = \pm (1, 2, 3, \dots, n)$ ,  $n$  – число квантовых ступеней;

$f$  – частота облучения микросхемы, ГГц;

$K_J = 483597,848416984$  ГГц/В – константа Джозефсона, рекомендованная 26 Генеральной конференцией по мерам и весам 20 мая 2019 г.;

2) **квантовую меру напряжения МН-3** (рис. 8), построенную на основе ДМ СНС-типа. ДМ встроена в криогенный преобразователь, обеспечивающий рабочие условия, перечисленные выше. Воспроизводимое напряжение также, как и мере МН-2, определяется уравнением (1). ДМ облучается сверхвысокочастотным сигналом в диапазоне частот 69,5–70,5 ГГц, синхронизированным с опорной частотой 10 МГц. Установка выходного напряжения ДМ реализуется 17-канальным блоком смещения, управляемым специально разработанным программным обеспечением (ПО) с помощью персонального компьютера. Данное ПО совместно с встроеным в меру нановольтметром и переключателями полярности имеет возможности выполнять следующие действия: а) контроль параметров ДМ (значение критического тока и ширину по току квантовой ступени при напряжении 10 В); б) калибровку прецизионных мер напряжения (до 3 шт. одновременно); в) калибровку вольтметров и калибраторов постоянного напряжения в диапазоне от 1 мВ до 10 В; г) регистрацию результатов проведенных калибровок; д) удаление замороженных магнитных потоков в ДМ;

3) **аппаратуру, осуществляющую передачу единицы напряжения;**

4) **аппаратуру для контроля параметров окружающей среды при измерениях;**

5) **вспомогательные устройства и специальные инженерные сооружения, обеспечивающие функционирование ГЭТ 13.**

Дополнительной опцией меры напряжения МН-3 является возможность формирования воспроизводимого



Рис. 8. Внешний вид меры напряжения МН-3 из состава эталона ГЭТ 13–2023

Fig. 8. Appearance of the stress measure MN-3 from GET 13–2023

уровня квантового напряжения, изменяющегося во времени, и сравнения его с измеряемым напряжением.

Возможность применения двух различных квантовых мер напряжения в ГЭТ 13 позволяет решить ряд важных задач:

1) обеспечить прослеживаемость единицы напряжения к международному эталону вольты, хранящемуся в МБМВ, что реализует поддержку строк измерительных и калибровочных возможностей (СМС) за счет проведенных международных ключевых сличений с ГЭТ 13–01 (мера МН-2) в рамках ВІРМ.К10 (квантовые меры напряжения 1,018 В и 10 В), ВІРМ.К11 (меры напряжения на стабилитронах 1 В и 10 В), ЕUROMЕТ.ЕМ.ВІРМ-К10.а, СООМЕТ.ЕМ.ВІРМ-К10.б, СООМЕТ.ЕМ.ВІРМ-К11.а, СООМЕТ.ЕМ.ВІРМ-К11. Результаты сличений, опубликованные в базе данных МБМВ [19], подтвердили, что точность воспроизведения напряжения с помощью Государственного первичного эталона единицы электрического напряжения находится на уровне лучших национальных эталонов вольты;

2) использовать результаты проведенных ключевых сличений для подтверждения метрологических характеристик введенной в состав эталона меры напряжения безгистерезного типа (мера напряжения МН-3) путем проведения взаимных сличений двух квантовых мер;

3) использовать свойства гистерезисной микросхемы (мера напряжения МН-2), позволяющей исключить влияние наводок на точность воспроизведения, т. к. при наличии критического значения наводок микросхема четко регистрирует это состояние путем изменения вида вольтамперной характеристики;

4) использовать свойства безгистерезисной микросхемы (мера напряжения МН-3), имеющей значительно более широкие по току квантовые ступени, что позволяет работать с более высоким уровнем внешних шумов и наводок;

5) использовать автоматизацию меры МН-3 для повышения качества проведения поверок и калибровок

как прецизионных мер напряжения, так и калибраторов и вольтметров в широком диапазоне напряжений.

### Результаты исследования Анализ погрешностей (неопределенностей) воспроизведения единицы

Оценки погрешностей и неопределенностей воспроизведения единиц на первичном эталоне ГЭТ 13 проводились в соответствии с требованиями ГОСТ 8.381-2009.

При воспроизведении единицы величины в качестве оценки случайной погрешности эталона принимается среднее квадратическое отклонение (СКО) среднего арифметического результата воспроизведения при числе независимых измерений  $n=30$  при проведении сличений с квантовым эталоном.

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}},$$

где  $\bar{x}$  – среднее арифметическое значение измеряемой величины;  $x_i$  –  $i$ -ый результат измерений величины;  $n$  – число измерений величины.

Неисключенные систематические погрешности (НСП) эталона представлены границами (доверительными границами)

$$\theta(p) = \pm K \sqrt{\sum_{i=1}^m \left( \frac{\partial f}{\partial \bar{x}_i} \right)^2 \theta_i^2},$$

где  $\theta_i$  – границы  $i$ -ой составляющей неисключенной систематической погрешности;  $K$  – коэффициент, зависящий от доверительной вероятности. Значение коэффициента  $K$  для доверительной вероятности 0,95 принимают равным 1,1.

Неопределенность при воспроизведении единицы величины эталоном характеризуют стандартными неопределенностями, оцениваемыми по типу А, и стандартными неопределенностями, оцениваемыми по типу В.

При воспроизведении единицы величины стандартную неопределенность, оцениваемую по типу А, характеризуют СКО среднего арифметического результатов воспроизведения при числе независимых измерений  $n$

$$u_A = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}}.$$

Стандартные неопределенности, оцениваемые по типу В, определяются следующим образом: а) на основе теоретических (аналитических) исследований комплекса средств измерений и других технических средств,

входящих в состав эталона; б) с применением знаний о поведении и свойствах соответствующих материалов и средств их измерений; в) с учетом условий измерений, влияющих факторов, возникающих при измерениях.

В предположении о равномерном распределении входной величины в симметричном интервале ( $a_{i-}$ ,  $a_{i+}$ ) стандартная неопределенность по типу В вычисляется по формуле

$$u_B = \sqrt{\sum_{n=1}^m \left( \frac{\partial f}{\partial \bar{x}_i} \right)^2 u_B^2(\bar{x}_i)},$$

где  $u_B^2(\bar{x}_i) = \frac{a_i}{\sqrt{3}}$  – стандартная неопределенность из-

мерений  $i$ -ой входной величины, оцениваемая по типу В,  $a_i = (a_{i+} - a_{i-})/2$ ;  $a_{i-}$  – нижняя граница отклонения измеряемой величины от результата измерений;  $a_{i+}$  – верхняя граница отклонения измеряемой величины от результата измерений.

### Анализ составляющих НСП эталона

Напряжение  $U_M$  на выходе квантовых мер напряжения поясняется эквивалентной цепью воспроизведения электрического напряжения (рис. 9). В мере напряжения МН-3, выходное напряжение которой формируется выбором квантовой ступени с помощью тока управления  $I_{уп}$ , возможно влияние резистивности  $r_{ст}$  квантовой ступени, что может вызывать появление добавочного напряжения  $\Delta U_D = r_{ст} \cdot \Delta I_{ст}$ , где  $\Delta I_{ст} = I_{уп} - I_{ст}$  есть отклонение тока управления от тока центра ступени  $I_{ст}$ .

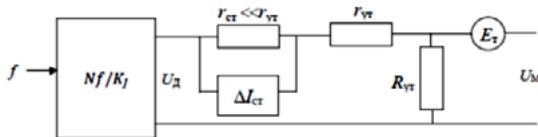


Рис. 9. Эквивалентная цепь воспроизведения единицы электрического напряжения

Fig. 9. Equivalent circuit for reproducing a unit of electrical voltage

Изменение напряжения на выходе мер  $\Delta U_{уп}$  характеризуется действием сопротивлений проводников измерительной цепи  $r_{уп}$  и сопротивлением изоляции между этими проводниками  $R_{уп}$ .

Кроме того, влияние температурных полей, имеющих место при проведении измерений с применением криогенных температур, обуславливает наличие термо-ЭДС в измерительной цепи  $E_T$ .

Уравнение воспроизведения единицы электрического напряжения, реализованное в эталоне при проведении серии из  $n$  измерений и двух полярностях воспроизводимого напряжения, имеет вид:

$$U_M = N \frac{f(1 + \delta f)}{K_J} \left( 1 - \frac{r_{уп}}{R_{уп}} \right) + \sum_{i=1}^n \frac{r_{ст} (\Delta I_{стi}^+ - \Delta I_{стi}^-)}{2n} + \sum_{i=1}^n \frac{(E_{Ti}^+ - E_{Ti}^-)}{2n},$$

где  $\delta f$  – относительная погрешность частоты облучения микросхемы.

Абсолютная погрешность при воспроизведении напряжения описывается выражением:

$$\Delta U_M = N \frac{f}{K_J} \delta f - N \frac{f}{K_J} \left( \frac{r_{уп}}{R_{уп}} \right) + \sum_{i=1}^n \frac{r_{ст} (\Delta I_{стi}^+ - \Delta I_{стi}^-)}{2n} + \sum_{i=1}^n \frac{(E_{Ti}^+ - E_{Ti}^-)}{2n}.$$

Неисключенная систематическая погрешность воспроизведения единицы электрического напряжения оценивается как композиция неисключенных остатков погрешностей, каждая из которых оценивается путем элементарного исследования источников погрешности.

Обобщенные результаты исследований составляющих НСП воспроизведения единицы электрического напряжения приведены в табл. 1.

В табл. 2 приведены результаты следующих исследований:

- среднеквадратического отклонения среднего арифметического результатов измерений ( $S$ );
- НСП ( $\Theta$ );
- неопределенностей воспроизведения единицы электрического напряжения по типу А ( $u_A$ ) и типу В ( $u_B$ );
- суммарной стандартной неопределенности ( $u_S$ ) и расширенной неопределенности ( $U_p$ ) при коэффициенте охвата  $k=2$ .

### Заключение

Комиссия по проведению Государственных испытаний прошедшего совершенствование Государственного первичного эталона единицы электрического напряжения на основании положительных результатов испытаний рекомендовала утвердить ГЭТ 13 в новом составе и с новыми метрологическими характеристиками. Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 604 от 21 марта 2023 г.

Таблица 1. Составляющие погрешности при воспроизведении единицы  
Table 1. Components of error when reproducing a unit

Составляющая НСП	Обозначение	Значение	Вид погрешности
НСП частоты облучения	$\Theta_f$	$5 \cdot 10^{-10}$	относительная
НСП, вызванная сопротивлениями утечки	$\Theta_{UT}$	$1 \cdot 10^{-10}$	относительная
НСП, вызванная наклоном ступени	$\Theta_{CT}$	$1 \cdot 10^{-10}$	относительная
НСП, вызванная действием термоЭДС	$\Theta_T$	$1 \cdot 10^{-10}$ В	абсолютная

Таблица 2. Результаты исследований  
Table 2. Research results

Значение напряжения, В	Значение составляющих погрешности (неопределенности), нВ				
	$S(u_A)$	$\Theta$	$u_B$	$u_C$	$U_p$
10	0,6	3,21	1,70	1,76	3,6
1	0,2	0,65	0,34	0,53	1,1
0,1	0,4	0,57	0,30	0,50	1,0
0,01	0,2	0,57	0,30	0,50	1,0
0,001	0,3	0,57	0,30	0,50	1,0

утвержден Государственный первичный эталон единицы электрического напряжения и ему присвоен регистрационный номер ГЭТ 13–2023. Этим же приказом ученым-хранителем ГЭТ 13–2023 назначен главный научный сотрудник лаборатории Государственных первичных эталонов и научных исследований в области измерений режимов электрических цепей доктор технических наук, доцент Александр Сергеевич Катков.

Совершенствование Государственного первичного эталона ГЭТ 13–2023 привело к следующим результатам:

- расширены функциональные возможности эталона: передача единицы стала возможна как для источников напряжения (мер и калибраторов), так и для измерителей напряжения;

- в 1 000 раз расширен диапазон измерений эталона при воспроизведении и передаче единицы напряжения – до 1 мВ вместо реперных точек 1 В и 10 В;

- повышен уровень автоматизации эталонных измерений.

Усовершенствованную аппаратуру первичного эталона планируется использовать при проведении международных сличений эталонов, воспроизводящих постоянные напряжения, изменяющиеся во времени, в том числе – по синусоидальному закону. Новые возможности реализуются за счет применения безгистерезисной ДМ, многоканаль-

ного блока смещения ДМ и программного обеспечения для реализации заданного алгоритма управления.

В связи с переутверждением ГЭТ 13–2023 в метрологическую практику введена Государственная поверочная схема для средств измерений постоянного электрического напряжения и электродвижущей силы, утвержденная приказом Росстандарта от 28 июля 2023 г. № 1520.

**Благодарности:** Все исследования проводились в лаборатории Государственных первичных эталонов и научных исследований в области измерений режимов электрических цепей ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», коллективу которой авторы выражают благодарность за их участие в работе по совершенствованию ГЭТ 13.

**Acknowledgments:** All studies were carried out in the laboratory of State Primary Standards and Scientific Research in the field of Measuring the Modes of Electrical Circuits, D. I. Mendeleev Institute for Metrology; the authors express their gratitude to the team of this laboratory for their participation in the work to improve GET 13.

**Вклад соавторов:** Авторы сделали эквивалентный вклад в подготовку публикации.

**Author Contributions:** The authors made an equivalent contribution to the preparation of the publication.

**Конфликт интересов:** Катков А. С. является членом редакционной коллегии журнала «Эталоны. Стандартные образцы». Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов, связанных с содержанием настоящей статьи.

**Conflict of interests:** Katkov A. S. is a member of the Editorial Board of the journal «Measurement Standards. Reference Materials». The authors declare no conflict of interest.

#### СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Егоров Н. Г. О правительственной выверке электрических измерительных приборов в западноевропейских государствах // Временник. 1899. Ч. 4. С. 81–121.
2. Иванов М. В. Нормальные элементы Латимера-Кларка Главной Палаты Мер и Весов // Временник. 1900. Ч. 5. С. 36–59.
3. Егоров Н. Г. Предварительные работы по приготовлению эталонов основных электрических единиц // Временник. 1911. Ч. 1. С. 122–131.
4. Чураева Е. С. Состояние эталона международного вольта СССР с 1932 по 1937 г. Исследования в области электрических измерений // Труды ВНИИМ. 1939. Вып. 24(40).
5. Колосов А. К., Чалова Е. А. Состояние государственного эталона вольта СССР // Труды ВНИИМ. 1960. Вып. 39(99).
6. Рождественская Т. Б., Широков К. П. Установление нового размера единицы ЭДС – вольта // Измерительная техника. 1970. № 8.
7. Горюнов П. Н., Шишкин В. М. Электрические, тепловые и временные характеристики термокомпенсированных стабилитронов типа Д818. Исследования в области электрических измерений // Труды ВНИИМ. Вып. 1971. Вып. 115(175).
8. Галахова О. П., Рождественская Т. Б., Шишкин В. М. Обеспечение единства измерений электрических величин в странах-членах СЭВ // Измерительная техника. 1972. № 5.
9. Барбарович В. Ю. Автоматизированный рабочий эталон единицы ЭДС в диапазоне значений 1–10 В // Измерительная техника. 1993. № 8.
10. Аппаратура для контроля стабильности ЭДС нормальных элементов на основе эффекта Джозефсона / С. В. Горбачевич [и др.] // Измерительная техника. 1976. № 4. С. 59–61.
11. Новый государственный первичный эталон единицы электродвижущей силы – вольта / Ю. В. Тарбеев [и др.] // Измерительная техника. 1981. № 12. С. 3–5.
12. Александров В. С., Катков А. С., Телитченко Г. П. Новый государственный первичный эталон и государственная поверочная схема для средств измерений постоянного электрического напряжения и электродвижущей силы // Измерительная техника. 2002. № 3. С. 6–9.
13. Bilateral comparison of 1.018V standards between the VNIIM and the BIPM: BIPM Rapport BIPM-99/2 / D. Avrons [et al.]. France: BIPM Publications, 1999.
14. Katkov A. S., Solve S., Stock M. Bilateral Comparison of 10 V Standards between the VNIIM (Russia) and the BIPM, August to October 2007 (part of the ongoing BIPM key comparison BIPM.EM-K11.b): Rapport BIPM-07/07. France: BIPM Publications, 2007. p. 10.
15. Behr R., Katkov A. S. Final Report on the key comparison EUROMET.BIPM.EM.K-10.a. Comparison of Josephson array voltage standards by using a portable Josephson transfer standard // Metrologia. 2005. Vol. 42, № 1A, P. 01005. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/42/1A/01005>
16. Comparison of the Josephson voltage standards of the VNIIM and the BIPM (part of the ongoing BIPM key comparison BIPM.EM-K10.b) / S. Solve [et al.] // Metrologia. 2011. Vol. 48, № 1A. P. 01007. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/48/1A/01007>
17. AC and DC voltages from a Josephson arbitrary waveform synthesizer / S. P. Benz [et al.] // IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement. 2001. Vol. 50, № 2. P. 181–184. <https://doi.org/10.1109/19.918096>
18. Katkov A., Shevtsov V., Gubler G. VNIIM 10 V programmable Josephson voltage standard // 2018 Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM 2018): abstract, Paris, France, 08–13 July 2018. IEEE Xplore: 2018. P. 1–2. <https://doi.org/10.1109/CPEM.2018.8500892>

#### REFERENCE

1. Egorov N. G. About the government reconciliation of electrical measuring instruments in the Western European states. *Vremennik*. 1899;4:81–121. (In Russ.).
2. Ivanov M. V. Normal elements of latimer-clark of the main chamber of weights and measures. *Vremennik*. 1900;5:36–59. (In Russ.).
3. Egorov N. G. Preliminary work on the preparation of standards of basic electrical units. *Vremennik*. 1911;10:122–131. (In Russ.).
4. Churaeva E. S. State of the standard of the international volt of the USSR from 1932 to 1937 Research in the field of electrical measurements. *Proceedings of VNIIM*. 1939;24(40). (In Russ.).
5. Kolosov A. K., Chalov E. A. The State of the State Standard of the USSR Volt. *Proceedings of VNIIM*. 1960;39(99). (In Russ.).
6. Rozhdestvenskaya T. B., Shirokov K. P. Establishment of a new size of the EMF unit – volt. *Measurement techniques*. 1970;8. (In Russ.).
7. Goryunov P. N., Shishkin V. M. Electrical, thermal and temporal characteristics of thermally compensated zener diodes type D818. Research in the field of electrical measurements. *Proceedings of VNIIM*. 1971;115(175). (In Russ.).

8. Galakhova O. P., Rozhdestvenskaya T. B., Shishkin V. M. Ensuring the uniformity of measurements of electrical quantities in the CMEA member countries. *Measurement techniques*. 1972;5. (In Russ.).
9. Barbarovich V. Yu. Automated working standard of the EMF unit in the range of 1–10 V. *Measurement techniques*. 1993;8. (In Russ.).
10. Gorbatshevich S. V., Krasnov K. A., Mazurov V. P., Satrapinsky A. F., French E. T., Yashin T. V. Apparatus for monitoring the stability of the EMF of normal elements based on the Josephson effect. *Measurement techniques*. 1976;4:59–61. (In Russ.).
11. Tarbeev Yu. V., Koltik E. D., Rozhdestvenskaya T. B., Galakhova O. P., Krasnov K. A., Krzymowski V. I. The new state primary standard of the electromotive force unit is the volt. *Measurement techniques*. 1981;12:3–5. (In Russ.).
12. Aleksandrov V. S., Katkov A. S., Telitchenko G. P. New state primary standard and state verification scheme for measuring instruments for constant electric voltage and electromotive force. *Measurement techniques*. 2002;3:6–9. (In Russ.).
13. Avrons D., Katkov A., Krzhimovsky V., Reymann D., Witt T. J. Bilateral comparison of 1.018V standards between the VNIIM and the BIPM: BIPM Rapport BIPM-99/2. France: BIPM Publications; 1999.
14. Katkov A. S., Solve S., Stock M. Bilateral Comparison of 10 V Standards between the VNIIM (Russia) and the BIPM, August to October 2007 (part of the ongoing BIPM key comparison BIPM.EM-K11.b): Rapport BIPM-07/07. France: BIPM Publications; 2007. p. 10.
15. Behr R., Katkov A. S. Final Report on the key comparison EUROMET.BIPM.EM.K-10.a. Comparison of Josephson array voltage standards by using a portable Josephson transfer standard. *Metrologia*. 2005;42(1A):01005. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/42/1A/01005>
16. Solve S., Chayramy R., Stock M., Katkov A. Comparison of the Josephson voltage standards of the VNIIM and the BIPM (part of the ongoing BIPM key comparison BIPM.EM-K10.b). *Metrologia*. 2011;48(1A):01007. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/48/1A/01007>
17. Benz S. P., Burroughs C. J., Dresselhaus P. D., Christina L. A. AC and DC voltages from a Josephson arbitrary waveform synthesizer. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*. 2001;50(2):181–184. <https://doi.org/10.1109/19.918096>
18. Katkov A., Shevtsov V., Gubler G. VNIIM 10 V programmable Josephson voltage standard // 2018 Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM 2018): Abstract, 08–13 July 2018, Paris, France. IEEE Xplore: 2018. P. 1–2. <https://doi.org/10.1109/CPEM.2018.8500892>

#### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

ГОСТ 8.381-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Эталоны. Способы выражения точности = State system for ensuring the uniformity of measurements. Standards. Ways for expressing the accuracy. М.: Стандартинформ; 2012. С. 2022.

ГЭТ 13–2023 Государственный первичный эталон единицы электрического напряжения: 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/1408837>

Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений постоянного электрического напряжения и электродвижущей силы: Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 июля 2023 года № 1520 // Электронный фонд правовых и нормативно-технических документов : официальный сайт. 2020. URL: <https://docs.cntd.ru/document/1302294216>

#### ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

**Катков Александр Сергеевич** – д-р техн. наук, доцент, главный научный сотрудник научно-исследовательской лаборатории госэталонов в области измерений режимов электрических цепей ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева»  
Россия, 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19  
e-mail: a.s.katkov@vniim.ru  
<https://orcid.org/0000-0001-5597-9437>

**Шевцов Владимир Иванович** – канд. техн. наук, доцент, руководитель научно-исследовательской лаборатории госэталонов в области измерений режимов электрических цепей ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева»  
Россия, 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19  
e-mail: V.I.Schevtsov@vniim.ru

#### INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

**Alexander S. Katkov** – Dr. Sci. (Tech.), Associate Professor, Chief Researcher Laboratory of State Standards in the field of Measuring Modes of Electric Circuits, D. I. Mendeleev Institute for Metrology  
19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia  
e-mail: a.s.katkov@vniim.ru  
<https://orcid.org/0000-0001-5597-9437>

**Vladimir I. Shevtsov** – Cand. Sci. (Eng.), Associate Professor, Head of the Research Laboratory of State Standards in the field of Measuring Modes of Electric Circuits, D. I. Mendeleev Institute for Metrology  
19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia  
e-mail: V.I.Schevtsov@vniim.ru

**Быков Андрей Игоревич** – научный сотрудник научно-исследовательской лаборатории госэталонов в области измерений режимов электрических цепей ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева»

Россия, 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19  
e-mail: A.I.Bykov@vniim.ru

**Ловцюс Виктор Эдуардович** – ведущий инженер научно-исследовательской лаборатории госэталонов в области измерений режимов электрических цепей ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева»

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

**Беликова Маргарита Николаевна** –техник научно-исследовательской лаборатории госэталонов в области измерений режимов электрических цепей ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева»

Россия, 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19  
e-mail: m.n.belikova@vniim.ru

**Andrey I. Bykov** – Researcher of the Research Laboratory of State Standards in the field of Measuring Modes of Electric Circuits, D. I. Mendeleev Institute for Metrology

19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia  
e-mail: A.I.Bykov@vniim.ru

**Viktor E. Lovtsus** – Leading Engineer of the Research Laboratory of State Standards in the field of Measuring Modes of Electric Circuits, D. I. Mendeleev Institute for Metrology

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

**Margarita N. Belikova** – Technician of the Research Laboratory of State Standards in the field of Measuring Modes of Electric Circuits, D. I. Mendeleev Institute for Metrology

19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia  
e-mail: m.n.belikova@vniim.ru

## ЭТАЛОНЫ

Научная статья

УДК 006.91

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-59-70>



# Лазерные фазовые дальномеры: пути повышения точности

Д. А. Любченко ✉, А. В. Мазуркевич

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений»,  
рабочий поселок Менделеево, Московская область, Россия  
✉ [lubchenko@vniiftri.ru](mailto:lubchenko@vniiftri.ru)

**Аннотация:** Научно-технический прогресс в сфере геодезических и промышленных измерений в части использования лазерных дальномеров, работающих в диапазонах до 5 000 метров, привел к уменьшению погрешности выше перечисленных средств измерений за последние десять лет в два и более раза. Следствием такого стремительного развития технологий высокоточной дальнометрии стал значительный пересмотр требований по их метрологическому обеспечению, а также необходимость разработки нового поколения эталонов длины, запас метрологической точности которых обеспечивал бы оценку метрологических характеристик всех типов существующих и перспективных средств измерений длины, имеющих в своем составе лазерный светодальномер.

Для решения этой задачи авторами в рамках ряда тематических научно-исследовательских опытно-конструкторских работ проводились исследования с целью разработки нового поколения эталонов длины, работающих в диапазоне до 5 000 метров, в условиях открытой атмосферы.

В данной статье рассмотрен один из разработанных макетов высокоточного комплекса средств измерений длины и приращений координат. Макет представляет собой высокоточный лазерный фазовый дальномер с доработанной системой приема и обработки измерительных сигналов. С помощью данного макета дальномера предлагается исследовать пути уменьшения составляющих его погрешности с целью повышения точности измерений длины. Для обеспечения наименьшей погрешности определения аппаратурной поправки макета дальномера могут служить средства из состава Государственного первичного специального эталона единицы длины.

В качестве перспективных путей уменьшения погрешности определения разности фаз сигналов представляется возможным использовать устройства цифровой регистрации и обработки сигналов, в которых реализован метод расчета разности фаз сигналов путем математической обработки зарегистрированных данных с помощью специально разработанного вычислительного алгоритма на основе Фурье-анализа.

Наиболее точное определение значений частоты следования импульсных сигналов и значений скорости света на измеряемой трассе может быть получено благодаря использованию высокоточных средств определения данных показателей. Реализация предложенных авторами методов повышения точности измерений длины лазерных фазовых дальномеров позволяет обеспечивать необходимый запас метрологической точности.

**Ключевые слова:** макет, дальномер, аппаратурная поправка, разность фаз, Фурье-анализ

**Используемые сокращения:** ГПС – Государственная поверочная схема; ГЭТ 199–2018 – Государственный первичный специальный эталон единицы длины; МКСИК – макет высокоточного комплекса средств измерений приращений координат; АЦП – аналогово-цифровой преобразователь; ЭИК – эталонно-измерительный комплекс; ИБ – отрезок измерительного базиса; СКО – среднее квадратическое отклонение.

**Ссылка при цитировании:** Любченко Д. А., Мазуркевич А. В. Лазерные фазовые дальномеры: пути повышения точности // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 5. С. 59–70. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-59-70>.

Статья поступила в редакцию 17.07.2023; одобрена после рецензирования 15.10.2023; принята к публикации 25.12.2023.

## MEASUREMENT STANDARDS

Review article

# Laser Phase Rangefinders: Ways to Improve Accuracy

Daria A. Lubchenko ✉, Andrey V. Mazurkevich

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

**Abstract:** Scientific and technological progress in the field of geodetic and industrial measurements in terms of the use of laser rangefinders operating in ranges up to 5000 meters has led to a reduction in the error of such measuring instruments over the past ten years by two or more times. Such rapid development of high-precision rangefinder technologies has led to a significant revision of the requirements for their metrological support, as well as to the need to develop a new generation of length standards, the stock of metrological accuracy of which would provide an assessment of the metrological characteristics of all types of existing and promising length measuring instruments with a laser rangefinder. To solve this problem, the Institute's staff conducted research within the framework of a number of thematic research and development works in terms of developing the appearance of a new generation of length standards operating in the range up to 5000 meters in an open atmosphere. Within the framework of this article, one of the developed models of a high-precision complex of measuring instruments for length and coordinate increments is considered, which is a serial high-precision laser phase light meter, modified by the institute's staff in terms of the system for receiving and processing measuring signals. At the same time, in order to increase the accuracy of length measurements using the developed range finder layout, it is proposed to investigate ways to reduce the errors of the model components of the boundaries of its error. To ensure the smallest error in determining the hardware correction of the rangefinder layout, it is proposed to use funds from the state primary special standard of the unit of length.

As promising ways to reduce the error in determining the phase difference of signals, it is proposed to use digital recording and signal processing devices that implement a method for calculating the phase difference of signals by mathematically processing the recorded data using a specially developed computational algorithm based on Fourier analysis.

For the most accurate determination of the values of the pulse repetition frequency of signals and the values of the speed of light on the measured track, it is proposed to improve the means of determining these indicators.

The use of the proposed methods to improve the accuracy of measuring the length of laser phase rangefinders allows you to provide the necessary margin of metrological accuracy.

**Keywords:** layout, rangefinder, hardware correction, phase difference, Fourier analysis

**For citation:** Lubchenko D. A., Mazurkevich A. V. Laser phase rangefinders: ways to improve accuracy. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(5):59–70. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-59-70>.

The article was submitted 17.07.2023; approved after reviewing 15.10.2023; accepted for publication 25.12.2023.

### Введение

В настоящее время для обеспечения функционирования цифрового роботизированного производства и мониторинга, а также для проведения высокоточных измерений в геодезии и других сферах деятельности человека, где есть необходимость в атмосферных измерениях длин линий, используются средства измерений, в конструкцию которых включены лазерные

светодальномеры. Как правило, такие средства измерений работают в условиях открытой атмосферы в диапазонах измерений от единиц метров до пяти километров [1–5]. Погрешность измерений таких средств варьируется от десятых долей миллиметра до единиц миллиметров, что зависит, в первую очередь, от измерительных задач, поставленных перед каждым конкретным средством измерений, а также от диапазона измерений.

Следует признать: научно-технический прогресс в сфере дальномерных измерений не стоит на месте, и это уже привело к уменьшению погрешности атмосферных лазерных дальномеров более чем в два раза за последние десять лет [6, 7]. Такая тенденция – уменьшение погрешности – имеет устойчивый характер и объясняется развитием методов цифровой обработки измерений, достижениями современной науки в оптике и вычислительной технике, а также использованием новых технологий в лазерной дальнометрии, основанных на использовании атмосферных интерферометров [8–10].

Исходя из требований Федерального закона № 102-ФЗ, все промышленные и геодезические средства измерений, включая лазерные светодальномеры, используемые на территории Российской Федерации, относятся к сфере обязательного Государственного регулирования и, соответственно, должны проходить процедуру утверждения типа и периодическую (первичную) поверку. Для обеспечения проведения испытаний и поверки средств измерений длины применяются Государственные рабочие эталоны длины, которые в соответствии с ГПС для координатно-временных средств измерений должны проследиваться к ГЭТ 199-2018 [11, 12]. Основываясь на Приказе Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29.12.2018 № 2831 и Приказе Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12.03.2018 № 447, исходя из требований ГПС, для определения погрешности средств измерений длины должно обеспечиваться соотношение погрешности эталона к исследуемому средству измерений не менее чем 1:2.

Таким образом, для метрологического обеспечения современных средств измерений длины, имеющих в своем составе светодальномеры, особенно в части высокоточных измерений длины, возникает проблема выхода на предельные значения запаса метрологической точности используемых эталонов длины, что уже с трудом обеспечивается выборкой наиболее точных серийных образцов фазовых светодальномеров на базе высокоточных тахеометров. Соответственно, на ближайшую перспективу требуется разработка узкоспециализированных дальномеров для использования в качестве эталонов длины в диапазоне до 5000 метров, которые обеспечивали бы необходимый запас метрологической точности к существующим и перспективным средствам измерений длины геодезического и промышленного назначения. Предполагаемые требования точности разрабатываемых эталонов на таких дистанциях, представленные в виде погрешности измерений длины, должны составлять значения не более 1,3 миллиметра.

Статья посвящена проблеме повышения точности измерений длины с помощью лазерного светодальномера.

Целями данной статьи является (1) исследование путей повышения точности измерений длины с помощью разработанного МКСИК, представляющего собой высокоточный лазерный фазовый светодальномер, и (2) уменьшение составляющих его погрешности.

В задачи исследования входит следующее: выявление составляющих, определяющих значение измеряемого расстояния МКСИК; определение модели границ погрешности измерений длины МКСИК; формирование и исследование путей уменьшения погрешностей составляющих модели границ погрешности МКСИК; выбор высокоточных средств для определения аппаратурной поправки дальномера; использование устройств цифровой регистрации сигналов и реализация метода расчета разности фаз путем математической обработки данных; выбор метода обработки измерительных данных с помощью Фурье-анализа; выбор средств для определения частоты следования лазерных импульсов и значенной скорости света на измеряемой трассе.

### **Материалы и методы**

Возможность измерения расстояний при помощи электромагнитных волн основана на зависимости проходимого волной пути от времени его прохождения. За некоторый конечный интервал времени электромагнитная волна пройдет конечное расстояние, для определения которого необходимо измерить интервал времени и знать скорость распространения волны. Измерительный процесс сводится к измерению времени. Так как скорость электромагнитных волн очень велика, это время чрезвычайно мало даже при больших расстояниях. Столь малые временные интервалы требуются измерять с очень высокой точностью, чтобы получить удовлетворяющую геодезическим требованиям точность измерения расстояния.

Для достижения такой точности необходимы специальные методы измерений. К настоящему времени разработано несколько таких методов, различающихся по техническим принципам. Этими методами измеряют либо непосредственно временной интервал, либо другой параметр, являющийся определенной функцией этого интервала. В зависимости от конкретного метода реализуется та или иная схема измерения расстояний, определяющая соответствующую функциональную схему построения измерительной аппаратуры.

Существуют следующие основные методы измерения расстояний: импульсный (временной) метод, частотный метод, фазовый метод на частоте модуляции,

фазовый метод на несущей частоте (интерференционный метод), комбинированный метод (импульсно-фазовый метод) [13].

**Фазовый метод измерений расстояний**

Из анализа существующих методов измерений длины выявлено, что наибольшей точности измерений на больших расстояниях позволяет достичь фазовый метод. Кроме того, фазовый метод является основным методом определения расстояний, применяемым в эталонах и высокоточных средствах измерений длины. Поэтому, основываясь на большом опыте его реализации на практике, представляется целесообразным найти пути уменьшения погрешности измерений длины при измерениях фазовым методом.

При реализации лазерного фазового дальномера фазовый метод измерений расстояний предполагает измерения разности фаз между опорным сигналом и сигналом, прошедшим измеряемую трассу в прямом и обратном направлении, и последующем расчете значений длины на основе данных о частоте следования лазерных импульсов и скорости их распространения на трассе [14–16].

**Макет высокоточного комплекса средств измерений приращений координат**

Для исследования путей повышения точности измерений длины фазовым методом разработан МКСИК, обобщенная схема которого приведена на рис. 1.

На схеме в качестве источника лазерного излучения используется высокоточный электронный тахеометр (далее – тахеометр). Излучаемые сигналы (лазерные импульсы) с тахеометра поступают на светоделительный кубик, который разделяет их на два канала – опорный и измерительный. Сигнал опорного канала



Рис. 1. Обобщенная схема макета высокоточного комплекса средств измерений приращений координат [14]

Fig. 1. Generalized diagram of the layout of a high-precision set of instruments for measuring coordinate increments [14]

поступает на фотоприемное устройство 1, а затем – в АЦП канала 1 осциллографа. Сигнал измерительного канала проходит по измеряемой трассе на уголкового отражателя, отражаясь от которого, идет на фотоприемное устройство 2 и далее поступает в АЦП канала 2 осциллографа. Осциллограф используется для регистрации сигналов опорного и измерительного каналов и последующего расчета значений разности фаз и длины [14, 15].

Внешний вид МКСИК приведен на рис. 2.



Рис. 2. Внешний вид макета высокоточного комплекса средств измерений приращений координат

Fig. 2. Appearance of the layout of a high-precision set of instruments for measuring coordinate increments

Расстояние, измеряемое МКСИК, может быть определено решением уравнения

$$L = K_{\text{атт.}} + \frac{N \cdot c}{2 \cdot f \cdot n} + \frac{c \cdot \Delta\varphi}{4 \cdot f \cdot \pi \cdot n}, \quad (1)$$

где  $K_{ann}$  – значение аппаратной поправки;  $N$  – целое число волн;  $c$  – значение скорости света в вакууме;  $f$  – значение частоты следования импульсного сигнала;  $n$  – значение показателя преломления воздуха на измеряемой трассе;  $\Delta\varphi$  – значение разности фаз сигналов опорного и измерительного каналов.

По результатам анализа выражения (1) выявлены составляющие, определяющие значение измеряемого расстояния МКСИК: значение аппаратной поправки, значение разности фаз сигналов, значение частоты следования импульсного сигнала, значение скорости света на измеряемой трассе. Каждая составляющая имеет свою погрешность, вносящую вклад в результирующее значение погрешности измерений длины [14].

### **Модель границ погрешности измерений длины лазерного фазового дальномера**

Руководствуясь рекомендациями для определения результатов косвенных измерений и оценке их погрешности, приведенными в МИ 2083–90, а также материалами по оценке границ погрешности измерений длины в соответствии с РМГ 29–2013 и [14, 17, 18], определена модель границ погрешности измерений длины лазерных фазовых дальномеров:

$$\Delta L = \pm k \cdot \sqrt{\Delta_k^2 + \left(\frac{v}{4\pi f}\right)^2 \cdot \delta_\varphi^2 + L^2 \cdot [\delta_f^2 + \delta_v^2]}, \quad (2)$$

где  $k$  – коэффициент, зависящий от выбранной доверительной вероятности;  $\Delta_k$  – погрешность определения аппаратной поправки;  $v$  – скорость света на измеряемой трассе;  $f$  – значение частоты следования импульсного сигнала;  $\delta_\varphi$  – погрешность определения разности фаз сигналов;  $L$  – длина измеряемой трассы;  $\delta_f$  – погрешность определения частоты модуляции сигналов;  $\delta_v$  – погрешность определения значения скорости света на измеряемой трассе.

Данное выражение используется для оценки границ погрешности измерений длины МКСИК. С целью повышения точности измерений длины МКСИК были исследованы пути уменьшения погрешностей составляющих модели границ погрешности МКСИК.

### **Погрешность определения аппаратной поправки**

Для обеспечения наименьшей погрешности определения аппаратной поправки МКСИК применяли средства из состава ГЭТ 199–2018 [19].

Определение аппаратной поправки проводили на ЭИК длины в диапазоне до 60 метров из состава

ГЭТ 199–2018 путем сравнения длин отрезков ИБ, полученных с помощью МКСИК, с действительными значениями длин этих же отрезков, определенных с помощью средств из состава ЭИК (рис. 3).



Рис. 3. Эталонный измерительный комплекс длины до 60 метров на основе фемтосекундного лазера и измерительного базиса ГЭТ 199–2018 [12]

Fig.3. Reference measuring complex with a length of up to 60 meters based on a femtosecond laser and the GET 199–2018 measuring basis [12]

При проведении измерений тахеометр из состава МКСИК устанавливали на оптическом столе ЭИК, а на подвижной каретке ИБ устанавливали отражатель. Расстояние от места установки тахеометра до начальной позиции установки отражателя ( $D_0$ ) определяли в соответствии с методикой [19]. Измерения выполняли на отрезках ИБ, имеющих номинальные значения, не превышающие 2, 24, 30 и 60 метров. Измерения проводили на каждом отрезке не менее 30 раз. Одновременно выполняли измерения действительных значений длин этих же отрезков ИБ с помощью средств из состава ГЭТ 199–2018.

Значение аппаратной поправки на  $j$ -ых отрезках ИБ вычисляли по формуле

$$K_j = \overline{L_j} - \overline{L_{действj}}, \quad (3)$$

где  $\overline{L_j}$  – среднее арифметическое значение длины, полученное с помощью тахеометра из состава МКСИК на  $j$ -ом отрезке ИБ;  $\overline{L_{действj}}$  – среднее арифметическое действительное значение длины, полученное с помощью средств из состава ГЭТ 199–2018 на  $j$ -ом отрезке ИБ.

Значением аппаратной поправки  $K$  МКСИК считается среднее значение  $K_j$ .

Погрешность определения аппаратной поправки  $\Delta K$  МКСИК характеризовали суммарным значением среднего квадратического отклонения (далее – СКО) результатов измерений, выполненных с помощью МКСИК

и с помощью средств из состава ГЭТ 199–2018 и вычисляли по формуле

$$S_{\Delta k_j} = \sqrt{S_{\text{МКСИК}_j}^2 + S_{\text{ЭТ},j}^2}, \quad (4)$$

где  $S_{\text{МКСИК}_j} = \sqrt{\frac{\sum_{i=\text{МКСИК}_j=1}^n (L_{i\text{МКСИК}_j} - \overline{L_{i\text{МКСИК}_j}})^2}{n-1}}$  –

СКО результатов измерений, выполненных с помощью МКСИК на  $j$ -ом отрезке ИБ;

$$S_{\text{ЭТ},j} = \sqrt{\frac{\sum_{i\text{ЭТ},j=1}^n (L_{i\text{ЭТ},j} - \overline{L_{i\text{ЭТ},j}})^2}{n-1}}$$
 – СКО резуль-

татов измерений, выполненных с помощью средств из состава ГЭТ 199–2018 на  $j$ -ом отрезке ИБ;

$n$  – количество измерений.

Значением СКО определения аппаратурной поправки считали среднее значение  $S_{\Delta k_j}$ .

Таким образом, СКО определения аппаратурной поправки по результатам измерений и расчетов составило 0,015 мм.

С вероятностью 95 % ( $2\sigma$ ) НСП определения аппаратурной поправки по результатам измерений и расчетов не превысило значения 0,03 мм.

### Погрешность определения разности фаз сигналов

В качестве перспективных путей уменьшения погрешности определения разности фаз сигналов предлагаем использовать устройства цифровой регистрации и обработки сигналов, в которых реализован метод расчета разности фаз сигналов путем математической обработки зарегистрированных данных с помощью специально разработанного вычислительного алгоритма на основе Фурье-анализа. Руководствуясь вычислительными данными, приведенными в свободной библиотеке алгоритмов цифровой обработки сигналов – DSPL-2.0, был разработан вычислительный алгоритм расчета разности фаз сигналов. Он приведен в формулах (5–12).

При оцифровке измерительных данных периодический сигнал раскладывается в ряд спектральных составляющих (ряд Фурье), в результате чего получается дискретный спектр сигнала опорного  $S_{\text{ОП.}}(k\Delta\omega)$  и измерительного  $S_{\text{ИЗМ.}}(k\Delta\omega)$  каналов:

$$S_{\text{ОП.}}(k\Delta\omega) = \frac{1}{N \cdot T} \cdot \sum_{n=1}^{N-1} S_{\text{ОП.}}(n \cdot T) \cdot \exp\left(-j \cdot \frac{2\pi}{N} \cdot n \cdot k\right), \quad (5)$$

$$S_{\text{ИЗМ.}}(k\Delta\omega) = \frac{1}{N \cdot T} \cdot \sum_{n=1}^{N-1} S_{\text{ИЗМ.}}(n \cdot T) \cdot \exp\left(-j \cdot \frac{2\pi}{N} \cdot n \cdot k\right), \quad (6)$$

где  $k$  – номер спектральной составляющей  $k = 1 \dots n$ ;  $\Delta\omega$  – спектральное разрешение;  $n$  – целое число;  $T$  – интервал дискретизации;  $N$  – члены ряда Фурье;  $j$  – мнимая единица;  $N$  – размер выборки оцифрованной осциллограммой;

$$\Delta\omega = \frac{F_d}{N},$$

где  $F_d$  – частота дискретизации.

Фазовый спектр сигналов опорного  $\varphi_{\text{ОП.}}(k\Delta\omega)$  и измерительного  $\varphi_{\text{ИЗМ.}}(k\Delta\omega)$  каналов определяется по формулам:

$$\varphi_{\text{ОП.}}(k\Delta\omega) = \text{Arg}\left(\frac{1}{N \cdot T} \cdot \sum_{n=1}^{N-1} S_{\text{ОП.}}(n \cdot T) \cdot \exp\left(-j \cdot \frac{2\pi}{N} \cdot n \cdot k\right)\right), \quad (7)$$

$$\varphi_{\text{ИЗМ.}}(k\Delta\omega) = \text{Arg}\left(\frac{1}{N \cdot T} \cdot \sum_{n=1}^{N-1} S_{\text{ИЗМ.}}(n \cdot T) \cdot \exp\left(-j \cdot \frac{2\pi}{N} \cdot n \cdot k\right)\right). \quad (8)$$

Амплитудный спектр сигналов опорного  $A_{\text{ОП.}}(k\Delta\omega)$  и измерительного  $A_{\text{ИЗМ.}}(k\Delta\omega)$  каналов определяется по формулам:

$$A_{\text{ОП.}}(k\Delta\omega) = \text{Arg}\left(\frac{1}{N \cdot T} \cdot \sum_{n=1}^{N-1} S_{\text{ОП.}}(n \cdot T) \cdot \exp\left(-j \cdot \frac{2\pi}{N} \cdot n \cdot k\right)\right), \quad (9)$$

$$A_{\text{ИЗМ.}}(k\Delta\omega) = \text{Arg}\left(\frac{1}{N \cdot T} \cdot \sum_{n=1}^{N-1} S_{\text{ИЗМ.}}(n \cdot T) \cdot \exp\left(-j \cdot \frac{2\pi}{N} \cdot n \cdot k\right)\right). \quad (10)$$

Далее находили глобальный максимум (максимальный отсчет)  $k_{\text{mod}}$  в амплитудном спектре сигналов, который соответствует частоте модуляции оптического сигнала  $F_{\text{mod}}$ :

$$F_{\text{mod}} = k_{\text{mod}} \cdot \Delta\omega. \quad (11)$$

После этого номер отсчета  $k_{mod}$  подставляли в фазовый спектр опорного и измерительного сигналов:

$$\Delta\varphi = \varphi_{ОП.}(k\Delta\omega) - \varphi_{ИЗМ.}(k\Delta\omega). \quad (12)$$

Погрешность определения разности фаз сигналов характеризуется значением СКО результатов измерений устройства цифровой регистрации сигналов.

Значение СКО результатов измерений устройства цифровой регистрации сигналов зависит от погрешности измерения интервалов времени между опорным и зондирующим сигналами осциллографа из состава МКСИК.

Погрешность измерения разности фаз сигналов в опорном и измерительном канале осциллографа определяется по формуле:

$$\delta_{\varphi} = \sqrt{\left(\frac{A_{rms}}{S_r}\right)^2 + \theta_{ОСЦ}^2}, \quad (13)$$

где  $A_{rms}$  – уровень шума измеряемого сигнала;  $S_r$  – скорость нарастания переднего фронта;  $\theta_{ОСЦ}$  – джиттер внутреннего запускающего сигнала осциллографа.

Погрешность определения разности фаз сигналов с учетом усреднения на интервале 1 с вычисляется по формуле

$$\delta_{\varphi} = \frac{\delta_{\varphi} \cdot 2\pi}{T \sqrt{N_{ИЗМ}}}, \quad (14)$$

где  $T$  – период следования импульсов тахеометра;  $N_{ИЗМ}$  – количество измерений за интервал усреднения.

Значения СКО результатов измерений устройства цифровой регистрации сигналов для различных дистанций приведены в табл. 1.

Одним из преимуществ данного метода является доступность его использования: метод может быть реализован в серийно выпускаемых дальнометрах, т. к. не требует значительных затрат и специальной аппаратуры. Другим преимуществом данного метода является его точность: метод обработки измерительных

данных с помощью Фурье-анализа позволяет обеспечить меньшее значение СКО результата измерений, чем значения, полученные при расчете с помощью других методов обработки.

#### **Погрешность определения частоты следования импульсного сигнала**

Обычно при проведении измерений используется паспортное значение частоты следования импульсного сигнала, конструктивно заложенное производителем при изготовлении прибора.

С целью уменьшения погрешности МКСИК предлагается использовать в расчетах действительное значение частоты, определенное с помощью частотомера со стабилизированным кварцевым генератором Keysight 53230A (далее – частотомера).

Погрешность определения действительных значений частоты следования импульсного сигнала характеризуется погрешностью устройства ее определения.

СКО измерений частоты частотомера составляет значение  $\pm 1 \cdot 10^{-11}$ .

НСП измерений частоты частотомера составляет значение  $\pm 1 \cdot 10^{-8}$ .

#### **Погрешность определения скорости света на измеряемой трассе**

Значение скорости света на измеряемой трассе характеризуется значением скорости света в вакууме и значением среднего вдоль трассы показателя преломления воздуха; описывается выражением

$$v = \frac{c}{n}, \quad (15)$$

где  $v$  – значение скорости света в воздухе;  $c$  – значение скорости света в вакууме;  $n$  – показатель преломления воздуха.

Каждая составляющая выражения (15) имеет свои погрешности [20].

Погрешностью определения скорости света в вакууме можно пренебречь из-за ее малого значения. В качестве перспективного пути повышения точности

Таблица 1. Погрешность определения разности фаз сигналов на различных дистанциях

Table 1. Error in determining the phase difference of signals at various distances

№ п/п	Измеряемая дистанция, км	Значение, рад
1	1	$\pm 1 \cdot 10^{-7}$
2	3	$\pm 2 \cdot 10^{-7}$
3	5	$\pm 4 \cdot 10^{-7}$

определения скорости света на измеряемой трассе предлагается использовать рефрактометр интегральный дисперсионный (далее – рефрактометр) для определения данного показателя.

Принцип действия рефрактометра состоит в (а) измерении временного (фазового) сдвига между двумя модулированными по одинаковому закону оптическими сигналами, отличающимися друг от друга длиной оптической несущей волны, (б) вычислении показателя преломления. Временной сдвиг возникает из-за оптической дисперсии показателя преломления воздуха, приводящей к тому, что скорость распространения оптического излучения на разных длинах волн разная, и, как следствие, разным будет время, затрачиваемое оптическим излучением на разных длинах волн на прохождение одной и той же трассы. Величина временного сдвига пропорциональна разнице показателя преломления воздуха и расстоянию, которое проходит свет на пути от рефрактометра до зеркального отражателя, установленного в удаленной точке, и обратно от отражателя до рефрактометра.

Повышение точности определения показателя преломления воздуха достигается за счет его определения методом прямых измерений.

НСП измерений показателя преломления воздуха вдоль трассы распространения лазерного излучения рефрактометра составляет значение  $\pm 1 \cdot 10^{-8}$ .

### Результаты и обсуждение

В табл. 2 приведены результирующие значения погрешностей составляющих выражения для оценки погрешности измерений длины МКСИК, полученных с помощью вышеприведенных методов.

Полученные результаты подтверждают применимость предложенных методов уменьшения составляющих погрешности измерений длины лазерных фазовых дальномеров.

Использование предложенных методов позволяет уменьшить погрешность измерений длины до значительного порядка 1 миллиметра в диапазоне до 5 километров.

### Заключение

По результатам проведенных исследований разработаны методы уменьшения составляющих погрешности макета лазерного фазового дальномера, позволяющие повысить точность его измерений. Для достижения поставленной цели решены следующие задачи:

Таблица 2. Бюджет погрешности макета высокоточного комплекса средств измерений приращений координат

Table 2. Error budget of the layout of a high-precision set of instruments for measuring coordinate increments

Наименование составляющей погрешности измерений длины	Значение погрешности
Абсолютная погрешность определения аппаратурной поправки, мм: – значение СКО – значение НСП (по уровню вероятности 0,95)	$\pm 0,015$ $\pm 0,03$
Абсолютная погрешность определения разности фаз сигналов, рад: – значение СКО на дистанциях: 1 000 м 3 000 м 5 000 м	$\pm 1 \cdot 10^{-7}$ $\pm 2 \cdot 10^{-7}$ $\pm 4 \cdot 10^{-7}$
Относительная погрешность определения частоты следования импульсного сигнала: – значение СКО – значение НСП (по уровню вероятности 0,95)	$\pm 2 \cdot 10^{-11}$ $\pm 2 \cdot 10^{-8}$
Относительная погрешность определения значения скорости света на измеряемой трассе: – значение НСП (по уровню вероятности 0,95)	$\pm 10^{-7}$
Доверительные границы погрешности измерений длины МКСИК, м: – на дистанциях: 1 000 м 3 000 м 5 000 м	$\pm 6 \cdot 10^{-4}$ $\pm 8 \cdot 10^{-4}$ $\pm 1 \cdot 10^{-3}$

1) выявлены составляющие, определяющие значение измеряемого расстояния МКСИК;

2) определена модель границ погрешности измерений длины МКСИК;

3) сформированы и исследованы пути уменьшения погрешностей составляющих модели границ погрешности МКСИК:

а) выбраны высокоточные средства для наиболее точного определения аппаратурной поправки дальномера;

б) предложено использование устройств цифровой регистрации сигналов и реализация метода расчета разности фаз путем математической обработки данных, зарегистрированных с помощью этих устройств;

в) выбран метод обработки измерительных данных с помощью Фурье-анализа (данный метод позволяет обеспечить меньшее значение погрешности определения разности фаз сигналов, чем значения, получаемые при расчете с помощью других методов);

г) выбраны средства для определения частоты следования лазерных импульсов и значений скорости света на измеряемой трассе.

В результате проведенных исследований была подтверждена возможность доработки высокоточного лазерного фазового дальномера с целью уменьшения его погрешности.

Теоретическая значимость исследований обусловлена подтверждением возможности использования усовершенствованных алгоритмов обработки измерительных сигналов для уменьшения погрешности измерений длины лазерных фазовых дальномеров. Первым промежуточным итогом проведенных исследований разработанного МКСИК можно считать уменьшение погрешности измерений длины на 10–15 %.

Практическая значимость исследований состоит в том, что с помощью полученных результатов возможна дальнейшая разработка эталонов единицы длины с погрешностью, не превышающей значений 1,3 миллиметра в диапазоне измерений до 5 000 метров.

**Благодарности:** Исследования выполнены в рамках опытно-конструкторской работы, проводимой во ФГУП «ВНИИФТРИ». Все измерения проводились с использованием оборудования ФГУП «ВНИИФТРИ».

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Аналитическая модель лазерного дальномера для измерения расстояний до объектов с плохо прогнозируемой динамикой движения / Е. П. Меснянкин [и др.] // Оптический журнал. 2023. Т. 90, № 2. С. 46–58. <https://doi.org/10.17586/1023-5086-2023-90-02-46-58>
2. Буренин А. В. Исследование особенностей распространения низкочастотных псевдослучайных сигналов для задач акустической дальнометрии подводных объектов : спец. 01.04.06 Акустика: автореферат дис. ...

**Acknowledgments:** The research was carried out as part of the development work carried out at the All-Russian Scientific Research Institute of Physical-Technical and Radiotechnical Measurements. All measurements were carried out using the equipment of the All-Russian Scientific Research Institute of Physical-Technical and Radiotechnical Measurements.

**Вклад соавторов:** Любченко Д. А.— разработка методов уменьшения погрешностей составляющих модели границ его погрешности лазерного фазового дальномера, проведение исследовательских работ, включающих сбор и анализ экспериментальных данных; написание текста статьи по полученным результатам; Мазуркевич А. В.— общее руководство исследованиями; сбор литературных данных; проверка и редактирование текста статьи.

**Author Contributions:** Lubchenko D. A.— development of methods for reducing errors of the components of the model of the boundaries of its error of a laser phase rangefinder; conducting research including the collection and analysis of experimental data, writing the text of the article based on the results obtained; Mazurkevich A. V.— general management of research, collection of literary data, revision and editing of the text of the article.

**Конфликт интересов:** Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов, связанных с содержанием настоящей статьи. Материал статьи подготовлен на основе доклада, представленного на II Международной научно-практической конференции молодых ученых и специалистов «За нами будущее» (г. Екатеринбург, 14–16 июня 2023 года). Материал статьи допущен к публикации после доработки материалов тезисов доклада, оформления статьи и проведения процедуры рецензирования.

**Conflict of interests:** The authors declare no conflict of interest. The material of the article was prepared on the basis of the report presented at the II All-Russian Scientific-Practical Conference of Young Scientists and Specialists «Future is for us» (Yekaterinburg, June 14–16, 2023). The article was approved for publication after finalizing the abstract of the report, designing the article and conducting the review procedure.

- кандидата физико-математических наук : / А. В. Буренин; Тихоокеан. океанол. ин-т ДВО РАН. Владивосток, 2013. 24 с. URL: <http://search.rsl.ru/ru/record/01005542525> (дата обращения: 15.05.2022).
3. Экспериментальное тестирование технологии высокоточной подводной акустической дальнометрии / Ю. Н. Моргунов [и др.] // *Акустический журнал*. 2018. Т. 64, № 2. С. 191–196. <https://doi.org/10.7868/S0320791918020120>
  4. Руссо П. Дальнометрия малоразмерных целей с большой дальностью действия: пат. RU2640399 C2, заявл. 18.10.2013; опубл. 09.01.2018. Бюл. № 1.
  5. Урваев И. Н. Навигация мобильного робота на основе методов лазерной дальнометрии // *Измерение. Мониторинг. Управление. Контроль*. 2021. № 1 (35). С. 44–51. <https://doi.org/10.21685/2307-5538-2021-1-5>
  6. Рой Ю. А., Садовников М. А., Шаргородский В. Д. Российская сеть лазерной дальнометрии – основа для дальнейшего повышения точности геодезического и эфемеридно-временного обеспечения ГЛОНАСС // *Метрология времени и пространства: доклады 6-го Международного симпозиума, Менделеево, 17–19 сентября 2012 года*. Менделеево: ФГУП ВНИИФТРИ, 2013. С. 284
  7. Игнатенко И. Ю. Перспективы создания эталонного комплекса спутниковой лазерной дальнометрии // *Метрология времени и пространства: материалы VII Международного симпозиума, Суздаль, 17–19 сентября 2014 года / Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии; Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений*. Суздаль: ФГУП ВНИИФТРИ, 2014. С. 207–208.
  8. Цыба Е. Н., Вострухов Н. А. Совершенствование средств обработки данных измерений лазерной дальнометрии ИСЗ и Луны в ГМЦ ГСВЧ // *Труды института прикладной астрономии РАН*. 2018. № 45. С. 120–123. <https://doi.org/10.32876/AppIAstron.45.120-123>
  9. Данилова Е. А., Кочегаров И. И., Затылкин А. В. Анализ методов лазерной дальнометрии высокой точности // *XXI век: итоги прошлого и проблемы настоящего плюс*. 2015. Т. 1, № 4 (26). С. 154–160.
  10. Садовников М. А. Необходимые условия достижения субмиллиметровой точности измерений в спутниковой лазерной дальнометрии // *Электромагнитные волны и электронные системы*. 2009. Т. 14, № 12. С. 13–16.
  11. Соколов Д. А., Олейник-Дзядик О. М., Сильвестров И. С. Эталонный измерительный комплекс длины в диапазоне до 60 м из состава Государственного первичного специального эталона единицы длины в диапазоне 24 м – 4000 км (ГПСЭД) // *Труды ИПА РАН*. 2020. № 52. С. 63–67. <https://doi.org/10.32876/AppIAstron.52.63-67>
  12. Мазуркевич А. В., Соколов Д. А., Тимофеев Е. Ю. 19-й Международный конгресс метрологии SIM2019 // *Вестник метролога*. 2019. № 4. С. 28–30.
  13. Радиогодезические и электрооптические измерения: учебник для вузов / В. Д. Большаков [и др.]. М.: Недра, 1985. 303 с.
  14. Голуб Д. А., Колмогоров О. В. Оценка метрологических характеристик разрабатываемого лазерного фазового дальномера с использованием модели его погрешности // *Метрология в XXI веке: материалы VII научно-практической конференции молодых ученых, аспирантов и специалистов*, Менделеево, 21 марта 2019 года. Менделеево: ФГУП ВНИИФТРИ, 2019. С. 18–20.
  15. Любченко Д. А., Донченко С. С. Результаты разработки и исследования отдельных узлов макета оптического фазового дальномера с субмиллиметровым разрешением // *Метрология в XXI веке: материалы VIII Научно-практической конференции молодых ученых, аспирантов и специалистов*, Менделеево, 06 февраля 2020 года. Менделеево: ФГУП ВНИИФТРИ, 2021. С. 9–14.
  16. Анализ способов разрешения неоднозначности фазовых измерений, проводимых с помощью макета оптического светодальномера с субмиллиметровым разрешением / И. В. Новикова [и др.] // *Метрология времени и пространства: материалы X Международного симпозиума*, Менделеево, 06–08 октября 2021 года. Менделеево: ФГУП ВНИИФТРИ, 2021. С. 108–112.
  17. Сирая Т. Н. Методы обработки данных при измерениях и метрологические модели // *Измерительная техника*. 2018. № 1. С. 9–14.
  18. Rabinovich S. G. *Measurement errors and uncertainties: theory and practice*. New York: Springer-Verlag, 2005. 308 p. <https://doi.org/10.1007/0-387-29143-1>
  19. Новикова И. В. Экспериментальное исследование методик определения инструментальной составляющей систематической погрешности измерений эталонного измерительного комплекса длины в диапазоне до 60 м при работе с фазовым светодальномером // *Вестник метролога*. 2023. № 1. С. 32–36.
  20. Вшивкова О. В. *Физика Земли и атмосферы. Влияние атмосферы на результаты геодезических измерений: учебное пособие*. М.: МИИГАиК, 2017.

## REFERENCE

1. Mesnjankin N. I., Pavlov E. P., Potapov S. L., Potapova N. I. Analytical model of a laser rangefinder for measuring distances to objects with poorly predicted motion dynamics. *Opticheskii Zhurnal*. 2023;90(2):46–58. (In Russ.). <http://doi.org/10.17586/1023-5086-2023-90-02-46-58>
2. Burenin A. V. *Study of the features of the propagation of low-frequency pseudo-random signals for problems of acoustic ranging of underwater objects*. Dissertation. POI FEB RAS; 2013. (In Russ.).
3. Morgunov Y. N., Bezotvetnykh V. V., Burenin A. V., Voitenko E. A., Golov A. A. Experimental testing of high-accuracy underwater range-finding technology. *Acoustical Physics*. 2018;64(2):190–195. (In Russ.). <https://doi.org/10.7868/S0320791918020120>

4. Russo P. Ranging of small targets with long range. Patent RF, no. 2640399 C2, 2018. (In Russ.).
5. Urvaev I. N. Mobile robot navigation based on laser range methods. *Measuring. Monitoring. Management. Control.* 2021;1:44–51. (In Russ.).
6. Roy Yu. A., Sadovnikov M. A., Shargorodsky V. D. Russian laser ranging network – the basis for further increasing the accuracy of geodetic and ephemeris-time support of GLONASS. In: *Metrology of time and space: Collection of works 6<sup>th</sup> International Symposium*, 17–19 September 2012, Mendeleevo, Russia. Mendeleevo: VNIIFTRI; 2013. p. 284. (In Russ.).
7. Ignatenko I. Yu. Prospects for creating a reference complex for satellite laser ranging. In: *Metrology of time and space: Collection of works VII International Symposium*, 17–19 September 2014, Suzdal, Russia. Mendeleevo: VNIIFTRI; 2014. pp. 207–208. (In Russ.).
8. Tsyba E. N., Vostruhov N. A. Improvements in the MMC SSTF Tools to Analyze the LLR and SLR Observations. *Transactions of the Institute of Applied Astronomy RAS.* 2018;45:120–123. (In Russ.). [https://doi.org/10.32876/AppIAstron.45.120–123](https://doi.org/10.32876/AppIAstron.45.120-123)
9. Grigoriev A. V., Kochegarov I. I., Zatylnin A. V. Analysis by laser ranging high accuracy. *XXI Century: Resumes of the Past and Challenges of the Present Plus.* 2015;1(4):154–160. (In Russ.).
10. Sadovnikov M. A. Necessary conditions for achieving submillimeter measurement accuracy in satellite laser ranging. *Electromagnetic Waves and Electronic Systems.* 2009;14(12):13–16. (In Russ.).
11. Sokolov D. A., Oleinik-Dzyadik O. M., Silvestrov I. S. A standard measuring complex for length in the range of up to 60 m from the State Primary Special Standard of a Unit of Length in the range of 24 m – 4 000 km (GPSED). *Proceedings of the Institute of Applied Astronomy of the Russian Academy of Sciences.* 2020;52:63–67. (In Russ.).
12. Mazurkevich A. V., Sokolov D. A., Timofeev E. Yu. 19th International Congress of Metrology CIM2019. *Metrologist's Bulletin.* 2019;(4):28–30. (In Russ.).
13. Bolshakov V. D., Deimlich F., Golubev A. N., Vasiliev V. P. Radio geodetic and electro-optical measurements: textbook for universities. Moscow: Nedra; 1985. 303 p. (In Russ.).
14. Golub D. A., Kolmogorov O. V. Assessment of the metrological characteristics of the developed laser phase range finder using its error model. In: *Metrology in the 21st Century: Proceedings of the VII Scientific and Practical Conference of Young Scientists, Graduate Students and Specialists*, 21 March 2019, Mendeleevo. Mendeleevo: VNIIFTRI; 2019. pp. 18–20. (In Russ.).
15. Lyubchenko D. A., Donchenko S. S. Results of the development and research of individual components of a prototype of an optical phase range finder with submillimeter resolution. In: *Metrology in the 21<sup>st</sup> Century: Materials of the VIII Scientific and Practical Conference of Young Scientists, Graduate Students and Specialists*, 06 February 2020, Mendeleevo. Mendeleevo: VNIIFTRI; 2021. pp. 9–14. (In Russ.).
16. Novikova I. V., Mazurkevich A. V., Kolmogorov O. V., Donchenko S. S., Lyubchenko D. A. Analysis of methods for resolving the ambiguity of phase measurements carried out using a prototype of an optical range finder with submillimeter resolution. In: *Metrology of Time and Space: Proceedings of the X International Symposium*, 06–08 October 2021, Mendeleevo. Mendeleevo: VNIIFTRI; 2021. pp. 108–112. (In Russ.).
17. Siraya T. N. Methods of Data Processing in Measurements and Metrological Models. *Measurement Techniques.* 2018;(1):9–14. (In Russ.).
18. Rabinovich S. G. Measurement errors and uncertainties: theory and practice. New York: Springer-Verlag; 2005. 308 p. (In Russ.).
19. Novikova I. V. Experimental investigation of methods for determining the instrumental component of the systematic error of measurements of the reference measuring complex of length in the range of up to 60 m when working with a phase light detector. *Vestnik Metrologa.* 2023;(1):32–36. (In Russ.).
20. Vshivkova O. V. Physics of the Earth and atmosphere. The influence of the atmosphere on the results of geodetic measurements: textbook. Moscow: MIIGAIK; 2017. (In Russ.).

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

DSPL-2.0 Свободная библиотека алгоритмов цифровой обработки сигналов. [Электронный ресурс]. Дата обновления: 05.01.2022. URL: <https://ru.dsplib.org> (дата обращения: 20.06.2023).

ГЭТ 199-2018 Государственный первичный специальный эталон единицы длины: институт-хранитель ФГУП «ВНИИФТРИ» // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397885>

МИ 2083–90 Рекомендация. Государственная система обеспечения единства измерений. Измерения косвенные. Определение результатов измерений и оценивание их погрешностей. М.: ВНИИМ им. Д. И. Менделеева, 1991.

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>

Об утверждении Государственной поверочной схемы для координатно-временных измерений: Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 декабря 2018 г. № 2831 // Электронный фонд правовых и нормативно-технических документов : официальный сайт. URL: <https://docs.cntd.ru/document/553849932>

Об утверждении Государственного первичного специального эталона единицы длины ГЭТ 199–2018: Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 марта 2018 г. № 447 // Портал ГАРАНТ.РУ : официальный сайт. URL: <https://base.garant.ru/71900290/>

РМГ 29–2013. Рекомендации по межгосударственной стандартизации. 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.

#### **ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ**

**Любченко Дарья Александровна** – младший научный сотрудник ФГУП «ВНИИФТРИ»

Россия, 141570, Московская область, рабочий поселок Менделеево  
e-mail: [lubchenko@vniiftri.ru](mailto:lubchenko@vniiftri.ru)

**Мазуркевич Андрей Владимирович** – начальник отдела метрологического обеспечения геодезических измерений, ФГУП «ВНИИФТРИ»

Россия, 141570, Московская область, рабочий поселок Менделеево  
e-mail: [avm@vniiftri.ru](mailto:avm@vniiftri.ru)

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

**Daria A. Lubchenko** – Junior Researcher, All-Russian Scientific Research Institute of Physical-Technical and Radiotechnical Measurements

Moscow region, Mendeleevo, 141570, Russia

e-mail: [lubchenko@vniiftri.ru](mailto:lubchenko@vniiftri.ru)

**Andrey V. Mazurkevich** – Head of the Department of Metrological Support of Geodetic Measurements, All-Russian Scientific Research Institute of Physical-Technical and Radiotechnical Measurements

Moscow region, Mendeleevo, 141570, Russia

e-mail: [avm@vniiftri.ru](mailto:avm@vniiftri.ru)

## ЭТАЛОНЫ

Обзорная статья

УДК 532.542

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-71-82>



# ГЭТ 63–2019: новаторский метод стабилизации расхода жидкости в эталонной установке 3

А. Р. Тухватуллин  

Всероссийский научно-исследовательский институт расходомерии – филиал ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Казань, Россия  
 [vniir-etalon@bk.ru](mailto:vniir-etalon@bk.ru)

**Аннотация:** Установление наивысшей точности национальных первичных эталонов единиц массового и объемного расходов (массы и объема) жидкости (воды) входит в число приоритетов в национальной экономике большинства государств. В Российской Федерации и за рубежом принцип действия эталонов единиц расхода и количества жидкости основан на гравиметрическом методе взвешивания, т. е. на измерении массы жидкости, поступившей в весоизмерительную емкость за определенный интервал времени осреднения. Решающим условием точности результата работы такого эталона является стабилизация расхода жидкости, а также выбор оптимального способа создания вынужденного течения жидкости в напорном трубопроводе и измерительной линии. Повсеместно принятый метод создания вынужденного течения жидкости путем размещения ее на высоте или подачи с использованием насосов имеет одно неудобное следствие – громоздкость конструкции эталона. Создание такой конструкции влечет за собой экономические, трудовые и временные затраты, что может негативно сказаться на условиях и результатах испытаний.

Минимизировать неудобства позволяет принятый в фокус внимания автора новаторский метод активного демпфирования колебаний давления и расхода жидкости, который позволяет исключить необходимость размещения напорного бака на большую высоту над уровнем земли. Данный метод реализован в напорном трубопроводе и измерительной линии эталонной установки 3 Государственного первичного специального эталона единиц массы и объема жидкости в потоке, массового и объемного расходов жидкости ГЭТ 63–2019.

Цель статьи – доказательно обосновывать и экспериментально подтвердить высокую эффективность данного метода.

Результаты экспериментальных исследований изменения абсолютного давления в воздушной подушке и уровня жидкости в напорном баке модуля стабилизации подтвердили работоспособность предложенного метода на основании полученных минимальных значений относительных отклонений мгновенного и усредненного расходов жидкости. Приведенное в статье инженерное решение представляет интерес для хозяйствующих субъектов и коммерческих организаций, заинтересованных в снижении издержек на проведение испытаний объемного расхода (массы и объема) жидкости (воды).

**Ключевые слова:** демпфер, амплитуда пульсаций, частота колебаний давления, радиусные сопла, стабильность расхода

**Ссылка при цитировании:** Тухватуллин А. Р. ГЭТ 63–2019: новаторский метод стабилизации расхода жидкости в эталонной установке 3 // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 5. С. 71–82. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-71-82>

Статья поступила в редакцию 15.07.2023; одобрена после рецензирования 03.10.2023; принята к публикации 25.12.2023.

## MEASUREMENT STANDARDS

Review Article

# GET 63–2019: Innovative Method for Stabilizing Liquid Flow Rate in a Reference Installation 3

Al'bert R. Tukhvatullin  

VNIIR – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology, Kazan, Russia

 vniir-etalon@bk.ru

**Abstract:** Establishing the pinpoint accuracy of national primary standards for units of mass and volume flow rates (mass and volume) of liquid (water) is a priority in the national economy of most states. In Russia and abroad, the principle of operation of standards for units of flow rate and amount of liquid is based on the gravimetric weighing method, i.e., on measuring the mass of liquid entering a weighing container over a certain averaging time interval. The decisive condition for the accuracy of the result of the standard is the stabilization of liquid flow rate, as well as the choice of the optimal method for creating a forced flow of liquid in the pressure pipeline and measuring line. The widely accepted method of creating a forced flow of liquid by placing it at a height or supplying it using pumps has one inconvenient consequence – the bulkiness of the standard design. The creation of such a design entails economic, labor, and time costs, which can adversely affect the test conditions and results. The author's innovative method of active damping of pressure and fluid flow fluctuations, which eliminates the need to place the pressure tank at a great height above ground level, allows minimizing inconveniences. This method is implemented in the pressure pipeline and measuring line of the reference installation 3 of the State Primary Special Standard of Units of Mass and Volume of Liquid in a Flow and of Mass and Volume Flow Rates of a Liquid GET 63–2019. The purpose of the article is to substantiate and experimentally confirm the high efficiency of this method. The results of experimental research of changes in the absolute pressure in the air cushion and the liquid level in the pressure tank of the stabilization module confirmed the efficiency of the proposed method based on the obtained minimum values of the relative deviations of the instantaneous and average liquid flow rates. The engineering solution presented in the article is of interest to economic entities and commercial organizations interested in reducing the costs of testing the volumetric flow rate (mass and volume) of liquid (water).

**Keywords:** damper, pulsation amplitude, pressure oscillation frequency, radial nozzles, flow stability

**For citation:** Tukhvatullin A. R. GET 63–2019: Innovative method for stabilizing liquid flow rate in a reference installation 3. *Measurement Standards. Reference Materials.* 2023;19(5):71–82. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-71-82>

The article was submitted 15.07.2023; approved after reviewing 03.10.2023; accepted for publication 25.12.2023.

### Введение

Национальные первичные эталоны единиц массового и объемного расходов (массы и объема) жидкости (воды) являются установками с наивысшей в своих странах точностью. Так, по данным, опубликованным на официальном сайте МБМВ<sup>1</sup>, расширенная неопреде-

ленность (total expanded uncertainty) национального эталона Германии составляет 0,040 %, Японии – от 0,039 до 0,081 %, Китая – 0,045 %.

В целях достижения столь высоких показателей точности принцип измерений в таких эталонах в абсолютном большинстве случаев основан на гравиметрическом методе взвешивания, т. е. на измерении массы жидкости, поступившей в весоизмерительную емкость за определенный интервал времени осреднения.

Напорное течение жидкости в трубопроводе эталонов может быть организовано за счет гидродинамического давления столба жидкости, которую подняли на пьезометрическую высоту (напорная башня) (рис. 1а) [1, 2],

<sup>1</sup> МБМВ (Международное бюро мер и весов, фр. Bureau International des Poids et Mesures, BIPM) хранит международные эталоны основных единиц; выполняет международные метрологические работы, связанные с разработкой и хранением международных эталонов, сличением национальных эталонов с международными и между собой; проводит исследования в области метрологии, направленные на увеличение точности измерений.

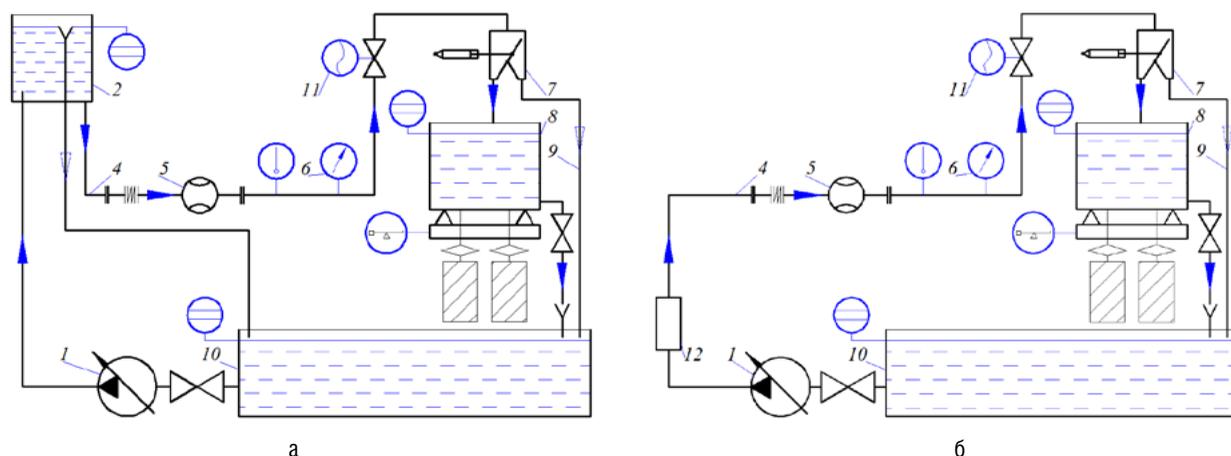


Рис. 1. Принципиальные схемы эталонов, классифицируемые по принципу создания вынужденного напорного течения жидкости: а – напорный бак; б – насосы: 1 – насосы; 2 – напорный бак; 3 – магистраль водослива; 4 – измерительная линия; 5 – поверяемое (калибруемое) СИ; 6 – измеритель температуры; 7 – переключатель потока; 8 – весоизмерительная емкость; 9 – переливная магистраль; 10 – бак-хранилище; 11 – управляющий клапан; 12 – демпфер

Fig.1. Schematic diagrams of standards classified according to the principle of creating a forced pressure flow of liquid: а – pressure tank; б – pumps: 1 – pumps; 2 – pressure tank; 3 – drainage line; 4 – measuring line; 5 – verifiable (calibrated) measuring instrument; 6 – temperature meter; 7 – flow switch; 8 – weighing capacity; 9 – overflow line; 10 – storage tank; 11 – control valve; 12 – damper

а также при реализации градиента давления (с использованием насосов) (рис. 1б). Данные методы создания напорного течения имеют свои преимущества и недостатки. Так, при использовании напорной башни получают стабильные во времени значения воспроизводимого расхода жидкости при относительно невысоких значениях абсолютного давления жидкости в напорном трубопроводе, величина которых зависит от высоты пьезометрического столба жидкости. При использовании насосов достигаются высокие значения абсолютного давления в напорном трубопроводе, превышающие 1 МПа, что отвечает требованиям, предъявляемым к современным высокоточным средствам измерений расхода и количества жидкости (СИ). Однако в случае использования насосов имеют место колебания значений абсолютного давления в напорном трубопроводе и, как следствие, – нестабильность во времени значения воспроизводимого расхода жидкости.

В основе работы эталона лежит принцип, в соответствии с которым напорное течение жидкости в трубопроводе осуществляется системой создания расхода 1 (насосами). Жидкость нагнетается насосами в напорный бак 2 (см. рис. 1а), расположенный на заданной высоте относительно уровня земли (на высоте не менее 15 метров). Конструкция напорного бака обеспечивает постоянный уровень воды при помощи водослива 3, через который излишек жидкости возвращается обратно в бак-хранилище 10. Тем самым поддерживается

постоянное гидродинамическое давление столба жидкости в напорном трубопроводе и измерительной линии эталона.

Основной поток проходит через измерительную линию 4, в которой устанавливается поверяемое (калибруемое) СИ 5, управляющий клапан 11, который обеспечивает их заполнение жидкостью, а также регулирует значение абсолютного давления. Далее поток жидкости, минуя весоизмерительную емкость 8, возвращается в бак-хранилище по магистрали 9. После стабилизации заданного значения расхода срабатывает переключатель потока 7 и жидкость поступает в весоизмерительную емкость 8. По истечении заданного временного интервала (или после набора определенной массы жидкости) происходит срабатывание устройства переключения потока 7, и поступление жидкости в весоизмерительную емкость 8 прекращается. После успокоения жидкости в весоизмерительной емкости 8 определяются значения интервала времени измерений  $\tau$  и массы жидкости.

Оценка метрологических характеристик поверяемого (калибруемого) СИ заключается в сличении массы жидкости, поступившей в весоизмерительную емкость за интервал времени измерений  $\tau$ , и массы жидкости, прошедшей через поверяемое (калибруемое) СИ за аналогичный интервал времени измерений  $\tau$ . В таком случае синхронизация интервала времени измерений  $\tau$  поступления жидкости в весоизмерительную емкость 8 и интервала времени измерений  $\tau$  массы жидкости,

прошедшей через поперечное сечение средства измерений, с достаточной точностью возможна при условии стабильности воспроизводимого расхода жидкости.

Стабильность расхода определяется его отклонением от среднего значения на установившемся режиме работы эталона.

Эталоны с постоянным значением гидродинамического давления столба жидкости (рис. 1а) позволяют обеспечить высокую стабильность расхода жидкости в измерительной линии. Однако в этой схеме величина давления в измерительной линии ограничена высотой расположения напорного бака над уровнем земли. Например, пьезометрический столб жидкости высотой 10 метров обеспечивает гидродинамическое давление, равное 0,1 МПа в напорном трубопроводе эталона. При этом необходимо учитывать потери давления в напорном трубопроводе, обусловленные номинальным перепадом давления в проточной части СИ. Таким образом, при поверке (калибровке) кориолисового расходомера потребуются увеличение пьезометрического столба жидкости до высоты не менее 20 метров. Реализация данного технического решения требует капитальных затрат на строительство высотного сооружения.

Альтернативой данного технического решения являются эталоны, спроектированные с использованием насосов 1, которые обеспечивают вынужденное напорное течение жидкости в напорном трубопроводе за счет создания градиента давления заданной величины [3] (рис. 1б), а величина абсолютного давления в напорном трубопроводе и измерительной линии 4 определяется расходно-напорными характеристиками насосов 1. Реализация данного технического решения предполагает колебания заданных значений давления и расхода жидкости, амплитуда и частота которых определяется, главным образом, конструкцией насосов и режимами их работы [4, 5]. Для центробежных насосов, чаще всего используемых в эталонах расхода жидкости, основной компонентой колебаний потока является лопаточная гармоника, частота которой равна произведению числа лопаток на число оборотов насоса. Для снижения амплитуды этих колебаний перед измерительной линией 4 иногда устанавливается специальный демпфер 12.

Наиболее распространено использование пассивных демпферов с эластичной разделительной диафрагмой (мембраной) [6–9]. Пассивный демпфер с эластичной диафрагмой применяется в составе эталонной установки 1 Государственного первичного специального эталона единиц массы и объема жидкости в потоке, массового и объемного расходов жидкости

ГЭТ 63–2019 (далее ГЭТ 63–2019) [10], представляет собой герметичный сосуд, который устанавливается в гидравлический тракт непосредственно после системы создания расхода (насосов). Варианты конструктивного исполнения демпферов представлены в работе [11]. Согласно исследованиям из [12], пассивный демпфер с эластичной диафрагмой эффективен лишь в определенном диапазоне частот, снижает уровень колебаний давления в диапазоне относительно низких частот, а также непригоден для применения в системах с высоким (порядка 1 МПа) абсолютным давлением жидкости [7].

Помимо пассивных демпферов с эластичной мембраной для устранения колебаний давления напорного потока жидкости в трубопроводах используют резонаторы Гельмгольца, расширительные камеры с тройниковым фильтром и пружинные компенсаторы колебаний с дополнительной массой [7]. Однако эти демпферы являются однорежимными, т. е. обеспечивают снижение амплитуды пульсаций на частоте колебаний, которая определяется геометрическими параметрами демпфера. Для расширения частотного диапазона работы таких демпферов существует ряд модификаций, которые позволяют несколько расширить диапазон частот, в которых происходит снижение амплитуды пульсаций, при этом усложняется конструкция и возрастает стоимость таких демпферов. Эффективность демпферов, выполненных по типу бокового ответвления трубопроводов, снижается при частотах пульсаций, превышающих 50–75 Гц [13], что характерно для работы центробежных насосов.

Обзор конструкций существующих демпфирующих устройств, применяемых в настоящее время в эталонах, показал, что они не решают в полной мере проблему снижения амплитуды пульсаций на частоте колебаний давления и расхода жидкости.

Поэтому при создании эталонной установки 3 ГЭТ 63–2019 был реализован новый подход к обеспечению стабильности давления и расхода жидкости в напорном трубопроводе эталона, который заключается в использовании активного демпфера. Конструкция активного демпфера представляет собой напорный бак с оригинальной геометрией проточной части. Напорный бак заполнен жидкостью с заданным значением уровня свободной поверхности, над которой создается воздушная подушка с автоматическим поддержанием в ней заданного значения абсолютного давления. При поддержании заданных значений абсолютного давления в воздушной подушке и уровня свободной поверхности жидкости в напорном баке обеспечивается низкий уровень

амплитуды пульсаций на частоте колебаний давления и расхода жидкости. Данное конструктивное решение активного демпфера позволило исключить необходимость размещения напорного бака на большую высоту над уровнем земли. При этом обеспечивается поддержание высоких значений (до 1,1 МПа) абсолютно го давления в напорном трубопроводе и измерительной линии эталона.

Цель работы – обоснование новаторского метода к обеспечению стабильности потока в напорном трубопроводе и измерительной линии эталонной установки 3 ГЭТ 63–2019, который заключается в активном демпфировании колебаний давления и расхода жидкости.

### Общее описание эталонной установки 3 ГЭТ 63–2019

Эталонная установка 3 ГЭТ 63–2019 предназначена для воспроизведения единиц массы и объема жидкости в потоке (при динамических измерениях), массового и объемного расходов жидкости в диапазоне расходов от 5 до 2000 т/ч ( $\text{м}^3/\text{ч}$ ). Значения абсолютного давления жидкости в напорном трубопроводе варьируются в диапазоне от 1,0 до 0,6 МПа при изменении диапазонов расходов жидкости от 5 до 500 т/ч ( $\text{м}^3/\text{ч}$ ) и от 500 до 2000 т/ч соответственно.

По принципу действия эталонная установка 3 представляет условно замкнутую схему (рис. 2), включающую в себя модули хранения, создания, стабилизации и регулирования расхода рабочей среды (воды), а также модули взвешивания.

Рабочая жидкость (вода) из бака-хранилища БХ при помощи насосов (каждый из которых оснащен частотным преобразователем) из модуля создания расхода поступает в напорный бак НБ модуля стабилизации (объемом  $9,2 \text{ м}^3$ , выполнен в форме горизонтального цилиндра с торцевыми полуэллиптическими боковинами). Над уровнем жидкости в напорном баке с помощью компрессора с ресивером и блока критических сопел создается воздушная подушка с заданным значением абсолютного давления (до 1,1 МПа).

Вода из модуля стабилизации поступает в измерительную линию, оснащенную самостопорящимся компенсатором длины КД, с поверяемым (калибруемым) СИ. В зависимости от заданного значения расхода поток воды поступает в одну или несколько очередей (групп). Первая очередь предназначена для измерений расхода и количества жидкости в диапазоне расходов от 5 до 50 т/ч ( $\text{м}^3/\text{ч}$ ); очереди со второй по пятую – от 50 до 500 т/ч ( $\text{м}^3/\text{ч}$ ). Каждая очередь оснащена модулем взвешивания воды, модулем регулирования

расхода воды МР1 – МР5 и устройством переключения потока ПП1 – ПП5.

Величина расхода жидкости в гидравлическом тракте регулируется изменением количества работающих насосов насосной станции и (или) изменением частоты вращения приводов насосов при помощи частотных преобразователей. Значение расхода имеет две степени регулировки: грубая и точная. Для грубой регулировки требуемого расхода подбирается необходимая комбинация радиусных сопел [14] в модулях регулирования. Каждое сопло снабжено автоматически управляемым клапаном, что позволяет обеспечивать включение в работу сопел требуемого количества и номенклатуры. При выборе комбинации сопел используются расчетные значения расхода через них при заданном уровне давления в воздушной подушке напорного бака. Погрешность такого расчета составляет порядка 1 %. Кроме того, само расчетное значение расхода не может точно соответствовать заданному значению из-за дискретности набора сопел. Если в области максимальных расходов имеющийся набор сопел позволяет подбирать расчетное значение расхода с отклонением от любого заданного значения не более 1 %, то в области малых расходов такое отклонение существенно больше, но не превышает 5 %. Такое возможное отклонение компенсируется точной регулировкой расхода за счет изменения уровня давления в воздушной подушке напорного бака модуля стабилизации, допускающего плавное регулирование.

Стоит отметить, что номенклатура включенных в работу (открытых) радиусных сопел не изменяется как при выходе системы на режим (в процессе грубой и точной регулировок), так и при работе на заданном режиме. В таком случае набор радиусных сопел представляет собой комбинированное сужающее устройство, по динамике изменения перепада давления на котором можно судить о динамике изменения расхода жидкости в измерительной линии.

Из модулей регулирования по каналам прямоугольного сечения жидкость поступает на переключатели потока ПП1 – ПП5 через лоток. Геометрия проточной части сопла переключателей потока ПП1 – ПП5 представляет собой открытый прямоугольный канал с низконапорным турбулентным течением воды, давление над которой соответствует атмосферному. Переключатели потока направляют рабочую жидкость либо на один или несколько баков весовых устройств ВУ1 – ВУ5 модулей взвешивания, либо в магистраль, по которой жидкость возвращается в бак-хранилище.

После выхода эталонной установки 3 ГЭТ 63–2019 на режим стабильность воспроизводимого расхода

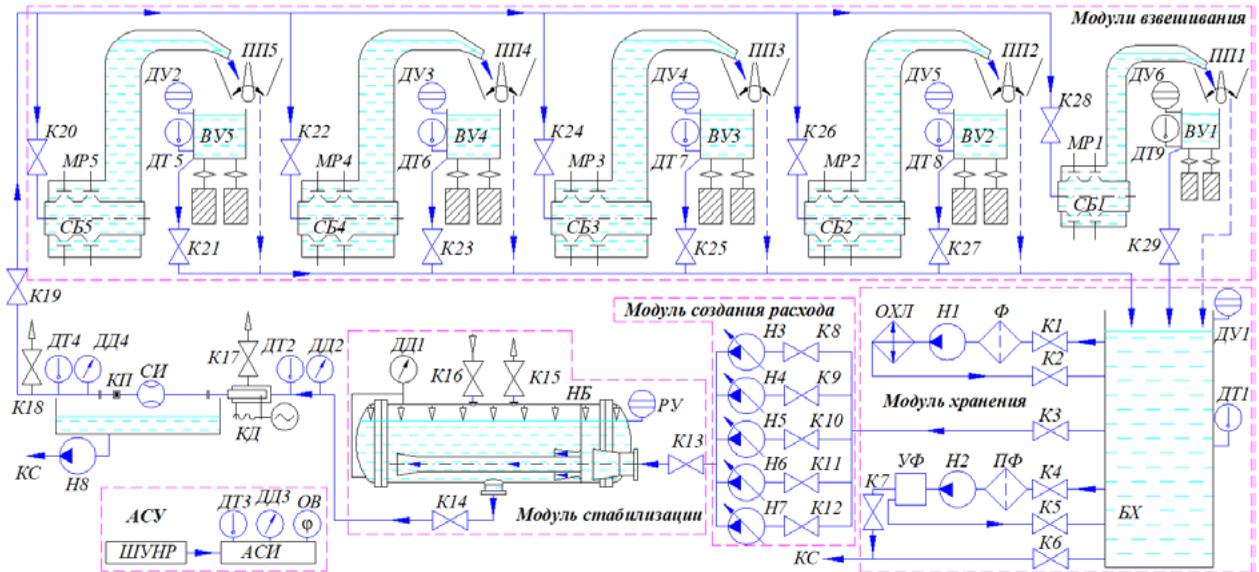


Рис. 2. Принципиальная схема эталонной установки 3 ГЭТ 63–2019: АСУ – автоматизированная система управления; АСИ – автоматизированная система измерений; БХ – бак-хранилище; ВУ – модуль взвешивания; ДД – измеритель давления; ДУ – измеритель уровня; ДТ – измеритель температуры; К – запорная арматура; КД – компенсатор длины; КП – компенсатор резиновый антивибрационный; КС – канализационный слив; МР – модуль регулирования расхода воды; Н – насос; НБ – напорный бак; ОВ – измеритель влажности; ОХЛ – холодильная установка; ПП – переключатель потока; ПФ – песочный фильтр; РУ – регулятор уровня; СБ – сопловой блок; СИ – тестируемое средство измерения; УФ – ультрафиолетовый стерилизатор; Ф – фильтр; ШУНР – распределительные шкафы управления насосами. Адаптировано из [11,16]

Fig. 2. Schematic diagram of the reference installation 3 GET 63–2019: АСУ – automated control system; АСИ – automated measurement system; БХ – storage tank; ВУ – weighing module; ДД – pressure meter; ДУ – level meter; ДТ – temperature meter; К – shut-off valves; КД – length compensator; КП – rubber anti-vibration compensator; КС – sewer drain; МР – water flow control module; Н – pump; НБ – pressure tank; ОВ – humidity meter; ОХЛ – refrigeration unit; ПП – flow switch; ПФ – sand filter; РУ – level controller; СБ – nozzle block; СИ – measuring instrument being tested; УФ – ultraviolet sterilizer; Ф – filter; ШУНР – pump control cabinets. Adapted from [11,16]

обеспечивается поддержанием постоянной величины абсолютного давления воздуха в воздушной подушке напорного бака модуля стабилизации и уровня жидкости в нем.

Постоянство уровня жидкости в напорном баке модуля стабилизации поддерживается автоматическим регулированием частоты вращения привода насосов Н3 – Н7 (рис. 2) модуля создания расхода на основе информации об измеренном значении текущего давления и скорости изменения уровня жидкости в напорном баке НБ (рис. 2). В качестве датчика уровня в эталоне используется датчик перепада давления  $\Delta p$ , который в условиях стабильной плотности воды в узком диапазоне температур рабочей жидкости с достаточной точностью отражает уровень жидкости в баке.

Процесс поддержания постоянного значения давления воздушной подушки в напорном баке осуществляется при его поступлении и стравливании через дискретный набор критических сопел, входящих в состав системы сброса К15 и наддува К16 (рис. 2).

Температура рабочей жидкости (воды) поддерживается в пределах  $20 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$  во всем диапазоне воспроизводимых расходов. Регулирование температуры рабочей жидкости обеспечивается автономной системой температурной стабилизации, состоящей из фреоновой чиллера и сухой градирни. Контроль температуры рабочей жидкости ведется непосредственно в измерительной линии и баках модулей взвешивания.

Автоматизированная система управления АСУ предназначена для сбора и обработки измерительной информации, поступающей от весовых устройств, модуля регулирования расхода воды, поверяемых (калибруемых) средств измерений, переключателей потока, преобразователей температуры и давления воды, формирования протоколов исследования, поверки и калибровки на электронных и бумажных носителях, а также для контроля параметров окружающей среды – температуры и относительной влажности воздуха, атмосферного давления.

### Стабилизация значений давления в воздушной подушке и уровня жидкости в модуле стабилизации

Конструкция эталонной установки позволяет осуществлять контроль стабильности воспроизводимого расхода – контроль перепада давления на радиусных соплах модуля регулирования. Номенклатура открытых на определенном расходе сопел остается неизменной за все время воспроизведения расхода жидкости на данном режиме расхода жидкости, а точная регулировка расхода жидкости обеспечивается плавным изменением давления жидкости на входе радиусных сопел за счет изменения давления воздушной подушки в напорном баке модуля стабилизации. При этом давление жидкости на выходе радиусных сопел определяется постоянным уровнем гидродинамического давления столба жидкости и фактически является неизменной величиной.

В этих условиях изменение перепада давления на участке от модуля стабилизации до выходных сечений сопел полностью определяются колебаниями полного давления жидкости во входном сечении измерительной линии, которое представляет собой сумму абсолютного давления воздуха в воздушной подушке напорного бака и гидродинамического давления столба жидкости.

Используемые в модуле стабилизации критические сопла позволяют обеспечить постоянную величину пропускаемого объемного расхода воздуха при перепаде давления на соплах выше критического значения. Сопла с малым проходным сечением выполнены со ступенчатой расширяющейся частью. Каждое из сопел закрывается или открывается клапаном. Автоматическое управление клапанами осуществляется на основе информации о значении абсолютного давления воздуха в воздушной подушке напорного бака. Процесс стабилизации давления в воздушной подушке напорного бака является малоинерционным. Время запаздывания реакции на отклонение давления от заданного уровня складывается из постоянного времени измерения давления (не более 0,01 с), времени срабатывания клапанов управления (не более 0,02 с) и времени распространения возмущения от нагнетания/стравливания воздуха по объему подушки (не более 0,02 с).

Изменение расхода жидкости, как и его уровень в напорном баке модуля стабилизации обеспечивается регулированием частоты вращения привода центробежных насосов при помощи частотных преобразователей.

В качестве параметра стабилизации давления рассматривается отклонение текущего абсолютного давления в воздушной подушке напорного бака

от заданного значения. Ввиду того, что в процессе регулирования через критические сопла поступают незначительные (по сравнению с объемом воздуха в воздушной подушке) порции воздуха, а температура воды на определенном режиме работы поддерживается системой температурной стабилизации на постоянном уровне  $T = const$ , термодинамические процессы в воздушной подушке можно считать равновесными. Тогда массу газа в воздушной подушке напорного бака в каждый момент времени можно определить по формуле

$$m = \frac{P \cdot V}{R \cdot T}, \quad (1)$$

где  $m$ ,  $V$  и  $T$  – масса, объем и температура воздуха в воздушной подушке бака соответственно;  $R$  – удельная газовая постоянная воздуха.

Из баланса массы воздуха с учетом изменения объема воздушной подушки при изменении уровня жидкости в напорном баке можно записать дифференциальное уравнение для давления воздуха в подушке:

$$\frac{dP_i}{d\tau} = \frac{R \cdot T}{V_0 - F_0 \cdot (h - h_0)} \cdot q_{ma} - \frac{P}{V_0 - F_0 \cdot (h - h_0)} \cdot F_0 \frac{dh}{d\tau}, \quad (2)$$

где  $q_{ma}$  – массовый расход воздуха, поступающего в воздушную подушку напорного бака или удаляемого из нее;  $V_0$  – номинальный объем воздушной подушки;  $h_0$  и  $h$  – номинальный и действительный уровень жидкости в напорном баке соответственно;  $F_0$  – номинальная площадь раздела фаз (зеркала воды) в баке.

Так как площадь раздела фаз мало изменяется в окрестности номинального уровня жидкости в напорном баке,  $F_0 = const$ .

Перепад давления на критических соплах, используемых для дозированной подачи и удаления сжатого воздуха в воздушную подушку напорного бака, всегда достаточен для критического режима истечения. Поэтому массовый расход воздуха  $q_{ma} = q_{ma1}$ , поступающего в напорный бак, и массовый расход воздуха  $q_{ma} = q_{ma2}$ , удаляемого из воздушной подушки напорного бака, определяется по методике [16].

Входящий в (2) уровень жидкости в напорном баке  $h$  определяется на основе баланса объемного расхода жидкости, поступающей в модуль стабилизации  $q_{vx}$ , и объемного расхода жидкости из модуля стабилизации в измерительную линию  $q_{vc}$ :

$$\frac{dh}{d\tau} = \frac{q_{vx} - q_{vc}}{F}, \quad (3)$$

где  $F$  – текущее значение площади свободной поверхности жидкости в напорном баке.

Значения расхода  $q_{vx}$ , которое обеспечивает центробежный насос при изменении частоты вращения вала привода, и напора  $H_x$ , создаваемого насосом при этом значении расхода, определяется при помощи уравнений подобия [17]:

$$q_{vx}/q_{vn} = n_x/n_n, \quad (4)$$

$$H_x/H_n = (n_x/n_n)^2. \quad (5)$$

Здесь  $q_{vn}$  – значение объемного расхода, соответствующее напору  $H_n$ ;  $q_{vx}$  – текущее значение объемного расхода;  $H_x$  – текущий напор, создаваемый насосом;  $n_n$  – частота вращения вала привода насоса, соответствующая расходу  $q_{vn}$  при напоре  $H_n$ ;  $n_x$  – текущая частота вращения вала привода насоса.

Величины  $q_{vn}$  и  $n_n$  определяются расходно-напорными характеристиками соответствующих насосов из состава модуля создания расхода.

Таким образом, система двух дифференциальных уравнений (2) и (3) описывает связь регулируемых параметров ( $P$  и  $h$ ) с параметрами установки. Поэтому стабилизация давления воздушной подушки и уровня жидкости в напорном баке модуля стабилизации фактически обеспечивается контролем нагнетания/сравливания воздуха и регулированием частоты вращения приводов насосов.

При автоматическом управлении установкой эти уравнения используются для оценки скорости изменения давления в воздушной подушке на нагнетание/сравливание сжатого воздуха, а также для построения алгоритмов управления насосами и блоком переключения критических сопел, включая алгоритм определения необходимого текущего количества эквивалентных критических сопел на выпуск или выпуск воздуха.

### Результаты экспериментальных исследований

При создании эталонной установки, которое проводилось в рамках совершенствования ГЭТ 63–2019, были выполнены экспериментальные исследования предложенной системы стабилизации, и они показали ее высокую эффективность.

Изменения мгновенных значений абсолютного давления  $P$  в воздушной подушке и уровня жидкости  $h$  в напорном баке модуля стабилизации при заданных

значениях абсолютного давления  $P_0 = 1,1$  МПа и уровня жидкости  $h_0 = 0,816$  м представлены на рис. 3а и рис. 3б соответственно.

$$h_0 = \Delta p_0 / (\rho \cdot g), \quad (6)$$

где  $\Delta p_0$  – давление столба жидкости в баке, соответствующее  $h_0$ ;  $\rho$  – плотность жидкости;  $g$  – ускорение свободного падения.

При проведении исследований применялись: преобразователь давления измерительный РАА-33Х<sup>2</sup> с верхним пределом измерений 16 бар и пределами допустимой основной приведенной погрешности  $\pm 0,05\%$  от ВПИ; датчик давления Метран – 150 CD<sup>3</sup> с верхним пределом измерений 10 кПа и пределами допустимой основной приведенной погрешности  $\pm 0,075\%$  от ВПИ.

Средние величины абсолютного давления и уровня жидкости в напорном баке соответствуют заданным значениям (рис. 3): колебания давления в воздушной подушке напорного бака носят относительно высокочастотный характер и хорошо отрабатываются системой стабилизации.

Стабильность напора на входе в измерительную линию характеризуются стандартными отклонениями абсолютного давления в воздушной подушке и уровня жидкости в баке от заданных значений  $P_0$  и  $h_0$  соответственно. Представленным на рис. 3 данным соответствуют отклонения мгновенных величин абсолютного давления  $\Delta P$  в воздушной подушке напорного бака  $\sigma_{\Delta P} = 0,259$  кПа и отклонения давления столба жидкости  $\rho g \Delta h$  в баке  $\sigma_{\Delta h} = 0,00218$  кПа от заданных значений соответствующего параметра. Здесь  $\Delta h = h - h_0$ . Отклонения нормируются по перепаду давления, которым определяется расход жидкости через измерительную линию. Поскольку номинальные уровни жидкости в напорном баке модуля стабилизации и выходного сечения переключателя потока в конструкции эталона практически совпадают, расход жидкости при заданной номенклатуре включенных в работу радиусных сопел модуля регулирования определяется разностью полного давления воды в измерительной линии  $P^*$  эталона и атмосферного (барометрического) давления  $P_b$ . Полное давление  $P^*$  представляет собой сумму абсолютного давления в воздушной подушке напорного бака и гидростатического давления отклонения столба жидкости в напорном баке от номинального уровня. Поэтому закономерно отклонения мгновенных величин давления в воздушной подушке напорного бака

<sup>2</sup> Регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 49250–16.

<sup>3</sup> Регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 32854–13.

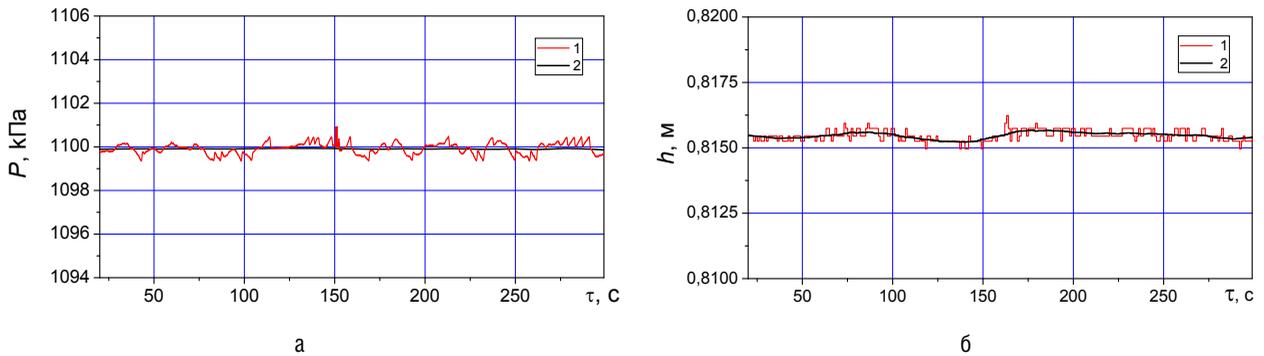


Рис. 3. Осциллограммы: а – изменение абсолютного давления в воздушной подушке; б – уровень жидкости в напорном баке модуля стабилизации: 1 – мгновенные значения; 2 – усредненные на скользящем интервале времени измерений 5–7 секунд  
 Fig. 3. Oscillograms: а – change in absolute pressure in the air cushion; б – liquid level in the pressure tank of the stabilization module: 1 – instantaneous values; 2 – averaged over a sliding measurement time interval of 5–7 seconds

$\Delta P$  и давления столба жидкости в нем  $\rho g \Delta h$  от заданных (стабилизируемых) значений нормировать по разности  $P^* - P_b$ .

Стоит отметить, что при проведении передачи единиц величин от ГЭТ 63–2019 вторичным, рабочим эталонам и средствам измерений практическое значение имеет величина среднего значения расхода, воспроизводимого эталонной установкой.

В качестве характерного времени усреднения был задан временной интервал  $\Delta \tau = 57$  с (время заполнения бака модуля взвешивания на максимальном расходе).

Давление в воздушной подушке напорного бака  $\delta_{\Delta P} = \Delta P / (P^* - P_b)$  и давление столба жидкости в напорном баке  $\delta_{\Delta h} = \rho g \Delta h / (P^* - P_b)$  приведены в зависимости от интервала времени усреднения  $\Delta \tau$  при номинальном значении абсолютного давления в воздушной подушке  $P = 1,1$  МПа (см. рис. 4).

Осциллограммы давления в воздушной подушке напорного бака и уровня воды в нем, усредненных на интервале  $\Delta \tau = 57$  с, показаны на рис. 3а и 3б соответственно (кривые 2).

Используя значения относительных отклонений величины давления в воздушной подушке напорного бака  $\delta_{\Delta P}$  и давления столба жидкости в баке  $\delta_{\Delta h}$ , можно оценить относительное отклонение расхода  $\delta q_v$  от его среднего значения.

Для оценки можно принять, что величина расхода пропорциональна корню квадратному из перепада давления, поскольку падение давления в основном сосредоточено на радиусных соплах расходного блока эталонной установки, для которого это соотношение выполняется достаточно строго, а роль поверяемого средства измерения с предвключенным и поствключенным участками в общем гидравлическом

сопротивлении сравнительно мала. Тогда относительное отклонение среднего расхода жидкости от заданного значения может быть оценена при помощи выражения:

$$\delta q_{vx} = \left[ 0,25 \cdot (\delta_{\Delta P}^2 + \delta_{\Delta h}^2) \right]^{1/2}. \quad (7)$$

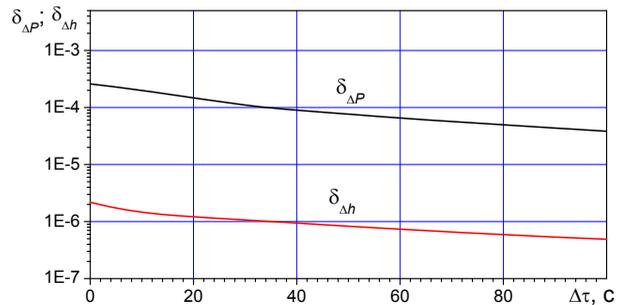


Рис. 4. Зависимость относительного отклонения средней величины давления в воздушной подушке напорного бака и давления столба жидкости в напорном баке от интервала усреднения

Fig.4. Dependence of the relative deviation of the average pressure in the air cushion of the pressure tank and the pressure of the liquid column in the pressure tank on the averaging interval

Оценки показали, что на установившемся режиме работы эталона относительное отклонение мгновенного расхода составляет  $\delta q_v = 0,013\%$ , а отклонение расхода при его усреднении на интервале  $\Delta \tau = 57$  с не превышает  $0,00336\%$  от его среднего значения.

Пользуясь представленными на рис. 4 зависимостями, можно оценить отклонение  $\delta q_v$  от заданного значения при любом характерном для данного режима поверки (калибровки) интервале времени осреднения  $\Delta \tau$ .

## Заключение

Приведенные расчеты убедительно доказывают преимущества метода активного демпфирования колебаний давления и расхода жидкости, впервые реализованного при создании эталонной установки 3 ГЭТ 63–2019. Высокая эффективность новаторского метода стабилизации абсолютного давления и расхода жидкости в напорном трубопроводе и измерительной линии эталонной установки 3 ГЭТ 63–2019 подтверждена экспериментально.

Конструктивными особенностями данного метода является то, что в водяной тракт установки включен напорный бак с оригинальной геометрией проточной части. Напорный бак заполнен жидкостью с заданным значением уровня свободной поверхности, над которой создается воздушная подушка с автоматическим поддержанием в ней заданного значения абсолютного давления. При выполнении данных условий обеспечивается низкий уровень амплитуды пульсаций на частоте колебаний давления и расхода жидкости.

Данное конструктивное решение активного демпфера позволяет исключить необходимость размещения

напорного бака на большую высоту над уровнем земли. При этом обеспечивается поддержание высоких значений (до 1,1 МПа) абсолютного давления в напорном трубопроводе и измерительной линии эталона.

Инженерное решение, лежащее в основе метода, еще предстоит оценить в научных кругах. В перспективе возможно изучить возможность расширения сферы применения данного метода.

**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 governmental, for-profit, or non-profit organizations.

**Конфликт интересов:** Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов, связанных с содержанием настоящей статьи.

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

## СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Engel R. Modeling the uncertainty in liquid flowmeter calibration and application – Requirements and their technical realization for PTB's national water flow standard // Proceedings 13th International Conference SENSOR, Nürnberg, Germany, 22–24 May 2007 / Nürnberg, Germany: PTB, 2007. Vol.2. P. B8.6.
2. Engel R., Baade H. J. Model-based flow diverter analysis for an improved uncertainty determination in liquid flow calibration facilities // Measurement Science and Technology. 2010. Vol. 21, № 2. P. 025401. <https://doi.org/10.1088/0957-0233/21/2/025401>
3. Pöschel W., Engel R. The concept of a new primary standard for liquid flow measurement at PTB Braunschweig // Proceedings 9<sup>th</sup> International Conference on Flow Measurement FLOMEKO '98, Lund, Sweden, 15–17 June 1998. P. 7–12.
4. Guelich J. F., Bolleter U. Pressure pulsations in centrifugal pumps // Journal of Vibration and Acoustics. 1992. Vol. 114, № 2. P. 272–279. <https://doi.org/10.1115/1.2930257>
5. Dai C., Kong F., Dong L. Pressure fluctuation and its influencing factors in circulating water pump // Journal of Central South University. 2013. Vol. 20, № 1. P. 149–155. <https://doi.org/10.1007/s11771-013-1470-6>
6. Гидравлика, гидромашины и гидроприводы: учебник для вузов / Т. М. Башта [и др.]. М.: Машиностроение, 1982. 423 с.
7. Singh P. J., Chaplis W. K. Experimental evaluation of bladder type pulsation dampeners for reciprocating pumps // Proceedings 7<sup>th</sup> International Pump Users Symposium, Texas A&M University, 1990. P. 39–47.
8. Development of optimal diaphragm-based pulsation damper structure for high-pressure GDI pump systems through design of experiments / J. Kim [et al.] // Mechatronics. 2013. Vol. 23, № 3. P. 369–380. <https://doi.org/10.1016/j.mechatronics.2013.02.001>
9. Wachel J. C., Price S. M. Understanding how pulsation accumulators work // Proceedings of the ASME 11<sup>th</sup> Annual Energy-Sources Technology Conference. 1988. P. 23–31.
10. Vetter G., Seidl B. Pressure pulsation dampening methods for reciprocating pumps // Proceedings of the 10<sup>th</sup> International Pump Users Symposium, Houston, Texas. 1993. Vol. 19. P. 25–39.
11. Тухватуллин А. Р., Щелчков А. В., Фафурин В. А. Государственный первичный специальный эталон единиц массы и объема жидкости в потоке, массового и объемного расходов жидкости ГЭТ 63–2019 // Измерительная техника. 2021. № 2. С. 3–8. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-2-3-8>
12. Miller J. E. Liquid dynamics of reciprocating pumps. Part 2. Pulsation-control devices and techniques // Oil & Gas Journal. 1983. Vol. 81, № 18.
13. Mc-Entee L. B. J. Oscillating diaphragms // Proceedings of the international conference on modeling and simulation of microsystems. 1999. Vol. 2. P. 597–600.
14. Sewall J. L., Wineman D. A., Herr R. W. An investigation of hydraulic-line resonance and its attenuation // NASA TM X-2787. 1973. P. 80.
15. Радиусные сопла для бескавитационного истечения воды при высоких перепадах давления / Д. В. Кратиров [и др.] // Измерительная техника. 2017. № 9. С. 37–39.

16. Тухватуллин, А. Р. Государственный первичный специальный эталон единиц массы и объема жидкости в потоке, массового и объемного расходов жидкости ГЭТ 63–2019 // XXV Туполевские чтения (школа молодых ученых) : Международная молодежная научная конференция, посвященная 60-летию со дня осуществления Первого полета человека в космическое пространство и 90-летию Казанского национального исследовательского технического университета им. А. Н. Туполева-КАИ, Казань, 10–11 ноября 2021 года. Том IV. Казань: Изд-во ИП Сагиева А. Р., 2021. С. 211–217.

#### REFERENCE:

- Engel R. Modeling the uncertainty in liquid flowmeter calibration and application – Requirements and their technical realization for PTB's national water flow standard. In: *Proceedings 13<sup>th</sup> International Conference SENSOR*, 22–24 May 2007, Nürnberg, Germany. Nürnberg, Germany: PTB; 2007. Vol.2. P. B8.6.
- Engel R., Baade H. J. Model-based flow diverter analysis for an improved uncertainty determination in liquid flow calibration facilities. *Measurement Science and Technology*. 2010;21(2):025401. <https://doi.org/10.1088/0957-0233/21/2/025401>
- Pöschel W., Engel R. The concept of a new primary standard for liquid flow measurement at PTB Braunschweig. In: *Proceedings 9<sup>th</sup> International Conference on Flow Measurement FLOMEKO '98*, 15–17 June 1998, Lund, Sweden. Lund, Sweden: 1998, P. 7–12.
- Guelich J. F., Bolleter U. Pressure pulsations in centrifugal pumps. *Journal of Vibration and Acoustics*. 1992;114(2):272–279. <https://doi.org/10.1115/1.2930257>
- Dai C., Kong F., Dong L. Pressure fluctuation and its influencing factors in circulating water pump. *Journal of Central South University*. 2013;20(1):149–155. <https://doi.org/10.1007/s11771-013-1470-6>
- Bashta M., Rudnev S. S., Nekrasov B. B. *Hydraulics, hydraulic machines and hydraulic drives*. Moscow: Mashinostroenie; 1982. 423 p. (In Russ.).
- Singh P. J., Chaplis W. K. Experimental evaluation of bladder type pulsation dampeners for reciprocating pumps. In: *Proceedings 7<sup>th</sup> International Pump Users Symposium*, Texas A&M University, 1990. P. 39–47.
- Kim J., Yoon G. H., Noh J., Lee J., Kim K., Park H. et al. Development of optimal diaphragm-based pulsation damper structure for high-pressure GDI pump systems through design of experiments. *Mechatronics*. 2013;23(3):369–380. <https://doi.org/10.1016/j.mechatronics.2013.02.001>
- Wachel J. C., Price S. M. Understanding how pulsation accumulators work. In: *Proceedings of the ASME 11<sup>th</sup> Annual Energy-Sources Technology Conference*. 1988; 23–31.
- Vetter G., Seidl B. Pressure pulsation dampening methods for reciprocating pumps. In: *Proceedings of the 10<sup>th</sup> International Pump Users Symposium*, Houston, Texas. 1993. Vol. 19. P. 25–39.
- Tukhvatullin A. R., Shchelchkov A. V., Fafurin V. A. State primary special standard of units of mass and volume of liquid in a stream, mass and volumetric flow rates of liquid GET 63–2019. *Izmeritel'naya Tekhnika*. 2021;(2):3–8. (In Russ.). <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-2-3-01>
- Miller J. E. Liquid dynamics of reciprocating pumps. Part 2. Pulsation-control devices and techniques. *Oil & Gas Journal*. 1983;81(18).
- Mc-Entee L. B. J. Oscillating diaphragms. In: *Proceedings of the international conference on modeling and simulation of microsystems*. 1999. Vol. 2. P. 597–600.
- Sewall J. L., Wineman D. A., Herr R. W. An investigation of hydraulic-line resonance and its attenuation. NASA TM X-2787. 1973. P. 80.
- Kratirov D. V., Mikheev N. I., Molochnikov V. M., Saushin I. I., Tukhvatullin A. R., Fafurin V. A. Radial nozzles for non-cavitating flow of water at high pressure drops. *Measurement Techniques*. 2017;60(9):912–915. (In Russ.).
- Tukhvatullin A. R. State primary special standard of units of mass and volume of liquid in a stream, mass and volumetric flow rates of liquid. In: *International youth scientific conference dedicated to the 60<sup>th</sup> anniversary of the first human flight into outer space and the 90<sup>th</sup> anniversary of the Kazan National Research Technical University*, 10–11 November 2021. Kazan: Vol. IV. Kazan: Sagieva A. R.; 2021. Vol. IV. P. 211–217. (In Russ.).

#### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

ISO 9300:2022 Measurement of gas flow by means of critical flow nozzles // ISO [website]. URL: <https://www.iso.org/standard/77401.html> (Accessed: 04.04.2023).

ГЭТ 63–2019 Государственный первичный специальный эталон единиц массы и объема жидкости в потоке, массового и объемного расходов жидкости / Институт-хранитель ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2019. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/1365156> (дата обращения: 04.04.2023).

#### ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРЕ

**Тухватуллин Альберт Рашидович** – старший научный сотрудник отдела метрологического обеспечения средств и систем измерений расхода и количества жидкости ВНИИР – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

Россия, 420088, Республика Татарстан, г. Казань,

ул. 2-я Азинская, д. 7а

e-mail: [vniir-etalon@bk.ru](mailto:vniir-etalon@bk.ru)

<https://orcid.org/0000-0001-7250-3246>

#### INFORMATION ABOUT THE AUTHOR

**Al'bert R. Tukhvatullin** – Senior Researcher of the Department of Metrological Support of Means and Systems for Measuring Flow and Quantity of Liquid, VNIIR – Affiliated Branch of D. I. Mendeleev Institute for Metrology

7 a, st. 2nd Azinskaya, Kazan, 420088, Russia

e-mail: [vniir-etalon@bk.ru](mailto:vniir-etalon@bk.ru)

<https://orcid.org/0000-0001-7250-3246>

## СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Научная статья  
УДК 006.82:543.08:543.51  
<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-83-94>



# Стандартный образец состава фталатов в полимерной матрице на основе поливинилхлорида

А. Г. Будко  

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

**Аннотация:** Целью настоящего исследования стала разработка нового сертифицированного стандартного образца состава массовой доли фталатов в полимерной матрице (далее – ССО) на основе поливинилхлорида для валидации и/или верификации методик измерений, таких как ГОСТ Р ИСО 8124-6-2021, ГОСТ Р ИСО 14389-2016, ГОСТ Р ИСО 16181-2015 и др.

В ходе исследования апробирована и успешно реализована методика подготовки исходного материала ССО, проведен критический анализ методов измерений содержания ди(н-бутил)фталата и ди(2-этилгексил)фталата. В качестве основного метода количественного определения аттестованного значения измеряемой величины массовой доли ди(н-бутил)фталата и ди(2-этилгексил)фталата выбран метод газовой хроматографии/масс-спектрометрии с изотопным разбавлением. В соответствии с РМГ 93-2015, ГОСТ 8.315-2019 и ГОСТ ISO Guide 35-2015 оценена стандартная неопределенность аттестованного значения ССО от метода характеристики, от неоднородности и от нестабильности материала. Рассчитана расширенная неопределенность аттестованного значения.

В результате работ утвержден новый тип ССО состава массовой доли фталатов в полимерной матрице на основе поливинилхлорида. Аттестованные значения ССО обеспечены метрологической прослеживаемостью к ГЭТ 208 в соответствии с метрологической соподчиненностью по поверочной схеме через ГСО 11366-2019.

ССО состава массовой доли фталатов в поливинилхлориде обладают следующими нормированными метрологическими характеристиками: массовая доля ди(н-бутил)фталата – 0,046 мг/г и ди(2-этилгексил)фталата – 45,8 мг/г; относительная расширенная неопределенность при  $k = 2$ ,  $P = 0,95$  равна 10 %. ССО хранится в запаянных флаконах в сухом, защищенном от света месте при температуре от 2 °С до 8 °С; срок годности ССО составляет 3 года.

Разработанный ССО может применяться при решении любых измерительных задач и выполнении различных видов метрологических работ, в т. ч. – метрологического назначения в области полимерной и резинотехнической промышленности, пищевой промышленности, охране окружающей среды и научных исследованиях.

**Ключевые слова:** матричный стандартный образец, фталаты, аттестованная характеристика, неопределенность, метрологическая прослеживаемость, однородность, стабильность, метрологическое обеспечение

**Ссылка при цитировании:** Будко А. Г. Стандартный образец состава фталатов в полимерной матрице на основе поливинилхлорида // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 5. С. 83–94. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-83-94>

Статья поступила в редакцию 23.10.2023; одобрена после рецензирования 01.11.2023; принята к публикации 25.12.2023.

## REFERENCE MATERIALS

Research Article

# Certified Reference Material for the Composition of Phthalates in a Polymer Matrix Based on Polyvinyl Chloride

Alexandra G. Budko  

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

 a.g.budko@vniim.ru

**Abstract:** The purpose of the study was to develop a new CRM for the composition of the mass fraction of phthalates in a polymer matrix based on polyvinyl chloride for validation and/or verification of measurement methods such as GOST R ISO 8124-6-2021, GOST R ISO 14389–2016, GOST R ISO 16181–2015 etc.

In the study, a method for preparing the starting material of the CRM was tested and successfully implemented, and a critical analysis of methods for measuring the content of di(n-butyl)phthalate and di(2-ethylhexyl)phthalate was carried out. The gas chromatography/isotope dilution mass spectrometry method was chosen as the main method for a quantitative determination of the certified value of the measured value of the mass fraction of di(n-butyl)phthalate and di(2-ethylhexyl)phthalate. In accordance with RMG 93–2015, GOST 8.315–2019, and GOST ISO Guide 35–2015, the standard uncertainty of the certified CRM value from the characterization method, from heterogeneity and instability of the material was assessed. The expanded uncertainty of the certified value was calculated.

As a result of the work, a new CRM for the composition of the mass fraction of phthalates in a polymer matrix based on polyvinyl chloride was approved. Certified CRM values are metrologically traceable to GET 208 in accordance with metrological hierarchy according to the verification schedule through GSO 11366–2019.

A CRM composition for the mass fraction of phthalates in polyvinyl chloride has the following standardized metrological characteristics: mass fraction of di(n-butyl)phthalate – 0.046 mg/g and di(2-ethylhexyl)phthalate – 45.8 mg/g; the relative expanded uncertainty at  $k = 2$ ,  $P = 0.95$  is 10 %. The CRM is stored in sealed bottles in a dry place, protected from light, at a temperature from 2 °C to 8 °C. The shelf life of the CRM is 3 years.

The developed CRM can be used in solving any measurement problems and performing various types of metrological work, including metrological purposes in the field of polymer and rubber industries, food industry, environmental protection, and scientific research.

**Keywords:** certified reference material, phthalates, certified value, uncertainty, metrological traceability, homogeneity, stability, metrological support

**For citation:** Budko A. G. Certified reference material for the composition of phthalates in a polymer matrix based on polyvinyl chloride. *Measurement Standards. Reference Materials.* 2023;19(5):83–94. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-83-94>

The article was submitted 23.10.2023; approved after reviewing 01.11.2023; accepted for publication 25.12.2023.

**Используемые сокращения:** CRM – Certified Reference Material (Сертифицированный референтный материал);  $df$  – число групп (ANOVA);  $F$  – отношение оценки дисперсии между группами к оценке дисперсии внутри групп;  $MS$  – квадрат среднего (ANOVA); NIM – The National Institute of Metrology, China (Национальный метрологический институт Китайской Народной Республики); NMIJ – National Metrology Institute of Japan (Национальный метрологический институт Японии);  $P$ -значение – вероятность получения для данной вероятностной модели распределения значений случайной величины такое же или более экстремальное значение статистики по сравнению с ранее наблюдаемым; SPEX – SPEX CertiPrep, США;  $SS$  – сумма квадратов (ANOVA); ГСО – стандартные образцы утвержденного типа; ГХ–МС – газовая хроматография/масс-спектрометрия; ДБФ–ди(н-бутил)фталат; ДЭГФ – ди(2-этилгексил)фталат; МР – методические рекомендации; МУК – методические указания; НМИ – национальные метрологические институты; ПВХ – поливинилхлорид; СО – стандартный образец; ССО – сертифицированный стандартный образец.

## Введение

Полимерные материалы находят широкое применение в химической и пищевой промышленности, в автомобилестроении, медицине и фармакопее [1–4]. С середины прошлого века для улучшения свойств различных полимерных материалов в них добавляют специальные добавки различного функционального назначения – пластификаторы, наполнители, смазки, термостабилизаторы, антипирены, антиоксиданты, красители и др. [5–11]. Пластификаторы вводятся для регулирования физико-механических и эксплуатационных свойств изделий. [9, 12, 13].

Полимерные материалы из поливинилхлорида имеют целый ряд преимуществ, главные из которых – легкость в образовании пленки, превосходные механические свойства, оптическая прозрачность. Благодаря своей технологичности ПВХ-материалы высоко совместимы с добавками. Обладая достаточной жесткостью, они устойчивы к атмосферным воздействиям, ультрафиолетовому излучению. Наибольшее распространение в качестве пластификаторов в изделиях из ПВХ нашли сложные эфиры ортофталевой кислоты – фталаты. Фталатные пластификаторы, по данным на 2015 год, занимали более 80 % мирового рынка, при этом свыше 90 % фталатов использовалось для производства ПВХ. Чаще всего использовался бис(2-этилексил)фталат, занимая 37 % мирового рынка пластификаторов [14, 15]. Поскольку фталаты не образуют прочных связей с полимером, они легко могут выделяться из готовых изделий в окружающую среду. Воздействие фталатов на окружающую среду и здоровье человека не до конца изучено, однако считается, что данные соединения могут вызывать ряд серьезных заболеваний, в том числе – онкологических, а также бесплодие, болезни эндокринной системы и др. [2, 3, 16–24]. Приведенные выше данные красноречиво свидетельствуют о том, что разработка быстрых, чувствительных и точных методов идентификации и количественного определения содержания фталатов в продуктах народного потребления остро необходима для обеспечения безопасности потребителей и получения представления о реальном риске воздействия на человека.

В РФ сложилась практика определения содержания фталатов в материалах различного состава, основанная на их измерении в водных или имитирующих модельную среду вытяжках из этих материалов по МР 01.025–07 и ГОСТ 33451–2015. В приведенных методиках количественное определение фталатов проводится методом внешнего стандарта на газовых хроматографах с пламенно-ионизационным или электронозахватным

детектором. Однако набирает силу тенденция применять для количественного определения веществ метод масс-спектрометрии с изотопным разбавлением, который признан первичным методом [25–28], что позволяет гарантировать наилучшие характеристики с точки зрения точности измерений.

В последнее время методики измерений, такие как ГОСТ Р ИСО 14389–2016, ГОСТ Р ИСО 16181–2015, ГОСТ Р ИСО 8124-6-2021, предлагают определять содержание фталатов непосредственно в объеме материала, исключая стадию моделирования. Перечисленные методики измерений, как правило, включают применение СО утвержденного типа. Таким образом, СО являются важной составляющей для обеспечения единства, сопоставимости и прослеживаемости результатов измерений, необходимых для гарантирования качества, включая контроль точности результатов измерений и подтверждения подлинности исследуемого вещества, обеспечивая установление метрологических характеристик, отвечающих требованиям 102-ФЗ.

Для сопоставимости результатов, а также валидации и/или верификации методик измерений определения лучше всего использовать СО с аттестованными характеристиками интересующих аналитов в подходящей матрице. НМИ стран и некоторые коммерческие организации выпускают ограниченный ассортимент CRM для валидации/верификации методик измерений, сведения о которых обобщены в табл. 1.

В приведенных в табл. 1 CRM приписанные значения величин охарактеризованы с точки зрения неопределенности (погрешности) и имеют установленную метрологическую прослеживаемость. Исходя из сертифицированных значений массовой доли индивидуальных фталатов, представленных в материалах ключевых сличениях CCQM-K133, можно сделать вывод, что данные CRM приготовлены искусственным путем. Такие CRM удобны для пользователя, поскольку содержание большинства фталатов находится в пределах одного порядка. Однако такое содержание не отражает реальную картину присутствия фталатов в материале, поскольку в процессе промышленного производства изделий из ПВХ обычно используется ограниченный набор фталатов [14].

Проведенный авторами анализ сведений, представленных в ФИФ ОЕИ по состоянию на май 2023 г., свидетельствует об отсутствии достаточного количества СО матричного типа с аттестованными значениями массовой доли фталатов в поливинилхлориде с установленной прослеживаемостью к ГПЭ, так необходимых для метрологического обеспечения измерений, касающихся

Таблица 1. CRMs для валидации/верификации методик измерений  
Table 1. CRMs for validation/verification of measurement methods

№ н/п	Производитель	Название сертифицированного референтного материала (CRM)	Номер CRM	Сертифицированное значение, массовая доля, мг/кг
1	NMIJ, Япония	Polyvinyl Chloride (Phthalate Esters in PVC Resin Pellet): – Diethyl Phthalate, – Di-n-butyl phthalate, – Benzyl Butyl Phthalate, – Dicyclohexyl Phthalate, – Di-2-Ethylhexyl Phthalate (Bis(2-ethylhexyl)phthalate)	NMIJ CRM 8152-a	918 ± 57 934 ± 57 897 ± 57 896 ± 54 913 ± 57
2	NIM, Китай	Phthalates in Polyvinyl Chloride – Di-n-butyl phthalate (DBP) – Butylbenzyl phthalate (BBP) – Bis-(2-Ethylhexyl) phthalate (DEHP)	GBW08427	449 ± 32 459 ± 24 894 ± 66
3	SPEX, США	8 Phthalates in PE Diisononyl phthalate (DINP) Diisodecyl phthalate (DIDP) Di-n-butyl phthalate (DBP) Di-n-octyl phthalate (DOP) Diethyl phthalate (DEP) Dimethyl phthalate (DMP) Bis-(2-Ethylhexyl) phthalate (DEHP), Butylbenzyl phthalate (BBP)	CRM PE-001	30000 ± 3630 30000 ± 3630 3000 ± 363 3000 ± 363 3000 ± 363 3000 ± 363 3000 ± 363 3000 ± 363
		8 Phthalates in PVC: Diisodecyl phthalate (DIDP) Diisononyl phthalate (DINP) Bis-(2-Ethylhexyl) phthalate (DEHP) Butylbenzyl phthalate (BBP) Diethyl phthalate (DEP) Dimethyl phthalate (DMP) Di-n-butyl phthalate (DBP) Di-n-octyl phthalate (DOP)	CRM PVC-001	30000 ± 3630 30000 ± 3630 3000 ± 363 2970 ± 359 3000 ± 363 3010 ± 364 3000 ± 363 3000 ± 363

безопасности в химической и пищевой промышленности, в автомобилестроении, в медицине и фармакологии и других отраслях.

Контекст применения нового типа СО фталатов в поливинилхлориде значительно шире, поскольку они могут быть использованы для метрологического обеспечения средств измерений в сферах, подлежащих государственному регулированию, а также для признания результатов измерений на международном уровне в соответствии с Соглашением CIPM MRA.

Целью настоящего исследования являлась разработка нового ССО состава массовой доли фталатов в полимерной матрице на основе поливинилхлорида для валидации и/или верификации методик измерений, например,

ГОСТ Р ИСО 14389–2016, ГОСТ Р ИСО 16181–2015, ГОСТ Р ИСО 8124-6-2021.

В задачи исследования входило следующее: обоснование выбора вещества-кандидата на роль ССО; осуществление входного контроля материала кандидата СО; определение процедуры аттестации СО; установление метрологических характеристик ССО; проведение испытания в целях утверждения типа.

### Материалы и методы

#### Реактивы, растворы и материалы

В качестве материала-кандидата ССО использовался напольный плитус из ПВХ, содержащий ди(н-бутил)фталат и ди(2-этилгексил)фталат.

За основу для сравнения в рамках измерения аттестованной характеристики был взят ГСО 11366–2019.

При выполнении измерений использовали следующие реактивы и расходные материалы: изотопно-меченые аналоги аналитов с изотопной чистотой не хуже 98 %; тетрагидрофуран квалификации ч. д. а; метанол квалификации for gas chromatography MS; гелий газообразный высокой чистоты; стеклянные флаконы с завинчивающимися крышками и инертными прокладками; шприцы с клапаном Luer Lock вместимостью 5 см<sup>3</sup>; фильтры для шприца ПТФЭ размером пор не более 0,22 мкм и др.

### **Оборудование**

Морозильная камера Skadi DF9010GL (Skadi, Китай); мельница, сита размером ячеек 1 мм и 0,5 мм; лабораторный гомогенизатор HM-220VM (HT Machinery, Япония-Тайвань); весы лабораторные (специального) класса точности (Mettler-Toledo GmbH, Швейцария); Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии ГЭТ 208.

### **Пробоподготовка исходного материала ССО**

В качестве материала кандидата ССО был рассмотрен ряд промышленных изделий из поливинилхлорида (настенные панели, воздуховоды, линолеум и др.). На первом этапе исследования материалов предстояло решить следующие задачи:

- определение перечня и уровней содержания фталатов в исследуемом материале;
- определение полноты растворимости материала;
- определение наличия веществ, мешающих определению фталатов.

Второй этап разработки предполагал получение материала, пригодного к использованию в качестве кандидата ССО (измельчение и гомогенизация). Для улучшения процесса измельчения материал кандидата ССО оставляли в морозильной камере на 24 часа при температуре –60 °С. Замороженный материал помещали в мельницу на 1,5–2 мин, затем измельченный материал просеивали последовательно через сита с размером ячеек 1 мм и 0,5 мм. Гранулы перемешивали при помощи лабораторного гомогенизатора для получения однородного материала.

### **Методы и процедура исследований**

Установление аттестованных характеристик проводили по референтной методике измерений

массовой доли шести приоритетных фталатов (диметилфталата, диэтилфталата, ди(н-бутил)фталата, бензилбутилфталата, ди(2-этилгексил)фталата и ди(н-октил)фталата) в объектах на основе поливинилхлорида методом газовой хроматографии/масс-спектрометрии с изотопным разбавлением РМИ ВНИИМ-243-01-2019.

В качестве калибранта средства измерений использовали ГСО 11366–2019 [29].

Все измерения были выполнены на ГЭТ 208.

### **Анализ образцов методом газовой хроматографии/масс-спектрометрии с изотопным разбавлением**

Как было указано выше, в процессе выбора материала были проведены исследования различных коммерческих продуктов, куда в качестве пластификаторов могут быть добавлены фталаты. Пример хроматограммы одного из исследованных материалов (линолеума) приведен на рис. 1.

На рис. 1 видно, что помимо фталата, интересующего автора, на фрагменте масс-хроматограммы по соотношению массы к заряду  $m/z$  149 присутствуют пики не интересующих веществ в количестве, превышающем содержание ДЭФ. Наличие монопроизводных фталатов не мешает проводить рутинные измерения, однако в качестве кандидата ССО этот материал не представляет практической ценности.

По результатам исследований и в соответствии с основными задачами первого этапа разработки материалом-кандидатом ССО был выбран напольный плитинтус из ПВХ, содержащий ди(н-бутил)фталат и ди(2-этилгексил)фталат.

Характеризацию материала проводили по процедуре, описанной в РМИ ВНИИМ-243-02-2019 [30].

### **Результаты и обсуждение**

#### **Установление метрологических характеристик материала кандидата ССО**

С учетом требований РМГ 93–2015, ГОСТ 8.315–2019, ГОСТ ISO Guide 35–2015 для характеристики СО был выбран способ с использованием референтной методики измерений РМИ ВНИИМ-243-02-2019.

Оценивание однородности материала проводили в соответствии ГОСТ ISO Guide 35–2015, ГОСТ 8.315–2019, РМГ 93–2015. Полученные экспериментальные данные обрабатывали при помощи однофакторного дисперсионного анализа ANOVA. Расчеты были выполнены для каждого исследуемого фталата. Пример расчета однофакторного дисперсионного анализа для дибутылфталата приведен в табл. 2.

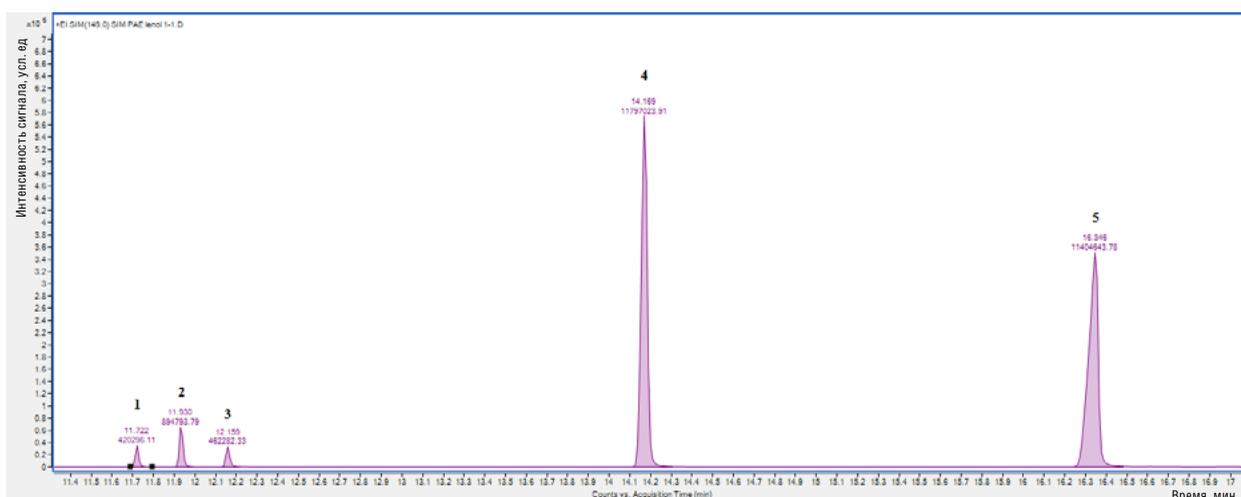


Рис. 1. Фрагмент масс-хроматограммы линолеума (m/z 149): 1, 2, 3 – монобутилфталаты; 4 – моно(2-этилгексил)фталат; 5 – ди(2-этилгексил)фталат

Fig. 1. Fragment of a mass chromatogram of linoleum (m/z 149): 1, 2, 3 – monobutyl phthalates; 4 – mono(2-ethylhexyl)phthalate; 5 – di(2-ethylhexyl)phthalate

Таблица 2. Однофакторный дисперсионный анализ на примере ДБФ

Table 2. One-way analysis of variance on the example of DBP

ИТОГИ

Группы	Счет	Сумма	Среднее	Дисперсия
Строка 1	3	0,169480	0,056493	7,49532E-05
Строка 2	3	0,127386	0,042462	6,76115E-05
Строка 3	3	0,137697	0,045899	0,00030687
Строка 4	3	0,150664	0,050221	3,73082E-05
Строка 5	3	0,150584	0,050195	4,53489E-05
Строка 6	3	0,143864	0,047955	7,14423E-05

Дисперсионный анализ

Источник вариации	SS	df	MS	F	P-значение	F критическое
Между группами	0,0003373	5	6,75E-05	0,67058859	0,65341227	3,105875239
Внутри групп	0,0012071	12	0,000101			
Итого	0,0015443	17				

Статистически значимого изменения за период исследования однородности зафиксировано не было. По результатам исследований был сделан вывод, что партия СО Фт-ВНИИМ–М1 является однородной (для всех фталатов  $F < F_{кр}$ ). Поскольку определение неоднородности материала по сути экспериментально похоже на исследование для установления предела

повторяемости РМИ, то за неопределенность от неоднородности материала можно было принять предел повторяемости РМИ, составляющий 2 %.

Исследование стабильности материала СО осуществляли изохронным способом («метод ускоренного старения»). Учитывая рекомендованный диапазон температур хранения СО Фт-ВНИИМ–М1, исследование изохронной

стабильности проводили при опорной температуре 4 °С и температуре испытаний 54 °С. Продолжительность исследования стабильности  $\tau$  (в сут.) оценивали по формуле

$$\tau = \frac{T}{2^{10 \frac{t_1 - t_0}{10}}}, \quad (1)$$

где  $T$  – предполагаемый срок годности экземпляра ССО, сутки;  $t_0, t_1$  – предполагаемая температура хранения ССО и температура хранения при ускоренном старении 4 °С и 54 °С соответственно.

При фиксированных значениях температуры хранения и исходя из предполагаемого срока годности ССО не менее 3 лет продолжительность исследования стабильности  $\tau$  составила 34 дня. Пример расчета неопределенности от нестабильности материала представлен в табл. 3.

Полученные значения  $\hat{t}$  сравнивали с квантилем распределения Стьюдента (при  $n - 1 = 4$ ,  $t_{0,95}(n - 1) = 2,776$ ) и проверяли выполнение условия неравенства по формуле (2):

$$\hat{t} \leq t_{0,95,(n-1)}. \quad (2)$$

Статистически значимого изменения за период исследования стабильности не обнаружено. По результатам исследований сделан вывод о стабильности ССО Фт-ВНИИМ-М1 при выбранных температурах хранения и транспортирования. Исследование нестабильности материала по сути эксперимента напоминает определение показателя промежуточной прецизионности РМИ – следовательно, неопределенностью от нестабильности материала можно считать показатель промежуточной прецизионности РМИ, который составляет 3 %.

По результатам исследований установлен срок годности ССО – 3 года.

Расчет бюджета неопределенности аттестованных характеристик ССО проводили по формуле общего вида

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

где  $u_{char}$  – относительная стандартная неопределенность от способа аттестации ССО (в %), взятая из метрологических характеристик РМИ;  $u_h$  – относительная стандартная неопределенность от неоднородности ССО (в %), которая в данном случае совпадает с пределом повторяемости РМИ;  $u_{stab}$  – относительная стандартная неопределенность от нестабильности ССО (в %), которая в данном случае совпадает с пределом промежуточной прецизионности РМИ.

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

$$U(w(\rho)_{av}) = 2 \times u. \quad (4)$$

Результаты расчетов обобщены в табл. 4.

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

- процедуры характеристики ССО (РМИ);
- исследования однородности материала ССО (показатель повторяемости РМИ);
- исследования стабильности ССО (показатель промежуточной прецизионности РМИ).

Метрологические характеристики аттестованной партии ССО состава массовой доли фталатов в поливинилхлориде представлены в табл. 5.

### Заключение

Новый ССО состава массовой доли фталатов в полимерной матрице на основе поливинилхлорида был

Таблица 3. Результаты оценивания стандартной неопределенности от нестабильности на примере ДБФ  
Table 3. Results of estimation of standard uncertainty from instability on the example of DBP

№	Старение $t$ , сутки	Результат определения, мг/г		$Sr$	$d_i \times t_i$	$t_i^2$	$Sa$	$a$	$\hat{t}$	$t_{0,95}(n-1)$
		$t = 4 \text{ }^\circ\text{C}$	$t = 54 \text{ }^\circ\text{C}$							
1	1	0,0565	0,0502	0,0063	0,0063	1	0,00013	0,00029	2,192	2,776
2	8	0,0425	0,0393		0,0250	64				
3	19	0,0459	0,0480		0,0391	361				
4	26	0,0502	0,0320		0,47489	676				
5	33	0,0489	0,0520		0,10084	1089				
счет	5				0,64607	2191				

Таблица 4. Бюджет неопределенности аттестованных характеристик фталатов в поливинилхлориде  
Table 4. Uncertainty budget for certified characteristics of phthalates in polyvinyl chloride

№ п/п	Источник неопределенности	Тип оценки*	Относительная стандартная неопределенность, (вклад) %
1	Градуировочная характеристика, $u_{RF}$ – усреднение относительных факторов отклика, $u_{RFki}$ – приготовление градуировочных растворов, $u_{град}$	A	0,82
		B	0,80
2	Измерение массы навески, $u_{mj}$	B	0,25
3	Измерение массы внутреннего стандарта, $u_{mBC}$	B	0,25
4	Разброс результатов измерений, $u_A$	A	3,0
5	Неоднородность материала (разброс результатов измерений в условиях повторяемости), $u_h$	A	2,0
6	Нестабильность материала (разброс результатов измерений в условиях промежуточной прецизионности), $u_{stab}$	A	3,0
<b>Относительная суммарная стандартная неопределенность, <math>u_w</math></b>			<b>4,8</b>
<b>Относительная расширенная неопределенность (<math>k = 2</math>), <math>U = 2 \times u_w</math></b>			<b>9,6</b>
<b>Принято</b>			<b>10</b>

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

Наименование вещества (компонента)	Аттестованное значение массовой доли компонента, мг/г	Относительная расширенная неопределенность $U$ при $k = 2^*$ , %
Ди(н-бутил)фталат	0,046	10
Ди(2-этилгексил)фталат	45,8	

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

разработан для обеспечения качества измерений при валидации и /или верификации методик измерений, например, ГОСТ Р ИСО 14389–2016, ГОСТ Р ИСО 16181–2015, ГОСТ Р ИСО 8124-6-2021.

В качестве материала СО был выбран напольный плитус из ПВХ, содержащий ди(н-бутил)фталат и ди(2-этилгексил)фталат. Пробоподготовку материала осуществляли путем измельчения и гомогенизации. Материал СО представляет собой гранулы ПВХ материала размером от 0,5 мм до 1 мм, содержащие ди(н-бутил)фталат и ди(2-этилгексил)фталат, расфасованные по  $(2,0 \pm 0,1)$  г в стеклянные герметично запаянные флаконы номинальным объемом 10 см<sup>3</sup> с этикеткой, упакованные в коробки из картона для потребительской тары. Установление метрологических характеристик материала кандидата ССО проводили с учетом требований

РМГ 93–2015, ГОСТ 8.315-2019, ГОСТ ISO Guide 35–2015. Аттестованные значения ССО обеспечены метрологической прослеживаемостью к ГЭТ 208 в соответствии с метрологической соподчиненностью по поверочной схеме через ГСО 11366–2019. Нормированные метрологические характеристики ССО состава массовой доли фталатов в поливинилхлориде следующие: массовая доля ди(н-бутил)фталат – 0,046 мг/г и ди(2-этилгексил)фталат – 45,8 мг/г; относительная расширенная неопределенность при  $k = 2$ ,  $P = 0,95$  равна 10 %. ССО хранится в запаянных флаконах в сухом, защищенном от света месте при температуре от 2 °С до 8 °С, срок годности СО – 3 года.

Теоретическая значимость полученных результатов заключается в разработке теоретико-методологических подходов к процедуре аттестации матричного

ССО состава массовой доли фталатов в поливинилхлориде, позволяющих повысить точность проводимых измерений в области аналитической химии на более качественный уровень.

В рамках практической значимости полученных результатов можно говорить о расширении возможностей установления и контроля точности и стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики фталатов, содержащих ди(н-бутил)фталат и ди(2-этилгексил)фталат; аттестации методик (методов) измерений и контроля точности результатов измерений; обеспечении метрологической прослеживаемости ССО к соответствующим единицам SI, воспроизводимым на ГЭТ 208.

Разработанный ССО может применяться при решении любых измерительных задач и выполнении различных видов метрологических работ, в т. ч. – метрологического назначения в области полимерной и резинотехнической промышленности, пищевой промышленности, охране окружающей среды и научных исследованиях.

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

Автор выражает благодарность и глубокую признательность д-ру хим. наук Анатолию Ивановичу Крылову за советы и ценные замечания при работе над статьей.

## СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. *Mijangos C., Calafel I., Santamaría A.* Poly(vinyl chloride), a historical polymer still evolving // *Polymer*. 2023. Vol. 266. P. 125610. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2022.125610>
2. Fillers for polymer composite materials / *A. K. Mazitova* [et al.] // *Nanotechnologies in Construction*. 2022. Vol. 14, no. 4. P. 294–299. <https://doi.org/10.15828/2075-8545-2022-14-4-294-299>
3. *Авдеева Н. М., Амелин В. Г.* Определение фталатов в молоке, молочных продуктах, воде, соках и напитках методом ультравысокоэффективной жидкостной хроматографии/квадрополь-времяпролетной масс-спектрометрии высокого разрешения // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2018. Т. 84, № 9. С. 21–27. <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2018-84-9-21-27>
4. A study on the development of phthalate plasticizers CRM in ABS resin / *J.-S. Jung* [et al.] // *Analytical Science and Technology*. 2012. Т. 25, № 5. С. 273–283. <https://doi.org/10.5806/AST.2012.25.5.273>
5. Поливинилхлорид / *В. М. Ульянов* [и др.]. М.: Химия, 1992. 279 с.
6. *Уилки Ч., Саммерс Д., Даниелс Ч.* ПВХ (Поливинилхлорид). Получение, добавки и наполнители, сополимеры, свойства, переработка / пер. с англ под ред. Г. Е. Заикова. СПб.: Профессия, 2007. 724 с.
7. *Зильберман Е. Н.* Получение и свойства поливинилхлорида. М.: Химия, 1968. 432 с.
8. Основные поливинилхлоридные композиции строительного назначения : монография / *А. К. Мазитова* [и др. ; ред. А. В. Сорокина]. Уфа: УГНТУ, 2013. 110 с.
9. *Шиллер М.* Добавки к ПВХ : состав, свойства, применение / пер. с англ. под ред. Н. Н. Тихонова. СПб.: Профессия, 2017. 398 с.
10. *Цвайфель, Х., Маер, Р., Шиллер, М. Д.* Добавки к полимерам : справочник / пер. с англ. под ред. В. Б. Узденского, А. О. Григорова. СПб.: Профессия, 2010. 1138 с.
11. *Маслова И. П.* Химические добавки к полимерам : справочник. 2-е изд., перераб. и доп. М.: Химия, 1981. 264 с.
12. *Тиниус К.* Пластификаторы / пер. со 2-го переработ. нем. изд. Г. В. Ткаченко и Э. М. Левиной ; под ред. Е. Б. Тростянской. М.; Л.: Химия, 1964. 915 с.
13. *Björkner B.* Plasticizers and other additives in synthetic polymers // *Handbook of occupational dermatology* / L. Kanerva [et al.] (eds.). Berlin, Heidelberg: Springer, 2000. [https://doi.org/10.1007/978-3-662-07677-4\\_85](https://doi.org/10.1007/978-3-662-07677-4_85)

**Acknowledgments:** This research did not receive financial support in the form of a grant from any governmental, for-profit, or non-profit organizations.

The author expresses gratitude and deep appreciation to Anatoly I. Krylov, Dr. Sci. (Chem.), for advice and valuable comments while working on this article.

**Конфликт интересов:** Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов, связанных с содержанием настоящей статьи.

Работа выполнена в рамках диссертационного исследования «Метрологическое обеспечение измерений содержания приоритетных ксенобиотиков (фталатов и диоксинов) в товарах народного потребления и продуктах питания». Научный руководитель: руководитель отдела госэталонов в области органического и неорганического анализа ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» д-р хим. наук Анатолий Иванович Крылов.

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

The work was carried out within the framework of the dissertation research “Metrological support of measurements of the content of priority xenobiotics (phthalates and dioxins) in consumer goods and food products.” Scientific supervisor: Anatoliy I. Krylov, Dr. Sci. (Chem.), Head of the department of state standards in the field of organic and inorganic analysis, D. I. Mendeleev Institute for Metrology.

14. Уилки Ч., Саммерс Д., Даниэлс Ч. ПВХ (Поливинилхлорид). Получение, добавки и наполнители, сополимеры, свойства, переработка / пер. с англ. под ред. Г. Е. Заикова. СПб.: Профессия, 2007. 724 с.
15. Бебых В., Сырку Р., Лазакович Д. Оценка риска здоровью при поступлении фталатов с молочными продуктами в полимерной упаковке // *Arta Medica*. 2021. Т. 79, № 2. С. 31–40. <https://doi.org/10.5281/zenodo.5637063>
16. Сложные эфиры фталевой кислоты в почвах Москвы / Е. С. Бродский [и др.] // *Вестник Московского университета*. 2019. Сер. 17. Почвоведение, № 2. С. 44–48.
17. Приоритетные фталаты в пелагиали и прибрежной зоне оз. Байкал / А. Г. Горшков [и др.] // *Химия в интересах устойчивого развития*. 2017. № 4. С. 375–383. <https://doi.org/10.15372/KhUR20170403>
18. Extraction and GC–MS analysis of phthalate esters in food matrices: a review / M. V. Russo [et al.] // *RSC. Advances*. 2015. Vol. 5, № 46. P. 3702–37043. <https://doi.org/10.1039/C5RA01916H>
19. Fankhauser-Noti A., Biedermann-Brem S., Grob K. PVC plasticizers/additives migrating from the gaskets of metal closures into oily food: Swiss market survey June // *European Food Research and Technology*. 2006. Vol. 223. P. 447–453. <https://doi.org/10.1007/s00217-005-0223-7>
20. Analysis of ortho-phthalates and other plasticizers in select organic and conventional foods in the United States / R. Krithivasan [et al.] // *Journal of Exposure Science & Environmental Epidemiology*. 2023. Vol. 33. P. 778–786. <https://doi.org/10.1038/s41370-023-00596-0>
21. Diverging trends of plasticizers (phthalates and non-phthalates) in indoor and freshwater environments-why? / R. Nagorka [et al.] // *Environmental Sciences Europe*. 2022. Vol. 34, № 46. <https://doi.org/10.1186/s12302-022-00620-4>
22. Obtaining new phthalate plasticizers / G. K. Aminova [et al.] // *Nanotechnologies in Construction*. 2021. Vol. 13, № 6. P. 379–385. <https://doi.org/10.15828/2075-8545-2021-13-6-379-385>
23. Оценка риска здоровью при поступлении фталатов с молоком, упакованным в полимерную и полимерсодержащую тару / С. Е. Зеленкин [и др.] // *Анализ риска здоровью*. 2018. № 1. С. 32–38. <https://doi.org/10.21668/health.risk/2018.1.04>
24. Adegunwa A. O., Adegunwa A. K., Oyatoyinbo R. M. Toxicological exposure to phthalates mixtures and human health risk assessment of drinking water and fruit drinks packaged in plastics and tetra pak cartons // *Bulletin of the National Research Centre*. 2022. Vol. 46, № 187. <https://doi.org/10.1186/s42269-022-00878-x>
25. De Bièvre P. Isotope dilution mass spectrometry as a primary method of analysis // *Analytical Proceedings*. 1993. Iss. 8. P. 328–333. <https://doi.org/10.1039/AP9933000328>
26. Milton M. J. T., Quinn T. J. Primary methods for the measurement of amount of substance // *Metrologia*. 2001. Vol. 38, № 4. P. 289. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/38/4/1>
27. ILAC-G12:2000 Guidelines for the Requirements for the Competence of Reference Material Producers / ILAC [website]. URL: [http://www.sadcmnet.org/SADCWaterLab/Archived\\_Reports/2006%20Reports%20and%20Docs/Ilac-g12.pdf](http://www.sadcmnet.org/SADCWaterLab/Archived_Reports/2006%20Reports%20and%20Docs/Ilac-g12.pdf)
28. Kaarls R. The consultative committee for metrology in chemistry and biology – CCQM // *Journal of Chemical Metrology*. 2018. Vol. 12, № 4. P. 1–16. <https://doi.org/10.25135/jcm.11.17.12.060>
29. Метрологическое обеспечение измерений содержания фталатов: стандартный образец состава раствора шести приоритетных фталатов в метаноле / А. И. Крылов [и др.] // *Эталоны. Стандартные образцы*. 2021. Т. 17, № 3. С. 5–19. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-3-5-19>
30. Референтная методика измерений содержания фталатов в полимерных матрицах: аналитические и метрологические подходы / А. И. Крылов [и др.] // *Измерительная техника*. 2022. № 10. С. 64–72. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-10-64-72>

## REFERENCE

1. Mijangos C., Calafel I., Santamaría A. Poly(vinyl chloride), a historical polymer still evolving. *Polymer*. 2023;(266):125610. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2022.125610>
2. Mazitova A. K., Zaripov I. I., Aminova G. K. et al. Fillers for polymer composite materials. *Nanotechnologies in Construction*. 2022;14(4):294–299. <https://doi.org/10.15828/2075-8545-2022-14-4-294-299>
3. Avdeeva N. M., Amelin V. G. Determination of phthalates in milk, dairy products, water, juices and beverages using ultrahigh liquid performance chromatography/quadrupole time-of-flight mass spectrometry of high resolution. *Industrial laboratory. Diagnostics of materials*. 2018;84(9):21–27. (In Russ.). <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2018-84-9-21-27>
4. Jung J.-S., Park J.-W., Yu S., Kweon S.-I., Hong S.-t., Sun Y. et al. A study on the development of phthalate plasticizers CRM in ABS resin. *Analytical Science and Technology*. 2012;25(5):273–83. <https://doi.org/10.5806/AST.2012.25.5.273>
5. Улианов В. М., Рыбкин Е. П., Гудкович А. Д., Пышин Г. А. Поливинилхлорид. Moscow: Khimiia; 1992. 279 p. (In Russ.).
6. Wilkes C. E., Summers J. W., Daniels C. A. eds. PVC Handbook. Munchen, Cincinnati, OH: Hanser Publications; 2005. 723 p. (Russ. ed.: Wilkes, C. E., Summers, J. W., Daniels, C. A. eds. PVKh (Поливинилхлорид). Poluchenie, dobavki i napolniteli, sopolimery, svoistva, pererabotka. St. Petersburg: Professiya; 2007. 724 p.).
7. Zilberman E. N. Obtaining and polyvinylchloride properties. Moscow: Khimiia; 1968. (In Russ.).
8. Mazitova A. K., Aminova G. K., Nafikova R. F., Deberdeev R. Ya. Basic polyvinylchloride compositions for construction purposes: monograph. Ufa; 2013. 110 p. (In Russ.).
9. Schiller M. PVC Additives: Performance, chemistry, developments, and sustainability. Cincinnati, OH: Hanser Publications, 2015. 414 p. (Russ. ed.: Schiller M. Dobavki k PVKh: sostav, svoistva, primenenie. St. Petersburg: Professiya; 2017. 398 p.).

10. Zweifel H., Maier R., Schiller M. *Plastics additives handbook*. Munchen; Cincinnati, OH: Hanser Gardener Publ., Inc., 2009. 1248 p. (Russ. ed.: Zweifel H., Maier R., Schiller M. *Dobavki k polimeram: spravochnik*. St. Petersburg: Professiya; 2010. 1138 p.)
11. Maslova I. P. *Chemical additives to polymers. Directory*. Moscow: Khimiia; 1981. 264 p. (In Russ.)
12. Tinius K. *Plasticizers* (Russ. ed.: *Plastifikatory*. M.; L.: Khimiia; 1964. 915 p.). (In Russ.)
13. Björkner B. *Plasticizers and other additives in synthetic polymers*. In: Kanerva L., Wahlberg J. E., Elsner P., Maibach H. I. (eds) *Handbook of occupational dermatology*. Berlin, Heidelberg: Springer; 2000. [https://doi.org/10.1007/978-3-662-07677-4\\_85](https://doi.org/10.1007/978-3-662-07677-4_85)
14. Wilkes C. E., Summers J. W., Daniels C. A. (eds.) *PVC Handbook*. Munchen, Cincinnati, OH: Hanser Publications; 2005. 723 p. (Russ. ed.: Wilkes C. E., Summers J. W., Daniels C. A. (eds.) *PVKh (Polivinilklorid)*. Poluchenie, dobavki i napolniteli, sopolimery, svoistva, pererabotka. St. Petersburg: Professiya; 2007. 724 p.)
15. Bebykh V, Syrku R, Lazakovich D. Assessment of health risk caused by phthalates penetrating with dairy products in polymer packaging. *Arta Medica*. 2021;79(2):31–40. (In Russ.). <https://doi.org/10.5281/zenodo.5637063>
16. Brodskiy E. S., Shelepchikov A. A., Agapkina G. I., Tikhonova M. O., Paramonova T. A., Lipatov D. N. Content of phthalate esters in soils of Moscow-city. *Vestnik Moskovskogo Universiteta. Seriya 17: Pochvovedenie*. 2019;2:44–48. (In Russ.)
17. Gorshkov A. G., Babenko T. A., Kustova O. V., Izosimova O. N., Shishlyannikov C. M. Priority phthalates in the lake Baikal pelagic zone and coastal area. *Khimiya v Interesakh Ustoichivogo Razvitiya*. 2017;(4):375–383. (In Russ.). <https://doi.org/10.15372/KhUR20170403>
18. Russo M. V., Avino P., Perugini L., Notardonato I. Extraction and GC–MS analysis of phthalate esters in food matrices: a review. *RSC Advances*. 2015. 2015;5(46):3702–37043. <https://doi.org/10.1039/C5RA01916H>
19. Fankhauser-Noti A., Biedermann-Brem S., Grob K. PVC plasticizers/additives migrating from the gaskets of metal closures into oily food: Swiss market survey June. *European Food Research and Technology*. 2006;223:447–453. <https://doi.org/10.1007/s00217-005-0223-7>
20. Krithivasan R., Miller G. Z., Belliveau M. et al. Analysis of ortho-phthalates and other plasticizers in select organic and conventional foods in the United States. *Journal of Exposure Science & Environmental Epidemiology*. 2023;(33):778–786. <https://doi.org/10.1038/s41370-023-00596-0>
21. Nagorka R., Birmili W., Schulze J. et al. Diverging trends of plasticizers (phthalates and non-phthalates) in indoor and freshwater environments-why? *Environmental Sciences Europe*. 2022;34(46). <https://doi.org/10.1186/s12302-022-00620-4>
22. Aminova G. K., Maskova A. R., Yarmukhametova G. U., Gareeva N. B. Obtaining new phthalate plasticizers. *Nanotechnologies in Construction*. 2021;13(6):379–385. <https://doi.org/10.15828/2075-8545-2021-13-6-379-385>
23. Zelenkin S. E., Shur P. Z., Ulanova T. S., Karnazhitskaya T. D., Khoroshavin V. A., Ukhabov V. M. Assessment of health risk caused by phthalates penetrating a body with milk in polymer and polymer-containing package. *Health Risk Analysis*. 2018;(1):32–38. (In Russ.). <https://doi.org/10.21668/health.risk/2018.1.04>
24. Adegunwa A. O., Adegunwa A. K., Oyatoyinbo R. M. Toxicological exposure to phthalates mixtures and human health risk assessment of drinking water and fruit drinks packaged in plastics and tetra pak cartons. *Bulletin of the National Research Centre*. 2022;46(187). <https://doi.org/10.1186/s42269-022-00878-x>
25. De Bièvre P. Isotope dilution mass spectrometry as a primary method of analysis. *Analytical Proceedings*. 1993;(8):328–333. <https://doi.org/10.1039/AP9933000328>
26. Milton M. J. T., Quinn T. J. Primary methods for the measurement of amount of substance. *Metrologia*. 2001;38(4):289. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/38/4/1>
27. ILAC-G12:2000 Guidelines for the Requirements for the Competence of Reference Material Producers. Accessed January 20, 2022. [http://www.sadcmet.org/SADCWaterLab/Archived\\_Reports/2006%20Reports%20and%20Docs/Ilac-g12.pdf](http://www.sadcmet.org/SADCWaterLab/Archived_Reports/2006%20Reports%20and%20Docs/Ilac-g12.pdf)
28. Kaarls R. The consultative committee for metrology in chemistry and biology – CCQM. *Journal of Chemical Metrology*. 2018;12(4):1–16. <https://doi.org/10.25135/jcm.11.17.12.060>
29. Krylov A. I., Mikheeva A. Y., Budko A. G., Tkachenko I. Yu. Metrological support of phthalate content measurements: reference material for the composition of a solution of six priority phthalates in methanol. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2021;17(3):5–19. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-3-5-19>
30. Krylov A. I., Budko A. G., Mikheeva A. Y., Nezhikovskiy G. R., Tkachenko I. Y. Reference method for measuring the content of phthalates in polymer matrices: analytical and metrological approaches. *Izmeritel'naya Tekhnika*. 2022;(10):64–72. (In Russ.). <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-10-64-72>

#### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК:

CCQM-K133 Low-polarity analytes in plastics: phthalate esters in polyvinyl chloride (PVC): report B on key comparison, November 2019 // BIPM [website]. URL: <https://www.bipm.org/kcdb/comparison?id=1269>

ГОСТ 33451–2015 Упаковка. Определение содержания диоктилфталата, дибутилфталата методом газовой хроматографии в модельных средах = Packaging. Determination of dioctylphthalate and dibutylphthalate content by gas chromatography method in model media. Минск: Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации, 2015. 11 с.

ГОСТ Р ИСО 14389–2016 Материалы текстильные. Определение содержания фталатов. Метод с применением тетрагидрофурана = Textiles. Determination of the phthalate content. Tetrahydrofuran method. М.: Стандартинформ, 2016. 19 с.

ГОСТ Р ИСО 16181–2015 Обувь. Критические вещества, потенциально присутствующие в обуви и ее деталях. Метод определения содержания фталатов в обувных материалах = Footwear. Critical substances potentially present in footwear and footwear components. Method for determination of phthalates in footwear materials. М.: Стандартинформ, 2015. 8 с.

ГОСТ Р ИСО 8124-6-2021 Безопасность игрушек. Часть 6. Определение содержания некоторых фталатов в игрушках и изделиях для детей = Safety of toys. Part 6. Certain phthalate esters in toys and children's products. М.: Стандартинформ, 2021. 18 с.

ГОСТ ISO Guide 35–2015 Стандартные образцы – Общие и статистические принципы сертификации (аттестации) = Reference materials. General and statistical principles for certification. М.: Стандартинформ, 2016. 61 с.

ГОСТ 8.315–2019 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения = State system for ensuring the uniformity of measurements. Reference materials of composition and properties of substances and materials. Basic principles. М.: Стандартинформ, 2019. 39 с.

ГОС 11366–2019 Стандартный образец утвержденного типа состава раствора эфиров ортофталевой кислоты (фталатов) в метаноле (6Фтлт-ВНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/719094>

МР 01.025–07 Газохроматографическое определение диметилфталата, диметилтерефталата, диэтилфталата, дибутилфталата, бутилбензилфталата, бис(2-этилгексил)фталата и диоктилфталата в водных вытяжках из материалов различного состава. М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2007. 12 с.

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.

РМИ ВНИИМ 243-02-2019 Референтная методика измерений массовой доли шести приоритетных фталатов (диметилфталата, диэтилфталата, ди(н-бутил)фталата, бензилбутилфталата, ди(2-этилгексил)фталата и ди(н-октил)фталата) в объектах на основе поливинилхлорида методом газовой хроматографии/масс-спектрометрии с изотопным разбавлением// Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/8/items/1257184>

Взаимное признание национальных измерительных эталонов и сертификатов калибровки и измерений, издаваемых национальными метрологическими институтами : Соглашение CIPM MRA от 14 октября 1999 г. Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/7>

#### **ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ**

**Будко Александра Германовна** – научный сотрудник отдела госэталонов в области органического и неорганического анализа ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»  
Россия, 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19  
e-mail: [a.g.budko@vniim.ru](mailto:a.g.budko@vniim.ru)  
<https://orcid.org/0000-0002-4288-2916>

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

**Alexandra G. Budko** – Researcher of the department of state standards in the field of organic and inorganic analysis, D. I. Mendeleev Institute for Metrology  
19 Moskovskiy ave., St. Petersburg, 190005, Russia  
e-mail: [a.g.budko@vniim.ru](mailto:a.g.budko@vniim.ru)  
<https://orcid.org/0000-0002-4288-2916>

## СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ



Научная статья

УДК 543:544.3:546:172.5

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-95-112>

# Методика измерений объемных долей газов методом газовой хроматографии в закиси азота медицинской: особенности оценки метрологических характеристик

М. П. Крашенинина<sup>1</sup>  , Е. В. Галеева<sup>2,3</sup> , И. А. Фомина<sup>2</sup> , И. Р. Арысланов<sup>2</sup> ,  
О. С. Голынец<sup>1</sup> , Д. В. Сомов<sup>2</sup> , Р. Р. Галеев<sup>2,3</sup> , А. Л. Хохлов<sup>3</sup> 

<sup>1</sup> Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Екатеринбург, Россия  
 [krasheninina\\_m@uniim.ru](mailto:krasheninina_m@uniim.ru)

<sup>2</sup> ФГБУ «Информационно-методический центр по экспертизе, учету и анализу обращения средств медицинского применения» Росздравнадзора, г. Москва, Россия

<sup>3</sup> ФГБОУ ВО «Ярославский государственный медицинский университет» Министерства здравоохранения Российской Федерации, г. Ярославль, Россия

**Аннотация:** Анализ Федерального информационного фонда показал отсутствие методик измерения объемных долей закиси азота, оксида и диоксида углерода, кислорода, азота, неконденсирующихся газов в закиси азота медицинской с применением портативных устройств. Закись азота имеет достаточно широкое применение в медицине, в связи чем настоящее исследование было нацелено на разработку и аттестацию методики измерений объемных долей закиси азота, оксида и диоксида углерода, кислорода, азота, неконденсирующихся газов методом газовой хроматографии в закиси азота медицинской. Аттестация методики измерений в соответствии с требованиями законодательства в области обеспечения единства измерений проведена путем организации квазимежлабораторного эксперимента, при этом использованы следующие подходы к получению результата измерений: метод построения градуировочной зависимости, метод внешнего стандарта, расчетный метод. Кроме того, в работе представлены алгоритм и результаты расчета неопределенности измерений объемных долей газов, выполненные с учетом положений ЕВРАХИМ / СИТАК, а также с учетом методических влияющих факторов, которые оценивались с помощью многофакторного эксперимента и его обработки методом регрессионного анализа.

**Ключевые слова:** аттестация методики измерений, закись азота медицинская, методика измерений, хроматография, расчет неопределенности результатов измерений

**Ссылка при цитировании:** Методика измерений объемных долей газов методом газовой хроматографии в закиси азота медицинской: особенности оценки метрологических характеристик / М. П. Крашенинина [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 5. С. 95–112. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-95-112>

Статья поступила в редакцию 02.05.2023; одобрена после рецензирования 20.10.2023; принята к публикации 25.12.2023.

## MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

Research Article

# Methodology for Measuring Volume Fractions of Gases Using Gas Chromatography in Medical Nitrous Oxide: Features of Assessing Metrological Characteristics

Maria P. Krasheninina<sup>1</sup>  , Ekaterina V. Galeeva<sup>2,3</sup> , Irina A. Fomina<sup>2</sup> , Ilshat R. Arslanov<sup>2</sup> , Olga S. Golynets<sup>1</sup> , Dmitriy V. Somov<sup>2</sup> , Roman R. Galeev<sup>2,3</sup> , Alexandr L. Khohlov<sup>3</sup> 

<sup>1</sup>UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology, Yekaterinburg, Russia  
 krasheninina\_m@uniim.ru

<sup>2</sup>Federal official body of Information and Methodological Center for examination, registration and analysis of medical treatment of Roszdravnadzor, Moscow, Russia

<sup>3</sup>Yaroslavl State Medical University, Yaroslavl, Russia

**Abstract:** An analysis by the Federal Information Fund revealed the lack of methods for measuring the volume fractions of nitrous oxide, carbon oxide and dioxide, oxygen, nitrogen, and non-condensable gases in medical nitrous oxide using portable devices. Nitrous oxide is widely used in medicine, and therefore this research was committed to the development and certification of a method for measuring volume fractions of nitrous oxide, carbon oxide and dioxide, oxygen, nitrogen, and non-condensable gases using gas chromatography in medical nitrous oxide. Certification of the measurement method in accordance with legal requirements in the field of ensuring the uniformity of measurements was carried out by organizing a quasi-interlaboratory experiment; the following approaches were used to obtain the measurement result: the method for constructing a calibration dependence, the external standard method, and the calculation method.

In addition, the study presents an algorithm and results for calculating the uncertainty of measurements of volume fractions of gases, subject to the provisions of EURACHEM CITAC, as well methodologically influencing factors that were assessed using a multifactorial experiment and its processing by regression analysis.

**Keywords:** certification of measurement methods, medical nitrous oxide, measurement methods, chromatography, calculation of the uncertainty of measurement results

**For citation:** Krasheninina M. P., Galeeva E. V., Fomina I. A., Arslanov I. R., Golynets O. S., Somov D. V. et al. Methodology for measuring volume fractions of gases using gas chromatography in medical nitrous oxide: features of assessing metrological characteristics. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(5):95–112. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-95-112>

The article was submitted 02.05.2023; approved after reviewing 20.10.2023; accepted for publication 25.12.2023.

### Введение

Для оказания медицинской помощи в качестве лекарственных средств имеют широкое применение медицинские газы, такие как кислород медицинский, закись азота, углекислый газ, азот, аргон и др. [1]. Закись азота медицинская, более известная в литературе как «веселящий газ», применяется на протяжении многих десятилетий в России и за рубежом в качестве

анестезирующего средства в медицине, а также в технических целях – в производстве и в пищевой промышленности [2]. Низкий коэффициент растворимости в крови (быстрое начало действия), невысокая стоимость и легкость в использовании сделали закись азота медицинской наиболее часто используемым общим анестетиком в медицине [3]. Закись азота – это бесцветный газ с приятным запахом и сладковатым привкусом,

который тяжелее воздуха, растворим в воде, способен сжижаться при температуре ниже нуля и при обычной комнатной температуре [4]. Использование закиси азота приобрело рутинный порядок в современной анестезии, тем не менее в последние годы были даны рекомендации ограничить применение закиси азота медицинской из-за ее токсичности, возможного увеличения заболеваемости и смертности [5, 6].

Таким образом, именно качество и безопасность закиси азота медицинской как лекарственного средства являются решающими факторами, определяющими качество оказания медицинской помощи.

В соответствии с требованиями Федерального закона от 12 апреля 2010 г. № 61-ФЗ<sup>1</sup>, качество лекарственных средств оценивается по их соответствию требованиям фармакопейной статьи ОФС.1.4.1.0023.18 [7]. Однако разработчики (производители или изготовители) определяют показатели качества лекарственных средств с учетом показаний к медицинскому применению, особенностей технологического процесса, возможного состава родственных и технологических примесей, общей токсичности, а также требований Государственной фармакопеи РФ к данной лекарственной форме (требования общей ФС) и к конкретному лекарственному средству [8, 9].

Важно отметить, что в современном анализе лекарственных средств и фармацевтических субстанций ведущую роль играют методы хроматографии, сочетающие разделение и определение компонентов, что обеспечивает селективность, эффективность и универсальность при идентификации и оценке количественного содержания отдельных аналитов [10, 11].

Определение массовой доли закиси азота медицинской в химических соединениях проводят, как правило, методом недисперсионного ИК поглощения или газохроматографическим методом [12]. Однако, согласно действующему законодательству в области обеспечения единства измерений, а именно – № 102-ФЗ<sup>2</sup>, а также с учетом Постановления Правительства РФ от 16 ноября 2020 г. № 1847<sup>3</sup>, мероприятия государственного контроля (надзора) должны осуществляться с применением аттестованных методик измерений.

<sup>1</sup> Федеральный закон от 12 апреля 2010 года № 61-ФЗ «Об обращении лекарственных средств».

<sup>2</sup> Федеральный закон от 26 июня 2008 года № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений».

<sup>3</sup> Постановление Правительства РФ от 16 ноября 2020 г. № 1847 «Об утверждении перечня измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений».

Лаборатории ФГБУ «ИМЦЭУАОСМП» Росздравнадзора<sup>4</sup> осуществляют контроль (надзор) за качеством медицинских газов разных производителей, частные фармакопейные статьи которых могут содержать разные методы получения результата измерений. При этом существует острая необходимость проведения испытаний непосредственно в медицинских учреждениях на базе передвижных лабораторий [13]. Поэтому для возможности осуществления контроля качества закиси азота медицинской всех производителей в России необходимо применять унифицированную аттестованную методику измерений объемных долей газов в закиси азота медицинской, для которой оценены показатели точности и другие метрологические характеристики.

Несмотря на столь широкое применение закиси азота медицинской, согласно сведениям из ФИФ ОЕИ<sup>5</sup> по состоянию на 2022 г., в реестре представлена информация о семи аттестованных методиках измерений объемной доли закиси азота и его примесей в закиси азота газохроматографическим и фотометрическим методами. Проведенный анализ показал отсутствие сведений о методике измерений объемных долей закиси азота и его примесей в закиси азота медицинской, пригодной для использования в условиях передвижных лабораторий Росздравнадзора, поэтому обеспечение достоверности, объективности и сопоставимости результатов измерений объемных долей газов (основного действующего вещества и примесей) в закиси азота медицинской в медицинской лабораторной диагностике является актуальной задачей.

Цель настоящего исследования состояла в разработке и аттестации методики измерения объемных долей газов (основного действующего вещества и примесей) в закиси азота медицинской методом газовой хроматографии с применением портативных устройств. Исследование решало следующие задачи: а) выбор условий пробоподготовки; б) оптимизация нескольких вариантов получения результатов измерений методом построения многоточечной градуировочной зависимости, методом внешнего стандарта и расчетным методом; в) оценивание и подтверждение метрологических характеристик методики измерений.

<sup>4</sup> Федеральное государственное бюджетное учреждение «Информационно-методический центр по экспертизе, учету и анализу обращения средств медицинского применения» Федеральной службы по надзору в сфере здравоохранения (Росздравнадзор).

<sup>5</sup> ФИФ ОЕИ – Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

## Материалы и методы

### Объект исследований

Объектом исследований являлась поверочная газовая смесь ГСО 10532–2014, состав которой моделирует возможный состав азота закиси медицинской.

### Оборудование и материалы

В работе использованы портативные газохроматографические комплексы на основе портативного газового хроматографа типа «ПИА» (ООО «НПФ МЭМС», г. Самара) с детектором по теплопроводности и термохимическим детектором (зарегистрировано в ФИФ ОЕИ 60785–15) (рис. 1). Метрологические характеристики хроматографов приведены в табл. 1.

Для измерения температуры использовали прибор комбинированный Testo 608-H1 (Testo Instruments Co. Ltd., Китай) с диапазоном измерений температуры от 0 до 55 °С, с абсолютной погрешностью измерений температуры ±0,5 °С. Для измерения давления использовали Барометр-анероид («Гидрометприбор», Россия) с диапазоном измерений от 79,5 кПа до 105 кПа и ценой деления 0,1 кПа.

Относительное среднеквадратическое отклонение выходного сигнала по времени удерживания, высоте и площади пика не превышает 2,0% для указанных детекторов газовых хроматографов.

### Метод измерения

Аттестацию методики измерений проводили в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009, который распространяется на методики (методы) измерений, включая методики количественного химического анализа, и устанавливает общие положения и требования, относящиеся к разработке, аттестации, стандартизации, применению методик измерений и метрологическому надзору за ними [14].

Показатели точности методики измерений оценивали с учетом положений РМГ 61–2010.

Алгоритм расчета неопределенности результатов измерений объемных долей газов выполняли с учетом положений руководства ЕВРАХИМ / СИТАК [15] и с учетом положений ГОСТ 34100.3–2017 с целью подтверждения соответствия лабораторий требованиям ГОСТ ISO/IEC17025–2019.

Таблица 1. Метрологические характеристики газовых хроматографов типа «ПИА» (ООО «НПФ МЭМС», г. Самара)

Table 1. Metrological characteristics of gas chromatographs of the PIA type (LLC NPF MEMS, Samara)

Детектор	Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, В, не более	Предел детектирования, г/см <sup>3</sup> , не более	Контрольное вещество
ДТП	$8 \cdot 10^{-5}$	$3,75 \cdot 10^{-9}$	Пропан
ДТХ	$3 \cdot 10^{-5}$	$5,0 \cdot 10^{-11}$	Пропан

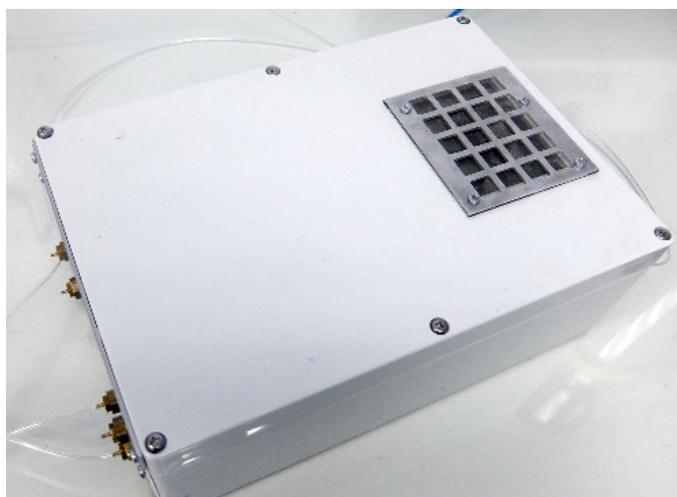


Рис. 1. Внешний вид портативного газохроматографического комплекса на основе хроматографа газового портативного «ПИА»

Fig. 1. Appearance of a portable gas chromatographic complex based on a portable gas chromatograph PIA

В основу методики измерений положен метод газовой хроматографии с учетом положений ОФС.1.2.1.2.0004.15 без предварительной подготовки в газоадсорбционном варианте хроматографии с последующей регистрацией компонентов детектором по теплопроводности (далее – ДТП) и термохимическим детектором (далее – ДТХ).

Хроматографическое разделение компонентов проводили с использованием трех модулей газового хроматографа с использованием микронасадочных хроматографических колонок планарного типа, представленных в табл. 2.

Из литературных данных и опыта аналитической хроматографии известно, что цеолиты NaX и CaA (молекулярные сита) показывают хорошую разделяющую способность в отношении пары кислород – азот, а углеродные молекулярные сита (Карбоксен) в отношении пар кислород – угарный газ и угарный газ – углекислота. При этом единственным чувствительным к постоянным газам, простым в эксплуатации, недорогим и портативным детектором является катарометр (ДТП). Выбор в пользу термохимического детектора (ТХД) в модуле Б обусловлен как низкой концентрацией аналита (около 5 ppm), так и его восстанавливающими свойствами.

Оценка показателей правильности методики измерений объемных долей закиси азота, оксида и диоксида углерода, кислорода, азота методом газовой

хроматографии в закиси азота медицинской проведена с помощью образцов для оценивания в соответствии с РМГ 61-2010. В качестве образцов для оценивания использовали стандартные образцы утвержденных типов ГСО 10532-2014. Стандартные образцы были подобраны с учетом рекомендаций ОФС.1.1.0012.15 и [16] таким образом, чтобы диапазон измерений методики был на 20% больше диапазона измерений, который заявлен в технической документации на закись азота медицинскую ОФС.1.4.1.0023.18. Диапазоны измерений методики, а также подобранные стандартные образцы приведены в табл. 3.

Показатели прецизионности оценены в Ярославском филиале ФГБУ «ИМЦЭУАОСМП» Росздравнадзора в ходе квазимежлабораторного эксперимента, проведение которого допускается пунктом 5.2.2 ГОСТ Р 5725–2.

Согласно п. 5.2.2 ГОСТ Р 5725–2-2002, под «лабораторией» подразумевается сочетание таких факторов, как оператор, оборудование и место выполнения измерений (испытаний). Таким образом, одно «место выполнения» испытания, или лаборатория в обобщенном значении этого слова, может представлять собой несколько «лабораторий» в том случае, если оно может предусматривать несколько операторов, каждый из которых располагает своим рабочим местом с комплектом оборудования и условиями, в которых должна выполняться работа.

Таблица 2. Модули измерений, использованные в методике  
Table 2. Measurement modules used in the method

Модуль А O <sub>2</sub> и N <sub>2</sub>	Модуль Б CO	Модуль В CO <sub>2</sub> и (O <sub>2</sub> и N <sub>2</sub> )
<ul style="list-style-type: none"> <li>• хроматографическая колонка сечением <math>1 \cdot 10^{-3} \times 1 \cdot 10^{-3}</math> м, длиной 2 м, заполненная молекулярными ситами с зернением 80/100 меш;</li> <li>• температурный режим термостата колонок – изотермический;</li> <li>• рабочая температура термостата колонок 60–80 °С;</li> <li>• тип газа-носителя – гелий (<math>\geq 99,99\%</math>);</li> <li>• расход газа-носителя <math>1,7 \times 10^{-7}</math> м<sup>3</sup>/с;</li> <li>• тип детектора – ДТП;</li> <li>• объем дозы <math>0,25 \times 10^{-3}</math> л;</li> <li>• время анализа 300 с.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• хроматографическая колонка сечением <math>1 \cdot 10^{-3} \times 1 \cdot 10^{-3}</math> м, длиной 2 м, заполненная сорбентом Carboxen 1 000 с зернением 80/100 меш;</li> <li>• температурный режим термостата колонок – изотермический;</li> <li>• рабочая температура термостата колонок 70–90 °С;</li> <li>• тип газа-носителя – сжатый воздух;</li> <li>• расход газа-носителя <math>1,7 \times 10^{-7}</math> м<sup>3</sup>/с;</li> <li>• тип детектора – ТХД;</li> <li>• объем дозы <math>0,25 \times 10^{-3}</math> л;</li> <li>• время анализа 300 с.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• хроматографическая колонка сечением <math>1 \cdot 10^{-3} \times 1 \cdot 10^{-3}</math> м, длиной 1 м, заполненная сорбентом Carboxen 1 000 с зернением 80/100 меш;</li> <li>• температурный режим термостата колонок – изотермический;</li> <li>• рабочая температура термостата колонок 60–80 °С;</li> <li>• тип газа-носителя – гелий (<math>\geq 99,99\%</math>);</li> <li>• расход газа-носителя <math>1,7 \times 10^{-7}</math> м<sup>3</sup>/с;</li> <li>• тип детектора – ДТП;</li> <li>• объем дозы <math>0,25 \times 10^{-3}</math> л;</li> <li>• время анализа 300 с.</li> </ul>

Таблица 3. Диапазоны измерений методики, метрологические характеристики стандартных образцов утвержденных типов

Table 3. Measurement ranges of the method, metrological characteristics of certified reference materials

Стандартные образцы	Аттестованное значение объемной доли газов, погрешности аттестованных значений, %				
	Закись азота	Кислород	Оксид углерода	Диоксид углерода	Азот
	98-100	0,05-0,2	0,0003-0,0010	0,02-0,04	0,05-0,20
ГСО 10532-2014 Баллон № 17088	94,75 ± 0,19	0,1780 ± 0,0050	0,00097 ± 0,00008	0,0398 ± 0,0020	0,1780 ± 0,0050
ГСО 10532-2014 Баллон № 15178	97,71 ± 0,20	0,0950 ± 0,0050	0,00048 ± 0,00004	0,0304 ± 0,0015	0,0960 ± 0,0050
ГСО 10532-2014 Баллон № 15206	99,50 ± 0,05	0,0515 ± 0,0026	0,00039 ± 0,00003	0,0204 ± 0,0010	0,0524 ± 0,0026

Таким образом, в работе участвовали три оператора и три комплекта оборудования, у каждого оператора было организовано свое рабочее место.

### Метод построения градуировочной зависимости (Метод А)

Уравнение измерений объемных долей газов при построении многоточечной градуировочной зависимости имеет вид

$$\Phi_{ji} = \frac{(S_{ji} - a_i)}{K_i} \cdot \frac{P_{ep}}{P_a} \cdot \frac{T_{ep}}{T_a} = \frac{(S_{ji} - a) \cdot z \cdot f}{K_i}, \quad (1)$$

где  $\Phi_{ji}$  – результат измерений объемной доли  $i$ -го газа, %;  $S_{ji}$  – измеренное значение площади пика выходного сигнала для  $i$ -го газа, усл. ед.;  $a_i$  – свободный член градуировочной зависимости для  $i$ -го газа;  $K_i$  – угловой член градуировочной зависимости для  $i$ -го газа;  $j = 1, \dots, 3$  – число параллельных результатов единичного анализа;  $z$  – поправочный коэффициент, учитывающий различия в атмосферном давлении при градуировке и при анализе:

$$z = \frac{P_{ep}}{P_a}, \quad (2)$$

где  $P_{ep}$  и  $P_a$  – атмосферное давление при градуировке и при анализе, кПа;  $f$  – поправочный коэффициент, учитывающий различия в температуре при градуировке и при анализе:

$$f = \frac{T_{ep}}{T_a}, \quad (3)$$

где  $T_{ep}$  и  $T_a$  – температура при градуировке и при анализе, К.

Исходя из анализа уравнения (1), при использовании метода построения градуировочной зависимости в первую очередь необходимо определить коэффициенты градуировочных зависимостей, а также оценить погрешность от построения градуировочных зависимостей.

Расчет погрешности градуировочных коэффициентов проводили методом наименьших квадратов в соответствии с алгоритмом, представленным ниже [17]. Расчет проводили в программе Excel с использованием функции «Регрессионный анализ». В качестве средств градуировки использованы ГСО 10532-2014.

Построение многоточечной линейной градуировочной зависимости сводят к оценке коэффициентов  $a$  и  $K$  в уравнении вида

$$S_i = a_i + K_i \Phi_i, \quad (4)$$

Коэффициенты  $a$  и  $K$  вычисляют для каждого газа по формулам:

$$K = \frac{\sum_i \{(\Phi_i - \bar{\Phi})(S_i - \bar{S})\}}{\sum_i (\Phi_i - \bar{\Phi})^2}, \quad (5)$$

$$a_i = \bar{S} - K\bar{\Phi}, \quad (6)$$

стандартное отклонение коэффициентов линейной регрессии

$$CKO_K = \sqrt{\frac{\sum (S_i - Kx_i - a)^2}{(n-2) \sum (\Phi_i - \bar{\Phi})^2}}, \quad (7)$$

$$CKO_a = \sqrt{\left(\frac{\sum (S_i - K\Phi_i - a)^2}{n-2}\right)} \cdot \left(\frac{1}{n} + \frac{\bar{\Phi}^2}{\sum (\Phi_i - \bar{\Phi})^2}\right), \quad (8)$$

стандартное отклонение  $CKO_\Phi$  величины  $x$  по формуле

$$CKO_\Phi = \frac{1}{|K|} \sqrt{CKO_S^2 + CKO_a^2 + CKO_K^2 \Phi^2}. \quad (9)$$

Пример хроматограмм, использованных для построения градуировочной зависимости, полученных методом наложения, приведен на рис. 2 для кислорода и азота.

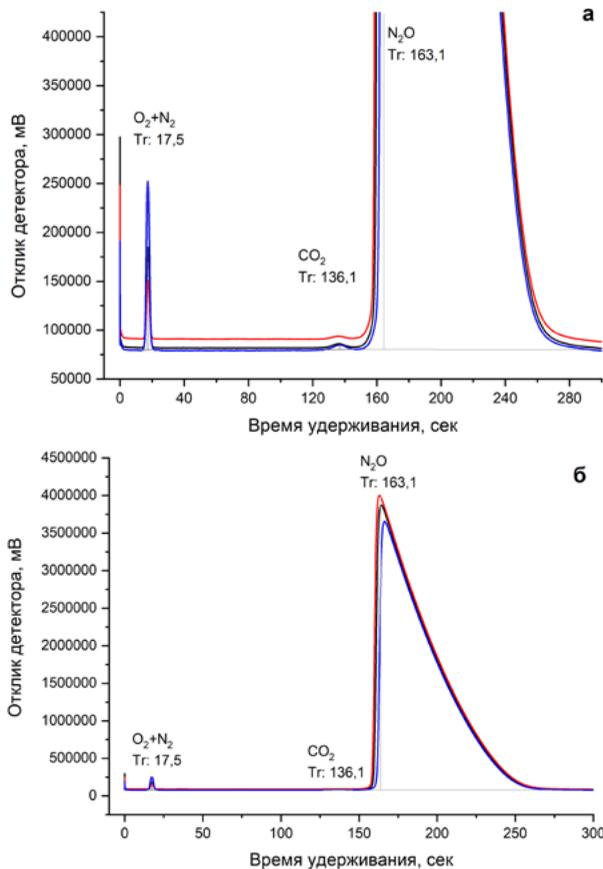


Рис. 2. Хроматограммы, использованные для калибровки, на примере азота и кислорода: а – увеличенный масштаб; б – реальный масштаб

Fig. 2. Chromatograms used for calibration using the example of nitrogen and oxygen: а – enlarged scale, б – real scale

Результаты полученных коэффициентов и градуировочные характеристики, полученные в одной из лабораторий

Ярославского филиала ФГБУ «ИМЦЭУАОСМП» Росздравнадзора, приведены на рис. 3–8.

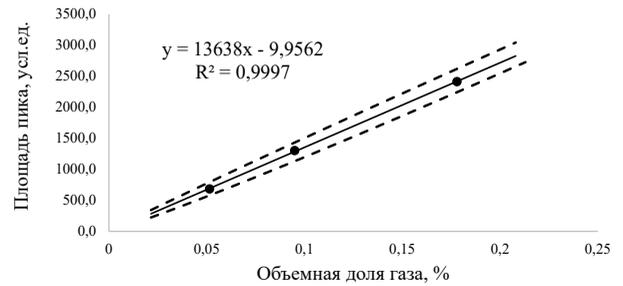


Рис. 3. Градуировочная зависимость для кислорода  
Fig. 3. Calibration dependence of oxygen

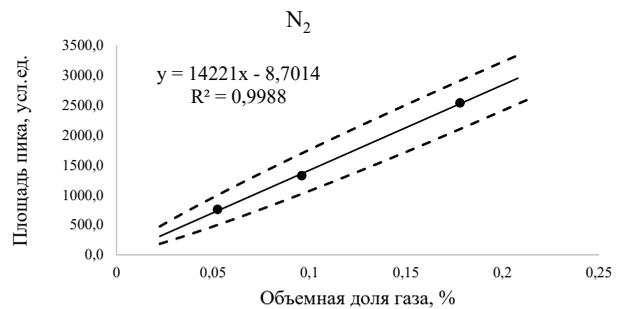


Рис. 4. Градуировочная зависимость для азота  
Fig. 4. Calibration dependence of nitrogen

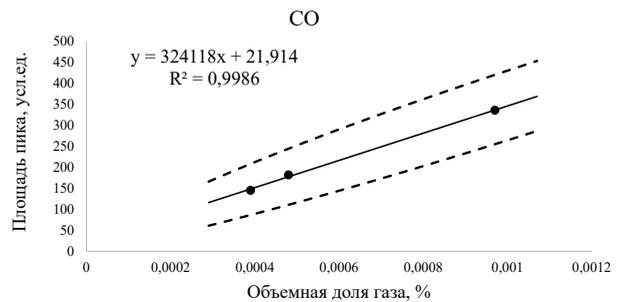


Рис. 5. Градуировочная зависимость для угарного газа  
Fig. 5. Calibration dependence of carbon monoxide

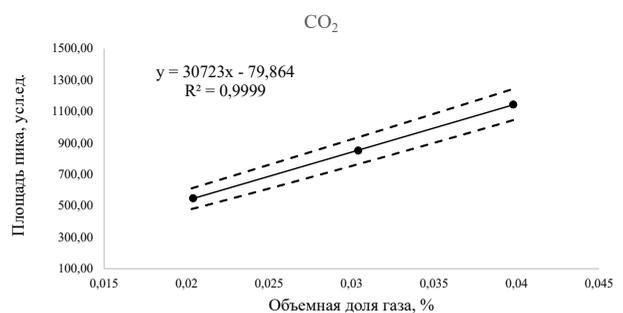


Рис. 6. Градуировочная зависимость для диоксида углерода  
Fig. 6. Calibration dependence of carbon dioxide

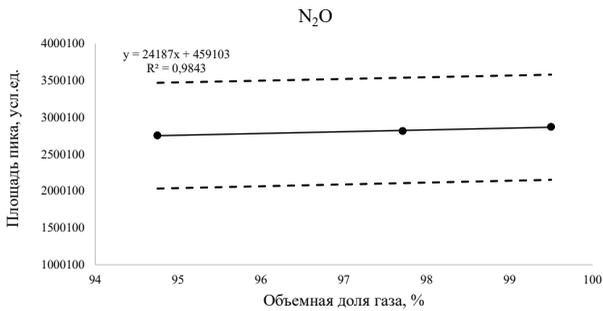


Рис. 7. Градуировочная зависимость для закиси азота  
Fig. 7. Calibration dependence of nitrous oxide

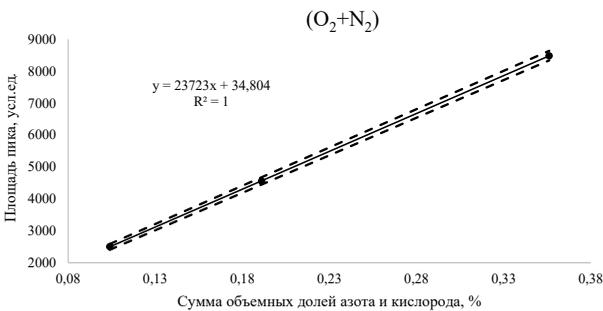


Рис. 8. Градуировочная зависимость для суммы объемных долей азота и кислорода  
Fig. 8. Calibration dependence of the sum of the volume fractions of nitrogen and oxygen

**Метод внешнего стандарта (Метод Б)**

Уравнение измерений объемных долей газов при использовании метода внешнего стандарта имеет вид уравнения (10). В данном методе использован метод однократной градуировки с использованием ГСО 10532–2014.

$$\Phi_{ji} = \frac{\Phi_i^{GCO} \cdot S_{ji}}{S_i^{GCO}}, \quad (10)$$

где  $\Phi_{ji}$  – результат единичного анализа объемной доли  $i$ -го газа, %;  $\Phi_i^{GCO}$  – аттестованное значение объемной доли  $i$ -го газа в стандартном образце, %;  $S_{ji}$  – измеренное значение площади пика выходного сигнала для  $i$ -го газа в испытуемом образце, усл. ед.;  $S_i^{GCO}$  – измеренное значение площади пика выходного сигнала для  $i$ -го газа в стандартном образце, усл. ед.

Количественное определение содержания примесей методом внешнего стандарта предпочтительнее проводить с использованием стандартных образцов примесей с концентрациями, близкими к их ожидаемым концентрациям в испытуемом образце в соответствии с ОФС.1.2.1.2.0001.15.

Расчет показателей точности проведен в соответствии с п. 5 РМГ 61–2010.

**Расчетный метод (Метод В)**

Расчетный метод применяется только для получения результата измерений объемной доли закиси азота в предположении отсутствия других видов примесей, кроме определяемых.

Уравнение измерений объемной доли закиси азота при использовании метода внешнего стандарта имеет вид

$$\bar{\Phi}_{N_2O} = 100 - \bar{\Phi}_{N_2} - \bar{\Phi}_{CO_2} - \bar{\Phi}_{CO} - \bar{\Phi}_{O_2}, \quad (11)$$

где  $\bar{\Phi}_{N_2}$  – объемная доля азота, %;  $\bar{\Phi}_{CO_2}$  – объемная доля диоксида углерода, %;  $\bar{\Phi}_{CO}$  – объемная доля угарного газа, %;  $\bar{\Phi}_{O_2}$  – объемная доля кислорода, %.

При использовании формулы (11), а именно – расчетного метода получения результата измерений объемной доли закиси азота, – могут быть использованы результаты измерений, полученные как для метода построения многоточечной градуировочной зависимости, так и для метода внешнего стандарта.

Расчет показателей точности для этого метода проведен по правилу сложения погрешностей, путем суммирования показателей точности, полученных для азота, кислорода, диоксида углерода и угарного газа по формуле

$$\Delta_{N_2O} = \sqrt{\Delta_{O_2}^2 + \Delta_{N_2}^2 + \Delta_{CO}^2 + \Delta_{CO_2}^2}. \quad (12)$$

**Алгоритм расчета неопределенности результатов измерений для метода А**

Расчет неопределенности результатов измерений проведен для метода построения многоточечной градуировочной зависимости (метод А) с учетом положений ЕВРАХИМ / СИТАК как для наиболее сложного из описываемых методов.

Уравнение измерений для объемной доли ( $\Phi_{ji}$ )  $i$ -го газа имеет следующий вид:

$$\Phi_{ji} = \frac{(S_{ji} - a_i) \cdot P_{ep} \cdot T_{ep}}{K_i \cdot P_a \cdot T_a} = \frac{(S_{ji} - a) \cdot z \cdot f}{K}. \quad (13)$$

Стандартную неопределенность типа А,  $u_A$ , результатов измерений объемной доли газов ( $\Phi_{ij}$ )  $i$ -го газа вычисляют по формуле (на основе экспериментальных данных)

$$u_A(\Phi_i) = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^j (\Phi_{ji} - \bar{\Phi}_i)^2}{j(j-1)}}. \quad (14)$$

Стандартную неопределенность типа  $B$ ,  $u_B$ , измерений объемной доли ( $\Phi_{ni}$ )  $i$ -го газа, исходя из анализа уравнения измерения, определяют композицией составляющих неопределенности, обусловленных неопределенностью определения площади пика –  $S_{ij}$ ; неопределенностью определения коэффициентов градуировочной зависимости –  $K$ ,  $a$ ; неопределенностью измерений давления при градуировке и при анализа –  $P_{zp}$ ,  $P_a$ ; неопределенностью измерений температуры –  $T_{zp}$  и  $T_a$ .

Другими источниками неопределенности, которые не входят в уравнение измерения, но оказывают влияние на результат измерений, являются расход газа носителя, объем аликвоты, температура термостата колонок.

Поскольку в ходе эксперимента одновременно измеряемыми величинами являются независимые друг от друга величины, то их оценки приняты некоррелированными.

Для оценки влияющих факторов, не входящих в уравнение измерений, методом множественной

линейной регрессии [18] ОФС.1.2.1.2.0001.15 с помощью «Пакета анализа» в Microsoft Excel строится модель вида

$$\bar{\Phi} - \bar{\Phi}_o = b_1 (\varphi - \varphi_0) + b_2 (V_{al} - V_{al0}) + b_3 (T_k - T_{k0}), \quad (15)$$

где  $b_1$ ,  $b_2$ ,  $b_3$  – коэффициенты чувствительности для следующих факторов влияния соответственно: расход газа носителя, объем аликвоты, температура термостата колонок;  $\bar{\Phi}$  – среднеарифметическое результатов измерений объемной доли газа в закиси азота медицинской при значениях факторов  $\varphi$ ,  $V_{al}$ ,  $T_k$ ;  $\bar{\Phi}_o$  – среднеарифметическое результатов измерений объемной доли газа в закиси азота медицинской при оптимальных значениях факторов  $\varphi_0$ ,  $V_{al0}$ ,  $T_{k0}$ .

Значения коэффициентов чувствительности и величины их неопределенностей установлены в ходе проведения многофакторного эксперимента. Пределы варьирования факторов и план многофакторного эксперимента приведены в табл. 4 и 5 соответственно.

Таблица 4. Пределы варьирования факторов многофакторного эксперимента

Table 4. Limits of variation of factors in a multifactorial experiment

Номер фактора влияния	Фактор влияния	X0	Величина варьирования, использованная при проведении эксперимента	X+	X-
1	Расход газа носителя, $\varphi$	10 см <sup>3</sup> /мин	2 см <sup>3</sup> /мин	12 см <sup>3</sup> /мин	8 см <sup>3</sup> /мин
2	Объем аликвоты, $V_{al}$	250 мм <sup>3</sup>	50 мм <sup>3</sup>	300 мм <sup>3</sup>	250 мм <sup>3</sup>
3	Температура термостата колонок, $T_k$	70 °C	10 °C	80 °C	60 °C

Таблица 5. План многофакторного эксперимента

Table 5. Multifactorial experimental design

№ опыта/номер фактора	1	2	3
	Расход газа носителя	Объем дозы	Температура термостата колонок
1	X+	X+	X+
2	X-	X-	X+
3	X+	X-	X+
4	X-	X+	X+
5	X+	X+	X-
6	X-	X-	X-
7	X+	X-	X-
8	X-	X+	X-

Стандартная неопределенность измерений объемной доли  $i$ -го газа, оцениваемая по типу В,  $u_B$ , рассчитывается по формуле

$$u_B(\Phi_i) = \left[ \begin{aligned} & b_1^2 u_i^2(\varphi) + b_2^2 u_i^2(V_{al}) + \\ & + b_3^2 u_i^2(T_k) + \\ & + (\varphi - \varphi_0)^2 u_i^2(b_1) + \\ & + (V_{al} - V_{al0})^2 u_i^2(b_2) + \\ & + (T_k - T_{k0})^2 u_i^2(b_3) + \\ & + c_1^2 u^2(S_i) + c_2^2 u^2(K_i) + \\ & + c_3^2 u^2(P_{ep}) + c_4^2 u^2(P_a) + \\ & + c_5^2 u^2(T_{ep}) + c_6^2 u^2(T_a) + \\ & + c_7^2 u^2(a_i) \end{aligned} \right]^{\frac{1}{2}}, \quad (16)$$

где  $b_1, b_2, b_3$  – коэффициенты чувствительности модели, оцененные с помощью «Пакета анализа» Microsoft Excel;  $u(b_1), u(b_2), u(b_3)$  – стандартные неопределенности коэффициентов модели по типу А, оцененные с помощью «Пакета анализа» Microsoft Excel;  $(\varphi - \varphi_0), (V_{al} - V_{al0}), (T_k - T_{k0})$  – допускаемые отклонения расхода газа носителя, объема аликвоты, температуры термостата колонок (оптимальные значения параметров  $\varphi_0 = 10 \text{ мл/см}^3, V_{al0} = 250 \text{ мкл}, T_{k0} = 10 \text{ }^\circ\text{C}$  и допускаемые отклонения приведены в методике измерений);  $u(\varphi)$  – суммарная стандартная неопределенность отклонения расхода газа носителя от оптимального расхода газа носителя;  $u(V_{al})$  – суммарная стандартная неопределенность отклонения объема аликвоты от оптимального объема аликвоты;  $u(T_k)$  – суммарная стандартная неопределенность отклонения температуры термостата колонок от оптимальной температуры термостата колонок;  $u(S_i)$  – суммарная стандартная неопределенность измерений площади пика;  $u(K_i)$  – суммарная стандартная неопределенность углового коэффициента градуировочной зависимости;  $u(P_{ep})$  – суммарная стандартная неопределенность измерения давления при градуировке;  $u(P_a)$  – суммарная стандартная неопределенность измерения давления при анализе;  $u(T_{ep})$  – суммарная стандартная неопределенность измерений температуры при градуировке;  $u(T_a)$  – суммарная стандартная неопределенность измерений температуры при анализе;  $u(a)$  – суммарная стандартная неопределенность свободного члена градуировочной зависимости;  $c_1, c_2, c_3, c_4, c_5, c_6, c_7$  – коэффициенты чувствительности, определяемые из уравнения измерения

объемной доли ( $\Phi_i$ )  $i$ -го газа, определяются как частные производные формулы (13):

$$c_1 = \frac{\partial \Phi_i}{\partial S_i} = \frac{P_{ep} \cdot T_{ep}}{K_i \cdot P_a \cdot T_a}, \quad (17)$$

$$c_2 = \frac{\partial \Phi_i}{\partial K_i} = -\frac{\Phi_i}{K_i}, \quad (18)$$

$$c_3 = \frac{\partial \Phi_i}{\partial P_{ep}} = \frac{(S_i - a_i) \cdot T_{ep}}{K_i \cdot P_a \cdot T_a}, \quad (19)$$

$$c_4 = \frac{\partial \Phi_i}{\partial P_a} = -\frac{\Phi_i}{P_a}, \quad (20)$$

$$c_5 = \frac{\partial \Phi_i}{\partial T_{ep}} = \frac{(S_i - a_i) \cdot P_{ep}}{K_i \cdot P_a \cdot T_a}, \quad (21)$$

$$c_6 = \frac{\partial \Phi_{ni}}{\partial T_a} = -\frac{\Phi_i}{T_a}, \quad (22)$$

$$c_7 = \frac{\partial \Phi_{ni}}{\partial a} = -\frac{P_{ep} \cdot T_{ep}}{K \cdot P_a \cdot T_a}. \quad (23)$$

#### **Неопределенность определения площади пика**

Неопределенность определения площади пика оценивают исходя из разброса результатов измерений, полученных при анализе в виде среднего квадратического отклонения.

#### **Неопределенность коэффициентов градуировочной зависимости**

Неопределенность коэффициентов градуировочной зависимости определяют методом регрессионного анализа по формулам (7) и (8).

Градуировочные зависимости приведены на рис. 3–8.

#### **Неопределенность определения давления при градуировке и при анализе**

Неопределенность определения давления оценивают исходя из свидетельства о поверке и описания типа на используемое средство измерений по формуле, предполагая равномерное распределение:

$$u(P_{ep}) = \frac{\Delta(P_{ep})}{\sqrt{3}}, \quad (24)$$

$$u(P_a) = \frac{\Delta(P_a)}{\sqrt{3}}. \quad (25)$$

#### **Неопределенность определения температуры при градуировке и при анализе**

Неопределенность определения температуры оценивают исходя из свидетельства о поверке и описания

типа на используемое средство измерений по формуле, предполагая равномерное распределение:

$$u(T_{zp}) = \frac{\Delta(T_{zp})}{\sqrt{3}}, \quad (26)$$

$$u(T_a) = \frac{\Delta(T_a)}{\sqrt{3}}. \quad (26)$$

### Расчет суммарной стандартной неопределенности

Суммарную стандартную неопределенность результатов измерений объемной доли ( $\Phi_i$ )  $i$ -го газа оценивают по формуле

$$u_C(\Phi_i) = \sqrt{u_A^2(\Phi_i) + u_B^2(\Phi_i)}. \quad (28)$$

Расширенную неопределенность результатов измерений объемной доли ( $\Phi_{ni}$ )  $i$ -го газа оценивают по формуле

$$U(\Phi_i) = k \cdot u_C(\Phi_i), \quad (29)$$

где  $k$  – коэффициент охвата, равный 2 при вероятности  $P = 0,95$  с учетом положений [15].

Для оценивания неопределенности необходимы данные для построения градуировочной зависимости, расчета углового коэффициента, свободного члена градуировочной зависимости и их стандартных неопределенностей. Необходимые данные приведены на рис. 3–8.

### Результаты и обсуждение

Результаты измерений получены при реализации квазимежлабораторного эксперимента. Результаты измерений, полученные лабораториями, в соответствии с РМГ 61–2010 обрабатывались совместно. Пример представления результатов измерения при измерении объемной доли оксида углерода тремя «лабораториями» ГСО 10532–2014 с аттестованным значением оксида углерода 0,00039% приведен в табл. 6.

После обработки результатов измерений всеми «лабораториями» всех газов во всем диапазоне измерений получены следующие обобщенные метрологические характеристики методики измерений (табл. 7).

Пример расчета неопределенности результатов измерений на примере измерений объемной доли оксида углерода приведен в табл. 8.

Таблица 6. Результаты измерений, полученные «лабораториями» на примере измерений объемной доли оксида углерода

Table 6. Measurement results obtained by «laboratories» using the example of measurements of the volume fraction of carbon monoxide

Номер лаборатории	Аттестованное значение стандартного образца, %	Погрешность аттестованного значения, %	Номер серии результатов измерений	Давление $P_a$ , кПа	Давление $P_{гр}$ , кПа	Температура $T_a$ , К	Температура $T_{гр}$ , К	Площадь пика выходного сигнала, усл. ед.		
								j1	j2	j3
1	0,00039	0,00003	1	98,5	98,5	296,5	296,5	144,84	136,62	141,26
			2	98,5	98,5	296,5	296,5	153,96	139,17	154,10
			3	98,5	98,5	296,5	296,5	147,78	152,23	147,96
			4	100,7	98,5	296,5	296,5	142,78	139,97	141,74
			5	100,7	98,5	296,5	296,5	138,75	137,67	141,26
			6	100,7	98,5	296,5	296,5	137,25	136,29	141,63
			7	100	98,5	296,5	296,5	141,21	143,13	144,50
			8	100	98,5	296,5	296,5	154,18	146,84	136,78
			9	100	98,5	296,5	296,5	149,94	144,60	144,96
			10	100	98,5	296,5	296,5	164,99	145,93	143,04

Окончание табл. 6  
End of Table 6

Номер лаборатории	Аттестованное значение стандартного образца, %	Погрешность аттестованного значения, %	Номер серии результатов измерений	Давление P <sub>a</sub> , кПа	Давление P <sub>гр</sub> , кПа	Температура T <sub>a</sub> , К	Температура T <sub>гр</sub> , К	Площадь пика выходного сигнала, усл. ед.		
								j1	j2	j3
2	0,00039	0,00003	1	100,6	100,4	297	296,8	85,10	83,21	87,26
			2	100,6	100,4	297	296,8	84,74	79,55	87,01
			3	100,6	100,4	297	296,8	84,28	86,01	88,69
			4	100,6	100,4	297	296,8	83,52	83,89	84,08
			5	100,6	100,4	297	296,8	85,51	83,46	84,88
			6	100,6	100,4	297	296,8	85,31	83,72	87,52
			7	100,4	100,4	296,8	296,8	90,44	92,37	91,45
			8	100,4	100,4	296,8	296,8	88,13	90,43	87,73
			9	100,4	100,4	296,7	296,8	79,91	86,80	86,19
			10	100,4	100,4	296,7	296,8	83,21	83,35	85,53
3	0,00039	0,00003	1	98,3	98,3	293,2	293,2	240,75	245,35	242,15
			2	98,3	98,3	293,2	293,2	231,03	241,87	229,19
			3	98,3	98,3	293,2	293,2	238,57	250,16	230,41
			4	98,3	98,3	293,2	293,2	238,19	244,66	257,37
			5	98,3	98,3	293,2	293,2	230,31	236,59	246,75
			6	98,3	98,3	293,2	293,2	229,08	252,12	245,05
			7	98,3	98,3	293,2	293,2	218,05	238,72	254,17
			8	98,3	98,3	293,2	293,2	239,34	217,68	214,45
			9	98,3	98,3	293,2	293,2	221,79	235,51	240,99
			10	98,3	98,3	293,2	293,2	227,87	220,87	235,44

### Заключение

Установление и контроль метрологических характеристик измерений основного действующего вещества и примесей в закиси азота медицинской является актуальной задачей в силу широкого применения этого лекарственного средства в медицинской практике.

Для характеристики определения основного действующего вещества и примесей в закиси азота медицинской наиболее удобным средством метрологического

обеспечения сопоставимости и прослеживаемости результатов измерений применяют *высокоточные* методики измерений. Учитывая отсутствие методик измерения объемных долей закиси азота, оксида и диоксида углерода, кислорода, азота, неконденсирующихся газов в закиси азота медицинской с применением портивных устройств, авторы поставили цель разработать и апробировать методику измерений, основанную на методе газовой хроматографии.

Таблица 7. Метрологические характеристики методики измерений  
Table 7. Metrological characteristics of the measurement method

Определяемый компонент	Диапазон измерений объемной доли газов, %	Метод	Показатель повторяемости (относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_{R0}$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_{R0}$ , %	Показатель правильности (границы относительной неисключенной систематической погрешности при доверительной вероятности $P=0,95$ ), $\delta c$ , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности $P=0,95$ ), $\delta$ , %
CO	0,0003 – 0,0010	А, Б	5,0	6,5	6,0	14
CO <sub>2</sub>	0,02 – 0,04	А, Б	3,0	4,0	4,5	9
O <sub>2</sub>	0,05 – 0,20	А, Б	3,0	4,0	4,5	9
N <sub>2</sub>	0,05 – 0,20	А, Б	3,0	4,0	4,5	9
N <sub>2</sub> O	98,0 – 100,0	А, Б	2,0	3,0	1,5	6
N <sub>2</sub> O	98,0 – 100,0	В	0,1	0,2	0,3	0,5
N <sub>2</sub> +O <sub>2</sub>	0,02 – 0,04	А, Б	2,0	3,0	2,0	6

Таблица 8. Бюджет неопределенности результатов измерений оксида углерода методом газовой хроматографии с использованием градуировочной зависимости

Table 8. Uncertainty budget for carbon monoxide measurements using gas chromatography via a calibration curve

Источник	Оценка	Ед. изм.	$u_i$	Козф. чувств. $c_i$	Закон распр.	$c_i u_i$	$c_i^2 u_i^2$
$\Phi$	0,00037	%	$5,01 \cdot 10^{-6}$	1	N	$5,0 \cdot 10^{-6}$	$2,5 \cdot 10^{-11}$
$S$	144,51	усл.ед.	1,19	$3,1 \cdot 10^{-6}$	N	$3,7 \cdot 10^{-6}$	$1,4 \cdot 10^{-11}$
$K$	324117,69	-	1220,67	$-1,2 \cdot 10^{-9}$	N	$-1,4 \cdot 10^{-6}$	$2,0 \cdot 10^{-12}$
$P_{sp}$	98,5	кПа	0,115	$3,8 \cdot 10^{-6}$	R	$4,4 \cdot 10^{-7}$	$2,0 \cdot 10^{-13}$
$P_a$	98,5	кПа	0,115	$-3,8 \cdot 10^{-6}$	R	$-4,4 \cdot 10^{-7}$	$1,9 \cdot 10^{-13}$
$T_{sp}$	296,5	К	0,3	$1,3 \cdot 10^{-6}$	R	$3,7 \cdot 10^{-7}$	$1,4 \cdot 10^{-13}$
$T_a$	296,5	К	0,3	$-1,3 \cdot 10^{-6}$	R	$-3,6 \cdot 10^{-7}$	$1,3 \cdot 10^{-13}$
$a$	21,91	-	8,16	$-3,1 \cdot 10^{-6}$	N	$-2,5 \cdot 10^{-5}$	$6,3 \cdot 10^{-10}$
$\varphi$	10	см <sup>3</sup> /мин	0,58	$-2,2 \cdot 10^{-6}$	N	$-1,3 \cdot 10^{-6}$	$1,6 \cdot 10^{-12}$
$V_{al}$	250	мм <sup>3</sup>	2,89	$-3,7 \cdot 10^{-7}$	N	$-1,1 \cdot 10^{-6}$	$1,2 \cdot 10^{-12}$
$T_k$	70	°С	1,2	$-9,4 \cdot 10^{-7}$	N	$-1,1 \cdot 10^{-6}$	$1,2 \cdot 10^{-12}$
$b_1$	$-2,2 \cdot 10^{-6}$	см <sup>3</sup> /мин	$3,85 \cdot 10^{-6}$	0,58	N	$2,2 \cdot 10^{-6}$	$4,9 \cdot 10^{-12}$
$b_2$	$-3,7 \cdot 10^{-7}$	мкл	$3,08 \cdot 10^{-7}$	2,89	N	$8,9 \cdot 10^{-7}$	$7,9 \cdot 10^{-13}$
$b_3$	$-9,4 \cdot 10^{-7}$	°С	$7,70 \cdot 10^{-7}$	1,15	N	$8,9 \cdot 10^{-7}$	$7,9 \cdot 10^{-13}$

Окончание табл. 8  
End of Table 8

Источник	Оценка	Ед. изм.	$u_i$	Козф. чувств. $c_i$	Закон распр.	$c_i u_i$	$c_i^2 u_i^2$
Стандартная неопределенность типа А, $u_A$ , %						$5,01 \cdot 10^{-6}$	
Стандартная неопределенность типа В, $u_B$ , %						$2,57 \cdot 10^{-5}$	
Суммарная стандартная неопределенность, $u_C$ , %						$2,62 \cdot 10^{-5}$	
Расширенная неопределенность, $U$ , %						$5,24 \cdot 10^{-5}$	
Относительная расширенная неопределенность, $U_0$ , %						14,0	

В ходе проведенного исследования определены оптимальные условия пробоподготовки, выполнены исследования метрологических характеристик методики измерений для получения результатов измерений путем организации квазимежлабораторного эксперимента, при этом использованы метод построения градуировочной зависимости, метод внешнего стандарта и расчетный метод для получения результата измерений. Разработанный алгоритм и результаты расчета неопределенности измерений объемных долей газов выполнен с учетом положений ЕВРАХИМ / СИТАК, а также с учетом методических влияющих факторов, которые оценивались с помощью многофакторного эксперимента и его обработки методом регрессионного анализа.

При аттестации разработанной методики измерений определены следующие метрологические характеристики: показатель повторяемости, показатель воспроизводимости, показатель правильности; показатель точности, стандартные неопределенности типа А и В, суммарная и расширенная неопределенности измерений.

Методика измерений объемных долей закиси азота, оксида и диоксида углерода, кислорода, азота, неконденсирующихся газов методом газовой хроматографии в закиси азота медицинской аттестована, зарегистрирована в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений ФР.1.31.2023.45047.

Теоретическая значимость полученных результатов заключается в разработке методологических подходов к процедуре анализа качества закиси азота медицинской.

Практическая значимость полученных результатов заключается в возможности применения разработанной методики для проведения государственного контроля качества закиси азота медицинской как в условиях стационарной лаборатории, так и на базе передвижной лаборатории.

**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 ФГБУ «ИМЦЭВАОСМП» Росздравнадзора.

**Acknowledgments:** This research did not receive financial support in the form of a grant from any governmental, for-profit, or non-profit organizations. All measurements were carried out using the equipment of the Information and Methodological Center for Examination, Accounting and Analysis of Circulation of Medical Products.

**Вклад соавторов:** Крашенинина М. П. – разработка замысла исследования, написание чернового варианта статьи, подготовка визуальных материалов, курирование исследовательской деятельности, проверка и редакция текста статьи; Галеева Е. В. – постановка проблемы, разработка концепции исследования, разработка методики, сбор и предоставление материалов для исследования, подготовка и редактирование текста статьи; Фомина И. А. – организация и проведение исследовательских работ, табличное и графическое представление результатов; Арысланов И. Р. – разработка методики, сбор и предоставление материалов для исследования, подготовка и редактирование текста статьи; Голынец О. С. – курирование исследовательской деятельности, проверка и редакция текста статьи; Сомов Д. А. – проверка и редакция текста статьи, утверждение окончательного варианта статьи, ресурсное обеспечение исследования; Галеев Р. Р. – проверка и редакция текста статьи, утверждение окончательного варианта статьи, ресурсное обеспечение исследования; Хохлов А. Л. – проверка и редакция текста статьи, утверждение окончательного варианта статьи, ресурсное обеспечение исследования.

**Contribution of the authors:** Krasheninina M. P. – development of the research concept, writing a draft of the article, preparing visual materials, supervision of research activities, revision of the text; Galeeva E. V. – formulation of the problem, development of the research concept, development of methodology, collection and provision of materials for the study, preparation and revision of the text; Fomina I. A. – organization and conduct of research, tabular and graphical presentation of results; Arslanov I. R. – development of methodology, collection and provision of materials for research, preparation and revision of the text; Golynets O. S. – supervision of research activities, revision

of the text; Somov D. V. – revision of the text, approval of the final version of the article, resource support for the study; Galeev R. R. – revision of the text, approval of the final version of the article, resource support for the study; Khohlov A. L. – revision of the text, approval of the final version of the article, resource support for the study.

**Конфликт интересов:** Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов, связанных с содержанием настоящей статьи.

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

## СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Higher versus lower fractions of inspired oxygen or targets of arterial oxygenation for adults admitted to the intensive care unit / T. L. Klitgaard [et al.] // *Cochrane Database of Systematic Reviews*. 2023. №. 9. P. CD012631. <https://doi.org/10.1002/14651858.CD012631.pub3>
2. Becker D. E., Rosenberg M. Nitrous oxide and the inhalation anesthetics // *Anesth Prog*. 2008. Vol. 55, № 4. P. 124–130. <https://doi.org/10.2344/0003-3006-55.4.124>
3. Nitrous oxide-based techniques versus nitrous oxide-free techniques for general anaesthesia / R. Sun [et al.] // *Cochrane Database of Systematic Reviews*. 2015. Vol.11. P. 117–123. <https://doi.org/10.1002/14651858.CD008984.pub2>
4. Глинка Н. Л. Общая химия: учебное пособие. Л.: Химия, 1983. 704 с.
5. Есть ли место закиси азота в современной анестезиологии? / Д. Б. Борисов [и др.] // *Анестезиология и реаниматология*. 2018. Т. 63, № 2. С. 96–102. <https://doi.org/10.18821/0201-7563-2018-63-2-96-102>
6. Sood R., Parent T. Peripheral polyneuropathy and acute psychosis from chronic nitrous oxide poisoning: A case report with literature review // *Medicine (Baltimore)*. 2022. Vol. 101, № 3. P. e28611. <https://doi.org/10.1097/MD.0000000000028611>
7. Ferrer M., Pelosi P. European respiratory monograph: Clinical handbook for respiratory professional. UK: Printed by Latimer Trend & Co. Ltd, 2012. 248 p.
8. Выявление номенклатуры газов для применения в медицинских целях и обоснование предложений по регулированию их обращения / Ю. В. Мирошниченко [и др.] // *Военно-медицинский журнал*. 2018. Т. 339, № 12. С. 46–54.
9. Саканян Е. И. Подходы к унификации национальных и зарубежных требований к качеству медицинских газов // *Вестник российской военно-медицинской академии*. 2015. № 3. С. 162–165.
10. Лутцева А. И. Методические подходы к выбору методов установления подлинности лекарственных средств // *Ведомости НЦЭСМП*. 2017. Т. 7, № 2. С. 71–76.
11. Salamonsen L. A., Cole W. J., Salamonsen R. F. Simultaneous trace analysis of nitrous oxide and halothane in air // *British Journal of Anaesthesia*. 1978. Vol. 50, № 3. P. 221–227. <https://doi.org/10.1093/bja/50.3.221>
12. Concentrations of anaesthetic gases in hospital operating theatres / K. Sitarek [et al.] // *International Journal of Occupational Medicine and Environmental Health*. 2000. Vol. 13, № 1. P. 61–66.
13. Somov D. V., Galeeva E. V., Фалалеева Т. С. Современный подход к организации контроля качества кислорода медицинского // *Вестник Росздравнадзора*. 2021. № 4. С. 38–45.
14. Сулаберидзе В. Ш., Неклюдова А. А. Гармонизация международных и национальных форм подтверждения соответствия методик измерений // *Вестник Тамбовского государственного технического университета*. 2022. Т. 28, № 4. С. 587–595. <https://doi.org/10.17277/vestnik.2022.04.pp.586-595>
15. Руководство ЕВРАХИМ / СИТАК CG4. Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях. 3-е изд. // Eurachem [Электронный ресурс]. URL: [https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/QUAM2012\\_P1\\_RU.pdf](https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/QUAM2012_P1_RU.pdf). (дата обращения: 10.08.2023).
16. Валидация методик химического анализа: практический пример / М. Ю. Медведевских [и др.] // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2020. Т. 86, № 8. С. 72–79. <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2020-86-8-72-79>
17. Hibbert D. B. The uncertainty of a result from a linear calibration // *The Analyst*. 2006. Vol. 131, № 12. P. 1273–1278. <https://doi.org/10.1039/b615398d>
18. Дёрффель К. Статистика в аналитической химии: пер. с нем. М.: Мир, 1994. 268 с.

## REFERENCES

1. Klitgaard T. L., Schjørring O. L., Nielsen F. M., Meyhoff C. S., Perner A., Wetterslev J. et al. Higher versus lower fractions of inspired oxygen or targets of arterial oxygenation for adults admitted to the intensive care unit. *Cochrane Database of Systematic Reviews*. 2023;(9): CD012631. <https://doi.org/10.1002/14651858.CD012631.pub3>

2. Becker D. E., Rosenberg M. Nitrous oxide and the inhalation anesthetics. *Anesth Prog.* 2008;55(4):124–130. <https://doi.org/10.2344/0003-3006-55.4.124>
3. Sun R., Jia W. Q., Zhang P., Yang K., Tian J. H., Ma B. et al. Nitrous oxide-based techniques versus nitrous oxide-free techniques for general anaesthesia. *Cochrane Database of Systematic Reviews.* 2015;(11):117–123. <https://doi.org/10.1002/14651858.CD008984.pub2>
4. Glinka N. L. General chemistry: textbook. Leningrad: Khimiya; 1983. 704 p. (In Russ.).
5. Borisov D. B., Dunts P. V., Zabolotskikh I. B. et al. Is there a place for nitrous oxide in modern anesthesiology? *Journal of Anesthesiology and Reanimatology.* 2018;63(2):96–102. (In Russ.). <https://doi.org/10.18821/0201-7563-2018-63-2-96-102>
6. Sood R., Parent T. Peripheral polyneuropathy and acute psychosis from chronic nitrous oxide poisoning: A case report with literature review. *Medicine (Baltimore).* 2022;101(3):e28611. <https://doi.org/10.1097/MD.00000000000028611>
7. Ferrer M., Pelosi P. European respiratory monograph: Clinical handbook for respiratory professional. UK: Printed by Latimer Trend & Co. Ltd; 2012. 248 p.
8. Miroshnichenko Yu. V., Shchegolev A. V., Enikeeva R. A., Grachev I. N. Identification of the nomenclature of gases for medical use and justification of proposals for regulating their circulation. *Military Medical Journal.* 2018;339(12):46–54. (In Russ.).
9. Sakany E. I., Miroshnichenko Yu. V., Enikeeva R. A., Bicheneva K. A., Perfiliev A. B., Kassu E. M. Approach to unification requirements of national and international general monographs which present quality of medical gases. *Bulletin of the Russian Military Medical Academy.* 2015;(3):162–165. (In Russ.).
10. Lutseva A. I., Bokovikova T. N., Yashkir V. A. Methodological approaches to the choice of identification test methods for medicines. *The bulletin of the scientific centre for expert evaluation of medicinal products. Regulatory research and medicine evaluation.* 2017;7(2):71–76. (In Russ.).
11. Salamonsen L. A., Cole W. J., Salamonsen R. F. Simultaneous trace analysis of nitrous oxide and halothane in air. *British Journal of Anaesthesia.* 1978;50(3):221–227. <https://doi.org/10.1093/bja/50.3.221>
12. Sitarek K., Wesolowski W., Kucharska M., Celichowski G. Concentrations of anaesthetic gases in hospital operating theatres. *International Journal of Occupational Medicine and Environmental Health.* 2000;13(1):61–66.
13. Somov D. V., Galeeva E. V., Falaleeva T. S. Modern approach to the organization of quality control of medical oxygen. *Vestnik Roszdravnadzora.* 2021;(4):38–45. (In Russ.).
14. Sulaberidze V. Sh., Neklyudova A. A. Harmonization of international and national forms of confirmation of conformity of measurement techniques. *Transactions TSTU.* 2022;28(4):587–595. (In Russ.). <https://doi.org/10.17277/vestnik.2022.04.pp.586-595>
15. EURACHEM / CITAC Guide CG 4. Quantifying uncertainty in analytical measurement. (In Russ.). Available at: [https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/QUAM2012\\_P1\\_RU.pdf](https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/QUAM2012_P1_RU.pdf)
16. Medvedevskikh M. Yu., Krasheninina M. P., Sergeeva A. S., Baranovskaya V. B. Validation of analytical methods: case study. *Industrial laboratory. Diagnostics of materials.* 2020;86(8):72–79. (In Russ.) <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2020-86-8-72-79>
17. Hibbert D. B. The uncertainty of a result from a linear calibration. *The Analyst.* 2006;131(12):1273–1278. <https://doi.org/10.1039/b615398d>
18. Doerffel K. Statistik in der analytischen chemie (Russ. ed.: L. N. Statistika v analiticheskoi khimii. Moscow: Mir, 1994. 268 p.). (In Russ.).

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

ГОСТ 8.563-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений = State system for ensuring the uniformity of measurements. Procedures of measurements. М.: Стандартинформ, 2019. 16 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 5725-2-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений = Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method. М.: Издательство стандартов, 2002. 44 с.

ГОСТ 34100.3-2017 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 10532-2014 Стандартный образец состава искусственной газовой смеси на основе инертных и постоянных газов (ИП-М-2) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/389650> (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/](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).

ОФС.1.1.0012.15 Валидация аналитических методик: Государственная фармакопея Российской Федерации XIV издание // Фармакопея.рф [сайт]. URL: <https://pharmacosroeuia.ru/ofs-1-1-0012-15-validatsiya-analiticheskikh-metodik/> (дата обращения: 08.08.2022).

ОФС.1.2.1.2.0001.15 Хроматография: Государственная фармакопея Российской Федерации XIV издание // Фармакопея.рф [сайт]. URL: <https://pharmacosroeuia.ru/ofs-1-2-1-2-0001-15-hromatografiya/> (дата обращения: 08.08.2022).

ОФС.1.2.1.2.0004.15 Газовая хроматография: Государственная фармакопея Российской Федерации XIV издание // Фармакопея.рф [сайт]. URL: <https://pharmacosroeuia.ru/ofs-1-2-1-2-0004-15-gazovaya-hromatografiya/> (дата обращения: 08.08.2022).

ОФС.1.4.1.0023.18 Газы медицинские: Государственная фармакопея Российской Федерации XIV издание // Институт фармакопеи и стандартизации в сфере обращения лекарственных средств [сайт]. URL: <https://pharmacosroeuia.regmed.ru/pharmacosroeuia/izdanie-14/1/1-4/1-4-1-gazy-meditsinskie/> (дата обращения: 08.08.2022).

РМГ 61–2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки = State system for ensuring the uniformity of measurements. Accuracy, trueness and precision measures of the procedures for quantitative chemical analysis. Methods of evaluation. М.: Стандартинформ, 2013.

#### ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

**Крашенинина Мария Павловна** – канд. техн. наук, ученый хранитель ГЭТ 173, ученый хранитель ГВЭТ 208–1, старший научный сотрудник лаборатории метрологии влагометрии и стандартных образцов УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

Россия, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4  
e-mail: [krasheninina\\_m@uniim.ru](mailto:krasheninina_m@uniim.ru)  
Researcher ID B-8302–2019  
<https://orcid.org/0000-0003-3691-1124>

**Галеева Екатерина Владимировна** –руководитель группы РАМАН-спектроскопии и перспективных разработок ФГБУ «ИМЦЭУАОСМП» Росздравнадзора  
109012, Россия, г. Москва, Славянская площадь, д. 4, стр. 1

e-mail: [ikatenavl@gmail.com](mailto:ikatenavl@gmail.com)  
<https://orcid.org/0000-0003-4588-675X>

**Фомина Ирина Александровна** – ведущий специалист группы РАМАН-спектроскопии и перспективных разработок ФГБУ «ИМЦЭУАОСМП» Росздравнадзора

109012, Россия, г. Москва, Славянская площадь, д.4, стр. 1  
<https://orcid.org/0009-0007-2879-9378>

**Арысланов Ильшат Ринатович** – ведущий специалист группы РАМАН-спектроскопии и перспективных разработок ФГБУ «ИМЦЭУАОСМП» Росздравнадзора

109012, Россия, г. Москва, Славянская площадь, д.4, стр. 1  
<https://orcid.org/0000-0003-3631-3087>

#### INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

**Maria P. Krasheninina** – Cand. Sci. (Eng.), Assistant Scientific Custodian of the GET 173, Scientific Custodian of the GVET 208–1, Researcher of the Laboratory for Metrological Support of Moisture Measurement and Reference Materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology

4 Krasnoarmeyskaya st., Yekaterinburg, 620075, Russia  
e-mail: [krasheninina\\_m@uniim.ru](mailto:krasheninina_m@uniim.ru)  
Researcher ID B-8302–2019  
<https://orcid.org/0000-0003-3691-1124>

**Ekatерina V. Galeeva** – Head of the Group of Raman Spectroscopy and Perspective Developments, Information and Methodological Center for Examination, Accounting and Analysis of Circulation of Medical Products

4, bld. 1, Slavyanskaya Square, Moscow, 109012, Russia  
e-mail: [ikatenavl@gmail.com](mailto:ikatenavl@gmail.com)  
<https://orcid.org/0000-0003-4588-675X>

**Irina A. Fomina** – Leading Specialist of the Group of Raman Spectroscopy and Perspective Developments, Information and Methodological Center for Examination, Accounting and Analysis of Circulation of Medical Products

4, bld. 1, Slavyanskaya Square, Moscow, 109012, Russia  
<https://orcid.org/0009-0007-2879-9378>

**Ilishat R. Arslanov** – Leading Specialist of the Group of Raman Spectroscopy and Perspective Developments, Information and Methodological Center for Examination, Accounting and Analysis of Circulation of Medical Products

4, bld. 1, Slavyanskaya Square, Moscow, 109012, Russia  
<https://orcid.org/0000-0003-3631-3087>

**Гольнец Ольга Станиславовна** – ученый хранитель ГВЭТ 176–1, и. о. заведующего лабораторией метрологии влагометрии и стандартных образцов УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

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

e-mail: golynets\_olga@uniim.ru

Researcher ID ABD-7662–2021

<https://orcid.org/0000-0002-6975-7744>

**Olga S. Golynets** – Scientific Custodian of the GVET 176–1, Acting Head of the Laboratory for Metrological Support of Moisture Measurement and Reference Materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology

4 Krasnoarmeyskaya St., Yekaterinburg, 620075, Russia

e-mail: golynets\_olga@uniim.ru

Researcher ID ABD-7662–2021

<https://orcid.org/0000-0002-6975-7744>

**Сомов Дмитрий Владимирович** – канд. фарм. наук, врио генерального директора ФГБУ «ИМЦЭУАОСМП» Росздравнадзора

109012, Россия, г. Москва, Славянская площадь, д. 4, стр. 1

e-mail: somovdv@fgu.ru

<https://orcid.org/0000-0002-9667-1014>

**Dmitriy V. Somov** – Cand. Sci. (Pharm.), Acting General Director, Information and Methodological Center for Examination, Accounting and Analysis of Circulation of Medical Products

4, bld. 1, Slavyanskaya Square, Moscow, 109012, Russian Federation

e-mail: somovdv@fgu.ru

<https://orcid.org/0000-0002-9667-1014>

**Галеев Роман Рашитович** – директор Ярославского филиала ФГБУ «ИМЦЭУАОСМП» Росздравнадзора

150066, Российская Федерация, Ярославская область, г. Ярославль, ул. 1-я Технологическая, здание 4

e-mail: galeev.roman.r@gmail.com

<https://orcid.org/0000-0001-7189-2235>

**Roman R. Galeev** – Director, Yaroslavl branch of the Information and Methodological Center for Examination, Accounting and Analysis of Circulation of Medical Products

4 pervaya Tehnologicheskaya st., Yaroslavl, 150066, Russia

e-mail: galeev.roman.r@gmail.com

<https://orcid.org/0000-0001-7189-2235>

**Хохлов Александр Леонидович** – профессор, академик РАН, д-р мед. наук, ректор, заведующий кафедрой фармакологии и клинической фармакологии ФГБОУ ВО ЯГМУ Минздрава России

150000, Россия, г. Ярославль, ул. Революционная, 5

<https://orcid.org/0000-0002-0032-0341>

**Alexandr L. Khohlov** – Professor, RAS Academician, Dr. Sci. (Med.), Rector, Head of the Department of Pharmacology and Clinical Pharmacology, Yaroslavl State Medical University

Str. 5, Revolutsionnaya str., Yaroslavl, 150000, Russia

<https://orcid.org/0000-0002-0032-0341>

## СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Обзорная статья

УДК 616–07:612.122.1

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-113-125>



# О стандартизации и оценке систем непрерывного мониторинга уровня глюкозы

К. Т. Момыналиев  , М. В. Прокопьев, И. В. Иванов 

ФГБУ «Всероссийский научно-исследовательский и испытательный институт медицинской техники»  
Федеральной службы по надзору в сфере здравоохранения, г. Москва, Россия  
 [kmomynaliev@vniimt.org](mailto:kmomynaliev@vniimt.org)

**Аннотация:** Контроль уровня глюкозы в крови осуществляется с помощью систем непрерывного мониторинга глюкозы (НМГ). Среди всех коммерчески доступных систем НМГ преобладают системы, непрерывно измеряющие концентрацию глюкозы в интерстициальной жидкости подкожной жировой ткани.

Однако сегодня не существует международно признанной референтной методики измерения глюкозы в интерстициальной жидкости, – значит, не соблюдается необходимое условие для обеспечения метрологической прослеживаемости результатов измерений глюкозы, полученных с применением НМГ. К тому же, производители не предоставляют информацию о цепочке прослеживаемости и неопределенности измерений их систем, следовательно полученные с помощью НМГ значения глюкозы не могут быть отслезены до эталонов или референтных методик измерений более высокого порядка.

Кроме того, часто используемый для описания аналитической эффективности систем НМГ показатель – средняя абсолютная относительная разница (MARD) – зависит от многих факторов. Например, на MARD может существенно влиять «время задержки» между изменением уровня глюкозы в крови и интерстициальной глюкозой, особенно при высоких скоростях изменения уровня глюкозы. Наконец, современные системы автоматизированной доставки инсулина (АДИ) со встроенным НМГ могут автоматически приостанавливать или увеличивать инфузию инсулина в ответ на текущие и/или прогнозируемые гипогликемические и гипергликемические явления у детей и взрослых с сахарным диабетом 1 типа (СД1).

Целью обзора является обоснование необходимости установления метрологической прослеживаемости измерений глюкозы системами НМГ, а также обсуждение аналитических и клинических характеристик систем НМГ, предложенных различными профессиональными сообществами.

По результатам обзора сделаны выводы о необходимости, первое – развития метрологического обеспечения измерений глюкозы, выполняемых с применением систем НМГ, и второе – решения проблем обеспечения пациентам доступности и удобства пользования системами НМГ в реальных условиях.

**Ключевые слова:** сахарный диабет, непрерывный мониторинг глюкозы, автоматизированная доставка инсулина, средняя абсолютная относительная разность, метрологическая прослеживаемость

**Список сокращений:** НМГ – непрерывный мониторинг глюкозы; СД – сахарный диабет; ИСЖ – интерстициальная жидкость; ФМГ – флеш-мониторирование глюкозы; МИзм – методика измерений; MARD – средняя абсолютная относительная разница; АДИ – автоматизированная доставка инсулина.

**Ссылка при цитировании:** Момыналиев К. Т., Прокопьев М. В., Иванов И. В. О стандартизации и оценке систем непрерывного мониторинга уровня глюкозы // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 5. С. 113–125. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-113-125>

Статья поступила в редакцию 07.08.2023; одобрена после рецензирования 05.10.2023; принята к публикации 25.12.2023.

## MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

Research Article

# On Standardization and Evaluation of Continuous Glucose Monitoring Systems

Kuvat T. Momynaliev  , Maxim V. Prokopyev, Igor V. Ivanov 

Russian Scientific and Research Institute for Medical Engineering of Federal Service for Supervision  
in the sphere of public health, Moscow, Russia  
 kmomynaliev@vniiimt.org

**Abstract:** Continuous glucose monitoring (CGM) systems are often used to monitor blood glucose levels. Most commercially available CGM systems continuously measure glucose concentrations in the interstitial fluid of subcutaneous adipose tissue. However, there is currently no internationally accepted reference method for measuring interstitial fluid glucose, which is a prerequisite for metrological traceability of glucose measurements obtained using CGM. Since manufacturers do not provide information about the traceability chain and measurement uncertainty of their systems, CGM-derived glucose values cannot currently be adequately traced to standards or higher order reference measurement procedures. Additionally, the «mean absolute relative difference» (MARD) often used to describe the analytical performance of CGM systems is dependent on many factors. For example, the MARD can be significantly affected by the «lag time» between the change in blood glucose and interstitial glucose, especially at high rates of change in glucose. Finally, modern automated insulin delivery (ADI) systems with integrated CGM can automatically suspend or increase insulin infusion in response to current and/or predicted hypoglycemic and hyperglycemic phenomenon in children and adults with type 1 diabetes mellitus (T1DM).

The purpose of the review is justification of the necessity to establish metrological traceability of glucose measurements with CGM systems, as well as a discussion of the analytical and clinical characteristics of CGM systems proposed by various professional communities.

Based on the results of the review, it was concluded that it is necessary to 1) develop metrological support for glucose measurements performed using CGM systems, 2) solve the problems of ensuring the accessibility and usability of CGM systems by patients in real conditions.

**Keywords:** diabetes mellitus, continuous glucose monitoring, automated insulin delivery, mean absolute relative difference, metrological traceability

**Abbreviations used:** CGM – continuous glucose monitoring; DM – diabetes mellitus; ISF – interstitial fluid; FGM – flash glucose monitoring; MP – measurement procedure; MARD – mean absolute relative difference; AID – automated insulin delivery.

**For citation:** Momynaliev K. T., Prokopyev M. V., Ivanov I. V. On standardization and evaluation of continuous glucose monitoring systems. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(5):113–125. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-113-125>

The article was submitted 07.08.2023; approved after reviewing 05.10.2023; accepted for publication 25.12.2023.

### Введение

Непрерывный мониторинг глюкозы (НМГ) в его актуальном состоянии представляет собой синтез систем и технологий, разработанных и усовершенствованных в последние два десятилетия. Датчики НМГ

измеряют уровень глюкозы в течение дня и сообщают уровень глюкозы в венозной крови. Системы НМГ могут быть разделены на инвазивные, минимально инвазивные и неинвазивные [1]. Наибольшее распространение во всем мире в настоящее время имеют минимально

инвазивные (малоинвазивные) системы НМГ: например, в США этими изделиями пользуются более 10 миллионов человек [2].

Малоинвазивные системы НМГ для мониторинга уровня глюкозы в интерстициальной жидкости состоят из (1) сенсора (датчика) глюкозы, вводимого в подкожную жировую ткань для непрерывного измерения концентрации глюкозы в интерстициальной жидкости (ИСЖ), (2) трансмиттера, прикрепленного к датчику и передающего данные (3) приемнику, который отображает результаты.

Первыми доступными минимально инвазивными датчиками были датчики игольчатого типа на основе глюкозооксидазы, но в последние годы также стали доступны имплантируемые датчики на основе флуоресценции. В Российской Федерации в настоящее время зарегистрированы в качестве медицинских изделий следующие малоинвазивные НМГ: система постоянного мониторинга глюкозы в режиме реального времени Guardian® Real-Time CSS72WSMA и сенсор для подкожного мониторинга глюкозы Guardian™ Sensor (3) компании Medtronic MiniMed Inc (США); датчики FreeStyle Libre системы Flash мониторинга глюкозы FreeStyle Libre 2 компании Abbott Diabetes Care (Великобритания)<sup>1</sup>.

Малоинвазивные системы НМГ измеряют уровень глюкозы в интерстициальной жидкости, которая образуется из жидкой части крови – плазмы, проникающей через стенки кровеносных сосудов в межклеточное пространство. Поэтому измерения значений глюкозы, полученные с помощью НМГ [3], отличаются от значений, измеренных традиционными глюкометрами в капиллярной крови. Химический состав тканевой жидкости зависит от обмена веществ между клетками тканей и кровью, что приводит к тому, что ИЖС имеет различный состав в различных тканях.

В практике эксплуатации НМГ обнаруживается коллизия «*in vivo* – *in vitro*»:

– *in vivo*: системы НМГ измеряют уровень глюкозы в организме человека, то есть относятся к *in vivo* исследованиям;

– *in vitro*: стандарты, которые определяют технические требования и документацию для установления метрологической прослеживаемости значений, присваиваемых калибраторам, материалам контроля правильности,

<sup>1</sup> Guardian® Real-Time CSS72WSMA – регистрационное удостоверение № ФСЗ 2008/03066 от 27.11.2008; Guardian™ Sensor (3) – регистрационное удостоверение № РЗН 2021/14585 от 03.11.2021; FreeStyle Libre – регистрационное удостоверение № РЗН 2018/6764 от 11.12.2020; FreeStyle Libre 2 – регистрационное удостоверение № РЗН 2022/16406 от 24.01.2022.

образцам биологического материала человека (например, ГОСТ Р ИСО 17511–2022, ГОСТ Р ИСО 15193–20156, ГОСТ Р ИСО 15194–2013), относятся к *in vitro* исследованиям, то есть к исследованиям **образцов** биологического материала человека.

С одной стороны, формально – указанные стандарты не применимы к НМГ изделиям и в рамках указанных стандартов метрологическая прослеживаемость значений глюкозы, полученных с применением НМГ, может не устанавливаться. С другой стороны, системы НМГ измеряют количественно уровень глюкозы, и на основании этих данных врач может принять клиническое решение о лечении пациента. То есть, с точки зрения безопасности пациента должна быть продемонстрирована эквивалентность измерения глюкозы системой НМГ в интерстициальной жидкости и существующими подходами к измерению глюкозы, например, глюкометрами.

В свою очередь, в ГОСТ Р ИСО 17511–2022 определено, что эквивалентность результатов для измеряемой величины в образцах биологического материала человека может быть достигнута путем установления метрологической прослеживаемости значений, присвоенных калибраторам, используемым в методике измерений (МИзм) к высшему доступному уровню референтной системы для данной измеряемой величины.

Цель настоящего обзора – (а) обоснование необходимости установления метрологической прослеживаемости измерений глюкозы системами НМГ; (б) анализ аналитических и клинических характеристик систем НМГ, таких как точность измерения, клиническая эффективность.

В ходе обзора поставлены следующие задачи: 1) необходимость установления метрологической прослеживаемости измерения глюкозы системой НМГ, 2) оценка подходов к установлению прослеживаемости измерений глюкозы системой НМГ, 3) анализ аналитических и клинических характеристик систем НМГ.

## Особенности измерения уровня глюкозы системами НМГ

**1. Задержка между измерением и отображением результата.** Как уже отмечалось, сенсор глюкозы НМГ вводится в подкожную жировую клетчатку и непрерывно измеряет концентрацию глюкозы в **интерстициальной жидкости**, а не в крови. Поэтому возникает несколько типов задержек [4]. Первый тип – физиологическое отставание: диффузия глюкозы из плазмы крови в подкожно-интерстициальную жидкость приводит к задержке измерения концентрации глюкозы. Второй тип – диффузионное запаздывание: технологическая задержка

вызвана задержкой, связанной с диффузией глюкозы в сенсор. Третий тип – задержка обработки: чтобы сгладить непрерывный поток данных, определенное количество предыдущих показаний сенсора объединяется с самым последним считыванием. Физиологическая задержка составляет около 7–8 мин [5], а технологическая задержка современных устройств составляет около 4–6 мин [6–7]. Большинство исследований показали, что общее время задержки почти никогда не превышает 10–15 мин. Соответственно, в системах НМГ должна быть предусмотрена корректировка значений уровня глюкозы, возникающих в результате задержки между измерением уровня глюкозы в ИЖС и отображением результата ее измерения в венозной крови.

**2. Обмен данными с персональными медицинскими приборами.** Системы НМГ либо непрерывно передают данные (НМГ в реальном времени) от датчика на приемник или смарт-устройство, либо требуют, чтобы их данные активно загружались на приемник или интеллектуальное устройство, удерживая их рядом с датчиком (НМГ с прерывистым сканированием; также называется экспресс-мониторинг глюкозы или флеш-мониторинг глюкозы) [8–12]. Таким образом, важно, чтобы при обмене данными между НМГ и менеджерами (например, сотовыми телефонами, персональными компьютерами, бытовыми медицинскими приборами, телевизионными приставками) была обеспечена функциональная совместимость с автоматическим конфигурированием.

**3. Контроль измерений уровня глюкозы.** В отличие от традиционных глюкометров, которые измеряют уровень глюкозы в капиллярной крови, системы НМГ не имеют возможности для контрольных измерений, например, стабильных растворов, которые имитируют образец биологического материала пациента, поскольку системы НМГ необходимо вводить в гиподерму, где они выполняют измерения *in vivo*. Для современных систем нет контрольного материала, эквивалентного матрице ИЖС.

**4. Прослеживаемость и неопределенности измерений глюкозы.** Подробная информация о цепочке прослеживаемости и неопределенности измерений в настоящее время производителями не предоставляется; поэтому минимально инвазивные значения глюкозы НМГ в настоящее время не могут быть отслежены до эталонов более высокого порядка или референтных методик измерений.

**5. Использование НМГ при лечении.** Клинические специалисты, которые занимаются лечением пациентов с сахарным диабетом, активно внедряют характеристики НМГ, определение которых отсутствует в нормативных

технических документах, устанавливающих нормы, правила, требования к объекту стандартизации. К таким показателям НМГ, например, относятся: а) время, проведенное человеком при уровнях глюкозы в разных диапазонах; б) время при содержании на уровне ниже диапазона нормальных значений; в) время в диапазоне нормальных значений и время выше диапазона нормальных значений [13–16]. Эти целевые значения, включены в действующие клинические рекомендации «Сахарный диабет 1 типа у взрослых», «Сахарный диабет 1 типа у детей», «Сахарный диабет 2 типа у взрослых» Российской ассоциации эндокринологов [17–19], на основании которых оказывается медицинская помощь пациентам.

**6. Вариабельность систем производителей НМГ.** Непосредственные исследования, в которых сравнивались характеристики различных систем НМГ, показали значимые различия не только между результатами измерений, полученных с использованием систем НМГ разных производителей, но и между результатами серий датчиков одной системы НМГ [20–23]. Кроме того, сообщалось, что уровни глюкозы, полученные с использованием систем НМГ разных производителей у одного и того же субъекта, существенно отличались как у подростков, так и у взрослых [24–25].

Из представленных данных видно, что НМГ системы активно используются в практике, клинические врачи самостоятельно разработали характеристики НМГ, на которые необходимо ориентироваться при лечении. С другой стороны, невозможно установить цепочку прослеживаемости в традиционном смысле из-за отсутствия референтной методики измерения концентрации глюкозы в интерстициальной жидкости. То есть точность систем НМГ не может быть достоверно определена, что несет риски для пациента, например, в части безопасности использования НМГ. Принимая во внимание сложность и значимость использования НМГ для лечения пациентов с СД, Международная федерация клинической химии и лабораторной медицины (IFCC) создала Рабочую группу по непрерывному мониторингу уровня глюкозы (далее Рабочая группа). Задачами Рабочей группы является определение следующих критериев:

– измеряемой величины (*measurand*), которая включает наименование величины, компонент/аналит и биологическую систему, в которой она обнаружена;

– методики для установления неопределенности измерения и метрологической прослеживаемости результатов измерения глюкозы, полученных с помощью систем НМГ, до эталонов или референтных методик измерений более высокого порядка в соответствии с ISO 17511;

– методики для оценки аналитических характеристик систем НМГ;

– показателей и соответствующих минимальных критериев приемлемости для аналитических характеристик систем НМГ.

Указанные выше шаги, по мнению Рабочей группы, должны способствовать созданию условий, при которых системы НМГ позволяют получить эквивалентные результаты.

### **Подходы к установлению метрологической прослеживаемости измерений глюкозы системами НМГ**

Метрологическая прослеживаемость – свойство результата измерений, в соответствии с которым результат может быть соотнесен с основой для сравнения через документированную непрерывную цепь калибровок, каждая из которых вносит вклад в неопределенность измерений [26]. Цепочка метрологической прослеживаемости состоит из серии калибраторов и методик измерения. Первичный эталон (первичный калибратор) используется для калибровки референтной методики измерения более высокого порядка, которая, в свою очередь, используется для присвоения номинальных значений калибраторам следующего уровня и так далее. Значение, присвоенное каждому калибратору или конечному результату пациента, имеет неопределенность измерения, которая увеличивается на каждом этапе цепочки прослеживаемости.

Применение общей концепции метрологической прослеживаемости для НМГ в интерстициальной жидкости имеет принципиальное ограничение: в настоящее время не существует референтной методики измерения глюкозы в интерстициальной жидкости. Кроме того, сравнительные измерения в ИЖС потребуют частого сбора образцов ИЖС в достаточно больших объемах за короткие периоды времени, что фактически невозможно [27]. Поэтому используются алгоритмы для прогнозирования результатов измерения уровня глюкозы в цельной крови по результатам НМГ (с учетом времени задержки и других факторов), которые, в свою очередь, математически преобразуются в результаты измерения уровня глюкозы в плазме, что увеличивает погрешность измерения. То есть результаты предсказания уровня глюкозы в крови по данным НМГ в отличие от типичных лабораторных тестов зависят не только от концентрации глюкозы, но включают также погрешность прогноза значений глюкозы в капиллярной/венозной крови. Неопределенность измерения уровня глюкозы может также сильно различаться для

одной и той же концентрации глюкозы, если она измерена перед едой (предприандиальная фаза), либо после еды (постприандиальная фаза).

Системы НМГ обычно калибруются с использованием глюкометров (метод сравнения). Поскольку любая ошибка калибровки сохраняется до следующей или в зависимости от алгоритма калибровки даже до последующих калибровок, чрезвычайно важно, чтобы погрешность измерения анализатора была как можно меньше. Системы НМГ, использующие заводскую калибровку вместо калибровки *in vivo*, дополнительно требуют, чтобы соотношение чувствительности *in vitro* и *in vivo* системы НМГ было постоянным для всех людей. Если это соотношение различно для разных людей, это увеличивает неопределенность измерения и может привести к систематическим различиям между различными системами НМГ. Снизить смещение между данными НМГ и методом сравнения позволяет повторная калибровка результатов измерений путем сравнения с референтными методиками [28].

Рабочая группа рекомендует пациентам с СД отдавать предпочтение глюкометрам для сопоставления значений НМГ со значениями уровня глюкозы в капиллярной крови для самостоятельного контроля диабета. Для использования НМГ в отделении интенсивной терапии уместно сопоставление значений НМГ со значениями уровня глюкозы в венозной крови. Однако использование разных схем калибровки для использования в отделении интенсивной терапии и для домашнего использования приведет к различиям в сообщаемых результатах и может повлечь путаницу в медицинских решениях. Физиологические различия между концентрациями глюкозы в капиллярной/венозной крови и интерстициальной жидкости должны быть детально изучены, поскольку время задержки не охарактеризовано должным образом, так как существует лишь несколько исследований [29]. Кроме того, требует научного изучения влияние физического состояния, движения, уровней регуляторных гормонов или стресса на взаимосвязь между концентрациями глюкозы в интерстициальной жидкости и в крови/плазме соответственно.

### **О характеристике «точности» НМГ – средняя абсолютная относительная разница (MARD)**

Качественная работа систем НМГ важна для безопасного и эффективного использования в диагностике и лечении пациентов с сахарным диабетом. Отсутствие референтных материалов и методик для измерения глюкозы в ИЖС привело к появлению новой измерительной

характеристики систем НМГ – средней абсолютной относительной разности (Mean absolute relative difference, MARD). Этот параметр широко используется, позволяет прямо интерпретировать точность конкретной системы НМГ и позволяет сравнивать эффективность различных систем НМГ.

MARD рассчитывается с использованием согласованных во времени данных о глюкозе из систем НМГ и сравнительных измерений глюкозы (чаще всего полученных путем измерения глюкозы в капиллярной крови) у всех субъектов клинического исследования, например, с помощью анализатора глюкозы YSI 2300 STAT Plus Glucose (Yellow Springs Instrument, США) в клинических исследованиях [30] (рис. 1). Важно отметить, что MARD – это измерение эффективности системы (сенсор + алгоритм), а не только сенсорного элемента. Показатель MARD указывается в процентах как относительное значение средней абсолютной разности между значениями НМГ и соответствующими референтными значениями. Небольшое значение MARD указывает на то, что показания НМГ близки к значению уровня глюкозы, полученному с помощью анализатора, тогда как большее значение MARD указывает на большие расхождения между НМГ и значениями уровня глюкозы, полученными с помощью анализатора.

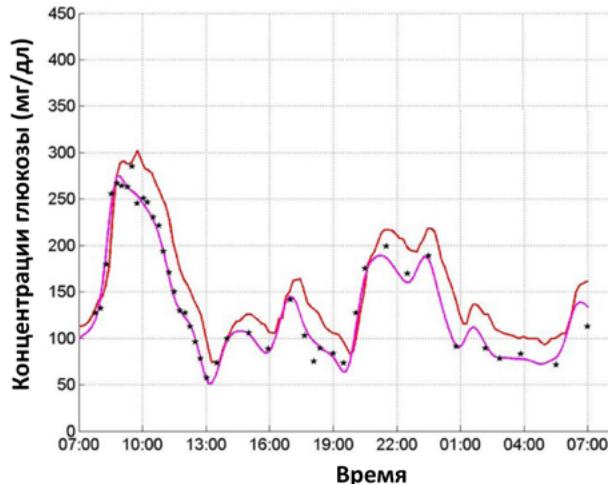


Рис. 1. Измерение уровня глюкозы в крови анализатором (звездочкой выделены измерения уровня глюкозы в отобранных образцах и экстраполированная кривая уровня глюкозы в течение дня выделена фиолетовым цветом) и системой НМГ (красный цвет).

Адаптировано из [31]

Fig. 1. Measurement of blood glucose levels by the analyzer (glucose measurements in selected samples are marked with an asterisk, and the extrapolated glucose curve throughout the day is highlighted in purple) and the CGM system (in red). Adapted from [31]

За последние 20 лет значительно повысилась эффективность датчиков НМГ, величина MARD современных систем НМГ составляет менее 10%. Улучшения эффективности НМГ также позволили интегрировать НМГ в современные системы автоматизированной доставки инсулина (automated insulin delivery, AID). По данным Bailey и Alva [32], значение MARD 10% и менее может считаться достаточным для принятия решений о дозировании инсулина на основе определяемых показаний.

Улучшения в MARD также привели к изменению схемы использования НМГ в ежедневном самоконтроле, особенно лицами, получающими интенсивную терапию инсулином. До 2016 года все системы НМГ были показаны для использования в качестве дополнения к традиционному мониторингу уровня глюкозы в крови. Пользователям было рекомендовано подтвердить свои значения НМГ с помощью результата измерения глюкозы из пальца глюкометром, прежде чем вносить какие-либо коррективы в дозировку инсулина. Повышение эффективности систем НМГ позволило Управлению по санитарному надзору за качеством пищевых продуктов и медикаментов США<sup>2</sup> одобрить использование НМГ систем без подтверждения результатов их измерения глюкозы традиционными глюкометрами. В отечественных клинических рекомендациях также указано следующее: «НМГ в реальном времени и ФМГ не исключают традиционный самоконтроль гликемии при помощи глюкометров. Рост точности измерений в современных системах НМГ в реальном времени и ФМГ позволяет значительно сократить частоту традиционного самоконтроля гликемии глюкометром. ФМГ может быть использовано вместо глюкометра для принятия клинических решений, за исключением отдельных случаев (гипогликемии, быстрого изменения гликемии или если симптомы не соответствуют показателям системы)» [17–19].

Однако MARD зависит от многих влияющих факторов и применяемых статистических методов [22, 33–35]. Например, на MARD может существенно влиять «время задержки» между уровнем глюкозы в крови и интерстициальной глюкозой, особенно при высоких скоростях изменения уровня глюкозы. Для решения этой проблемы в алгоритмы измерения уровня глюкозы вносятся соответствующие корректировки. Также важно учитывать тип образцов крови, используемых в методе сравнения. Если устройство откалибровано с использованием изделия, которое измеряет уровень глюкозы в капиллярной крови, использование других образцов (например, венозной крови или артериализованной венозной

<sup>2</sup> Food and Drug Administration (FDA).

крови) для референтного метода может привести к дополнительной погрешности [36–37].

С недавнего времени Рабочая группа предложила новый подход для комплексной характеристики точности НМГ – анализ отклонения и вариабельности уровня глюкозы<sup>3</sup> [38]. Данный подход характеризует ожидаемый диапазон отклонений системы НМГ от метода сравнения в различных диапазонах концентрации глюкозы с учетом вариабельности между датчиками.

### **Рекомендации по доказательствам клинической эффективности и безопасности систем НМГ**

Прежде чем любое медицинское изделие попадет на рынок, оно должно быть одобрено для применения уполномоченными на то регуляторными органами<sup>4</sup>. Регистрируемые медицинские изделия должны удовлетворять соответствующим требованиям эффективности и безопасности. Однако с точки зрения регулирования еще не определены критерии приемлемости доказательства клинической эффективности НМГ. Единственное утвержденное руководство по оценке систем НМГ [39] описывает общие показатели клинической эффективности и то, как должны быть разработаны исследования и проанализированы данные. Особое внимание в данном руководстве уделяется исследованию человеческого фактора при использовании НМГ, чтобы подтвердить, может ли система НМГ безопасно и эффективно применяться предполагаемыми пользователями в ожидаемых условиях эксплуатации. Эта проверка должна быть сосредоточена на выявлении рисков, связанных с использованием систем НМГ и оценке пользовательского интерфейса, включая дисплей, оповещение или сигналы тревоги, понимание инструкции по применению НМГ. Важность того, как системы НМГ работают в руках пациентов и используются в реальных условиях, была продемонстрирована в работе Weiner M. и соавторов [40]. В своей работе авторы попытались определить, могут ли пожилые люди использовать системы НМГ для предотвращения гипогликемии. Исследование длилось две недели и охватывало 70 участников, из которых 73% имели гипогликемию с уровнем глюкозы 70 мг/дл или ниже, 42% имели клинически значимую гипогликемию с уровнем глюкозы ниже 54 мг/дл. Гипогликемия также была выявлена у восьми участников при домашнем

измерении уровня глюкозы в крови. Почти 33% дневных запросов смартфонов остались без ответа участников из-за того, что многие участники не носили свои смартфоны в соответствии с инструкциями, а 24% участников сообщили, что устройства НМГ непреднамеренно отсоединялись. Основным выводом исследования заключался в том, что участники обнаружили неудобства в эксплуатации НМГ и поэтому пропускали сигналы тревоги о падении уровня глюкозы.

Как отмечалось выше, клиническое сообщество разрабатывает показатели НМГ для использования в клинической практике. В феврале 2019 года на Конгрессе по передовым технологиям и методам лечения диабета<sup>5</sup> были разработаны клинические целевые показатели использования НМГ систем, такие как время нахождения глюкозы в целевом диапазоне, ниже целевого диапазона и выше целевого диапазона, чтобы предоставить врачам и пациентам руководство по лечению сахарного диабета [41]. Список основных показателей НМГ для использования в клинической практике с учетом отечественных клинических рекомендаций [17–19] представлен в табл. 1.

Поскольку системы НМГ являются важной частью каждой системы АДИ, оценка эффективности систем НМГ имеет решающее значение. FDA недавно сформулировало критерии минимальной эффективности систем НМГ [42], которые используются в сочетании с автоматизированной доставкой инсулина. Согласно определению FDA, системы иНМГ «предназначены для автоматического непрерывного или частого измерения уровня глюкозы в жидкостях организма в течение определенного периода времени. Системы иНМГ предназначены для надежной и безопасной передачи данных измерения уровня глюкозы на устройства с цифровым подключением, включая автоматические системы дозирования инсулина, и предназначены для использования отдельно или в сочетании с этими медицинскими устройствами с цифровым подключением для лечения заболеваний или состояний, связанных с гликемическим контролем. Эти устройства можно использовать отдельно или в сочетании с цифровыми медицинскими устройствами для контроля гликемии».

Системы иНМГ имеют следующие основные требования:

– сравнение между значениями иНМГ и значениями уровня глюкозы в крови в образцах, собранных параллельно, проводится с помощью одобренного FDA

<sup>3</sup> Continuous Glucose Deviation Interval and Variability Analysis, CG-DIVA.

<sup>4</sup> В Российской Федерации контроль за обращением медицинских изделий осуществляет Федеральная служба по надзору в сфере здравоохранения (Росздравнадзор).

<sup>5</sup> 12th International Conference on Advanced Technologies & Treatments for Diabetes (ATTD2019) will take place in Berlin, Germany, from 20–23 February 2019.

Таблица 1. Показатели НМГ для клинической помощи  
Table 1. CGM indicators for clinical care

№	Показатель	Целевые значения
1	Количество дней ношения НМГ	≥14 дней
2	Доля времени с активным устройством НМГ	≥70%
<i>Среднее значение уровня глюкозы</i>		
3	Время в целевом диапазоне: % измерений (время) в диапазоне 3,9–10,0 ммоль/л	>50–70%
4	Время выше целевого диапазона: % измерений (время) в диапазоне >10,0 ммоль/л	<25–50%
5	Время ниже целевого диапазона: % измерений (время) в диапазоне <3,9 ммоль/л	<1–4%
<i>Индикатор управления уровнем глюкозы</i>		
6	Коэффициент вариабельности уровня глюкозы	≤36%
7	Время выше целевого диапазона: % измерений (время) в диапазоне >13,9 ммоль/л	<5–10%
8	Время ниже целевого диапазона: % измерений (время) в диапазоне <3,0 ммоль/л	<1%

лабораторного метода измерения уровня глюкозы, который метрологически прослеживается до более высокого порядка (например, международного эталона и/или международно признанной методики);

– соответствие результатов клинических исследований у взрослого населения требованиям эффективности;

– описание данных о характеристиках иНМГ для каждой популяции предполагаемого использования в дополнение к данным об эффективности датчика для каждого отдельного места введения или использования иНМГ (например, живота, руки, ягодицы);

– описание точности в следующих диапазонах концентрации глюкозы в крови: менее 54 мг/дл; от 54 до менее 70 мг/дл; от 70 до 180 мг/дл; от 180 до 250 мг/дл; более 250 мг/дл.

### Заключение

В настоящее время сложилась уникальная ситуация с системами НМГ. С одной стороны, все больше систем НМГ активно используются в клинической практике [43–49]. Для использования систем НМГ клиническое сообщество уже разработало собственные показатели НМГ для принятия медицинских решений (табл. 1). При данном подходе важную роль играет выбор метода сравнения, поскольку существуют систематические различия (смещение) между лабораторными анализаторами, предназначенные для измерения глюкозы [28]. Соответственно, точность систем НМГ, выраженная, например, как MARD, будет изменяться в зависимости от типа анализатора, который выбран в качестве

изделия сравнения. С другой стороны, невозможно установить цепочку прослеживаемости в традиционном смысле из-за отсутствия референтной методики измерения концентрации глюкозы в интерстициальной жидкости. То есть точность систем НМГ не может быть достоверно определена, что несет риски для пациента, например, в части безопасности использования НМГ. Поэтому разработка подходов к установлению метрологической прослеживаемости результатов измерения глюкозы системами НМГ позволит единообразно применять результаты измерения глюкозы разными системами НМГ для принятия медицинских решений, а референтные интервалы – снизить риск причинения вреда, вызванного медицинскими решениями, основанными на неэквивалентных результатах обследования.

**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 governmental, for-profit, or non-profit organizations.

**Вклад соавторов:** Момыналиев К. Т. – разработка методики, написание чернового варианта статьи; проверка и редакция текста статьи, утверждение окончательного варианта статьи; Прокопьев М. В. – подготовка визуальных материалов, подготовка и редактирование текста статьи; Иванов И. В. – разработка концепции

исследования, проверка и редакция текста статьи, утверждение окончательного варианта статьи.

**Contribution of the authors:** Momynaliev K. T. – development of methodology, writing a draft of the article, revision and editing of the text, approval of the final version of the article; Prokopyev M. V. – preparation of visual materials, preparation and revision of the text; Ivanov I. V. – development of the research concept, revision of the text,

approval of the final version of the article.

**Конфликт интересов:** Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов, связанных с содержанием настоящей статьи.

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

## СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. *Avari P., Reddy M., Oliver N.* Is it possible to constantly and accurately monitor blood sugar levels, in people with Type 1 diabetes, with a discrete device (non-invasive or invasive)? // *Diabetic Medicine*. 2020. Vol. 37, № 4. P. 532–544. <https://doi.org/10.1111/dme.13942>
2. Health equity and diabetes technology: A study of access to continuous glucose monitors by payer, geography and race executive summary // American Diabetes Association [website]. URL: <https://diabetes.org/sites/default/files/2022-10/ADA-CGM-Utilization-White-Paper-Oct-2022.pdf> (date of access: 08.06.2023).
3. Time lag of glucose from intravascular to interstitial compartment in type 1 diabetes / *A. Basu* [et al.] // *Journal of Diabetes Science and Technology*. 2015. Vol. 9, № 1. P. 63–68. <https://doi.org/10.1177/1932296814554797>
4. Standardization process of continuous glucose monitoring: Traceability and performance / *G. Freckmann* [et al.] // *Clinica Chimica Acta*. 2021. Vol. 515. P. 5–12. <https://doi.org/10.1016/j.cca.2020.12.025>
5. The performance and usability of a factory-calibrated flash glucose monitoring system / *T. Bailey* [et al.] // *Diabetes Technology & Therapeutics*. 2015. Vol. 17, № 11. P. 787–794. <https://doi.org/10.1089/dia.2014.0378>
6. *Bailey T. S., Chang A., Christiansen M.* Clinical accuracy of a continuous glucose monitoring system with an advanced algorithm // *Journal of Diabetes Science and Technology*. 2015. Vol. 9, № 2. P. 209–214. <https://doi.org/10.1177/1932296814559746>
7. *Freckmann G.* Basics and use of continuous glucose monitoring (CGM) in diabetes therapy // *Journal of Laboratory Medicine*. 2020. Vol. 44, № 2. P. 71–79. <https://doi.org/10.1515/labmed-2019-0189>
8. Effect of continuous glucose monitoring on glycemic control in adults with type 1 diabetes using insulin injections: The DIAMOND randomized clinical trial / *R. W. Beck* [et al.] // *JAMA*. 2017. Vol. 317, № 4. P. 371–378. <https://doi.org/10.1001/jama.2016.19975>
9. Flash glucose-sensing technology as a replacement for blood glucose monitoring for the management of insulin-treated type 2 diabetes: a multicenter, open-label randomized controlled trial / *T. Haak* [et al.] // *Diabetes Ther*. 2017. Vol. 8, № 1. P. 55–73. <https://doi.org/10.1007/s13300-016-0223-6>
10. Continuous glucose monitoring vs conventional therapy for glycemic control in adults with type 1 diabetes treated with multiple daily insulin injections: The GOLD randomized clinical trial [published correction appears in *JAMA*. 2017. Vol. 317, № 18. P. 1912] / *M. Lind* [et al.] // *JAMA*. 2017. Vol. 317, № 4. P. 379–387. <https://doi.org/10.1001/jama.2016.19976>
11. Switching from flash glucose monitoring to continuous glucose monitoring on hypoglycemia in adults with type 1 diabetes at high hypoglycemia risk: The extension phase of the I HART CGM Study / *M. Reddy* [et al.] // *Diabetes Technol Ther*. 2018. Vol. 20, № 11. P. 751–757. <https://doi.org/10.1089/dia.2018.0252>
12. *Kovatchev B. P.* Metrics for glycaemic control – from HbA<sub>1c</sub> to continuous glucose monitoring // *Nat Rev Endocrinol*. 2017. Vol. 13, № 7. P. 425–436. <https://doi.org/10.1038/nrendo.2017.3>
13. International consensus on use of continuous glucose monitoring / *T. Danne* [et al.] // *Diabetes Care*. 2017. Vol. 40, № 12. P. 1631–1640. <https://doi.org/10.2337/dc17-1600>
14. Standardizing clinically meaningful outcome measures beyond HbA<sub>1c</sub> for type 1 diabetes: A consensus report of the American Association of Clinical Endocrinologists, the American Association of Diabetes Educators, the American Diabetes Association, the Endocrine Society, JDRF International, the Leona M. and Harry B. Helmsley Charitable Trust, the Pediatric Endocrine Society, and the T1D Exchange / *G. Agiostratidou* [et al.] // *Diabetes Care*. 2017. Vol. 40, № 12. P. 1622–1630. <https://doi.org/10.2337/dc17-1624>
15. Time in range: a new parameter to evaluate blood glucose control in patients with diabetes / *M. A. L. Gabbay* [et al.] // *Diabetology & Metabolic Syndrome*. 2020. Vol. 12. P. 22. <https://doi.org/10.1186/s13098-020-00529-z>
16. Glucose management indicator (GMI): A New term for estimating A<sub>1c</sub> from continuous glucose monitoring / *R. M. Bergenstal* [et al.] // *Diabetes Care*. 2018. Vol. 41, № 11. P. 2275–2280. <https://doi.org/10.2337/dc18-1581>
17. Сахарный диабет 1 типа у взрослых : клинические рекомендации Министерства здравоохранения Российской Федерации; Разработчик Российская ассоциация эндокринологов; Одобрено Научно-практическим Советом Минздрава РФ. 2022 // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. URL: <https://base.garant.ru/406534305/> (дата обращения: 08.06.2023).
18. Сахарный диабет 2 типа у взрослых : клинические рекомендации Министерства здравоохранения Российской Федерации; Разработчик Российская ассоциация эндокринологов; Одобрено Научно-практическим Советом Минздрава РФ. 2022 // Рубрикатор клинических исследований [сайт]. URL: [https://cr.minzdrav.gov.ru/schema/290\\_2](https://cr.minzdrav.gov.ru/schema/290_2) (дата обращения: 08.06.2023).
19. Сахарный диабет 1 типа у детей : клинические рекомендации Министерства здравоохранения Российской Федерации; Разработчик Российская ассоциация эндокринологов; Одобрено Научно-практическим Советом Минздрава РФ. 2022 // Рубрикатор клинических исследований [сайт]. URL: [https://cr.minzdrav.gov.ru/recomend/287\\_1](https://cr.minzdrav.gov.ru/recomend/287_1) (дата обращения: 08.06.2023).

20. Head-to-head comparison of the accuracy of abbot freestyle libre and dexcom G5 mobile / *F. Boscarì* [et al.] // Nutrition, Metabolism and Cardiovascular Diseases. 2018. Vol. 28, № 4. P. 425–427. <https://doi.org/10.1016/j.numecd.2018.01.003>
21. A three-way accuracy comparison of the dexcom G5, abbot freestyle libre pro, and senseonics everSense continuous glucose monitoring devices in a home-use study of subjects with type 1 diabetes / *R. Z. Jafri* [et al.] // Diabetes Technology & Therapeutics. 2020. Vol. 2, № 11. P. 846–852. <https://doi.org/10.1089/dia.2019.0449>
22. Measurement performance of two continuous tissue glucose monitoring systems intended for replacement of blood glucose monitoring / *G. Freckmann* [et al.] // Diabetes Technology & Therapeutics. 2018. Vol. 20, № 8. P. 541–549. <https://doi.org/10.1089/dia.2018.0105>
23. FreeStyle Libre and Dexcom G4 Platinum sensors: Accuracy comparisons during two weeks of home use and use during experimentally induced glucose excursions / *F. Boscarì* [et al.] // Nutrition, Metabolism and Cardiovascular Diseases. 2018. Vol. 28, № 2. P. 180–186. <https://doi.org/10.1016/j.numecd.2017.10.023>
24. Discrepancies between methods of continuous glucose monitoring in key metrics of glucose control in children with type 1 diabetes / *A. Michalak* [et al.] // Pediatric Diabetes. 2019. Vol. 20, № 5. P. 604–612. <https://doi.org/10.1111/ pedi.12854>
25. Time in specific glucose ranges, glucose management indicator, and glycemic variability: impact of continuous glucose monitoring (CGM) system model and sensor on cgm metrics / *S. Pleus* [et al.] // Journal of Diabetes Science and Technology. 2021. Vol. 15, № 5. P. 1104–1110. <https://doi.org/10.1177/1932296820931825>
26. ГОСТ Р ИСО 17511–2022. Изделия медицинские для диагностики in vitro. Требования к установлению метрологической прослеживаемости значений, приписанных калибраторам, контрольным материалам правильности и образцам биологического материала человека. М.: Российский институт стандартизации, 2022.
27. *Samant P. P., Prausnitz M. R.* Mechanisms of sampling interstitial fluid from skin using a microneedle patch // Proceedings of the National Academy of Sciences. 2018. Vol. 115, № 18. P. 4583–4588. <https://doi.org/10.1073/pnas.1716772115>
28. Improving the bias of comparator methods in analytical performance assessments through recalibration / *S. Pleus* [et al.] // Journal of Diabetes Science and Technology. 2022. <https://doi.org/10.1177/19322968221133107>
29. *Seibold A., Brines R.* Comment on Grino et al: Suitability of flash glucose monitoring for detection of hypoglycemia // Journal of Diabetes Science and Technology. 2019. Vol. 13, № 3. P. 607–608. <https://doi.org/10.1177/1932296819838534>
30. Results of a near continuous glucose monitoring technology in surgical intensive care and trauma / *E. Nohra* [et al.] // Contemp Clin Trials. 2016. Vol. 50. P. 1–4. <https://doi.org/10.1016/j.cct.2016.07.007>
31. Significance and reliability of MARD for the accuracy of CGM Systems / *F. Reiterer* [et al.] // Journal of Diabetes Science and Technology. 2017. Vol. 11, № 1. P. 59–67. <https://doi.org/10.1177/1932296816662047>
32. *Bailey T. S., Alva S.* Landscape of continuous glucose monitoring (CGM) and integrated CGM: Accuracy considerations // Diabetes Technology & Therapeutics. 2021. Vol. 23. S5–S11. <https://doi.org/10.1089/dia.2021.0236>
33. Measures of accuracy for continuous glucose monitoring and blood glucose monitoring devices / *G. Freckmann* [et al.] // Journal of Diabetes Science and Technology. 2019. Vol.13, № 3. P. 575–583. <https://doi.org/10.1177/1932296818812062>
34. Benefits and limitations of MARD as a performance parameter for continuous glucose monitoring in the interstitial space / *L. Heinemann* [et al.] // Journal of Diabetes Science and Technology. 2020. Vol. 14, № 1. P. 135–150. <https://doi.org/10.1177/1932296819855670>
35. Performance comparison of CGM systems: MARD values are not always a reliable indicator of CGM system accuracy / *H. Kirchsteiger* [et al.] // Journal of Diabetes Science and Technology. 2015. Vol. 9, № 5. P. 1030–1040. <https://doi.org/10.1177/1932296815586013>
36. Venous, arterialized-venous, or capillary glucose reference measurements for the accuracy assessment of a continuous glucose monitoring system / *J. Kropff* [et al.] // Journal of Diabetes Science and Technology. 2017. Vol. 19, № 11. P. 609–617. <https://doi.org/10.1089/dia.2017.0189>
37. *Macleod K., Katz L. B., Cameron H.* Capillary and venous blood glucose accuracy in blood glucose meters versus reference standards: The impact of study design on accuracy evaluations // Journal of Diabetes Science and Technology. 2019. Vol. 13, № 3. P. 546–552. <https://doi.org/10.1177/1932296818790228>
38. Continuous glucose deviation interval and variability analysis (CG-DIVA): A novel approach for the statistical accuracy assessment of continuous glucose monitoring systems / *M. Eichenlaub* [et al.] // Journal of Diabetes Science and Technology. 2022. P. 19322968221134639. <https://doi.org/10.1177/19322968221134639>
39. POCT05 Performance metrics for continuous interstitial glucose monitoring / eds. *D. C. Klonoff* [et al.]. 2nd ed. / CLSI [website]. URL: <https://clsi.org/standards/products/new-products/documents/poct05/> (date of access: 08.06.2023).
40. Continuous glucose monitoring and other wearable devices to assess hypoglycemia among older adult outpatients with diabetes mellitus / *M. Weiner* [et al.] // Applied Clinical Informatics. 2023. Vol. 14, № 1. P. 37–44. <https://doi.org/10.1055/a-1975–4136>
41. Clinical targets for continuous glucose monitoring data interpretation: recommendations from the international consensus on time in range / *T. Battelino* [et al.] // Diabetes Care. 2019. Vol. 42, № 8. P. 1593–1603. <https://doi.org/10.2337/dci19–0028>
42. CFR – Code of Federal regulations title 21 // U. S. Food and Drug Administration [website]. URL: <https://www.accessdata.fda.gov/scripts/cdrh/cfdocs/cfcfr/cfrsearch.cfm?fr=862.1355> (date of access: 08.06.2023).

**REFERENCE**

1. Avari P., Reddy M., Oliver N. Is it possible to constantly and accurately monitor blood sugar levels, in people with Type 1 diabetes, with a discrete device (non-invasive or invasive)? *Diabetic Medicine*. 2020;37(4):532–544. <https://doi.org/10.1111/dme.13942>
2. Health equity and diabetes technology: A study of access to continuous glucose monitors by payer, geography and race executive summary. Accessed June 8, 2023. <https://diabetes.org/sites/default/files/2022-10/ADA-CGM-Utilization-White-Paper-Oct-2022.pdf>
3. Basu A., Dube S., Veettil S. et al. Time lag of glucose from intravascular to interstitial compartment in type 1 diabetes. *Journal of Diabetes Science and Technology*. 2015;9(1):63–68. <https://doi.org/10.1177/1932296814554797>
4. Freckmann G., Nichols J. H., Hinzmann R. et al. Standardization process of continuous glucose monitoring: Traceability and performance. *Clinica Chimica Acta*. 2021;515:5–12. <https://doi.org/10.1016/j.cca.2020.12.025>
5. Bailey T., Bode B. W., Christiansen M. P. et al. The performance and usability of a factory-calibrated flash glucose monitoring system. *Diabetes Technology & Therapeutics*. 2015;17(11):787–794. <https://doi.org/10.1089/dia.2014.0378>
6. Bailey T. S., Chang A., Christiansen M. Clinical accuracy of a continuous glucose monitoring system with an advanced algorithm. *Journal of Diabetes Science and Technology*. 2015;9(2):209–214. <https://doi.org/10.1177/1932296814559746>
7. Freckmann G. Basics and use of continuous glucose monitoring (CGM) in diabetes therapy. *Journal of Laboratory Medicine*. 2020;44(2):71–79. <https://doi.org/10.1515/labmed-2019-0189>
8. Beck R. W., Riddlesworth T., Ruedy K. et al. Effect of continuous glucose monitoring on glycemic control in adults with type 1 diabetes using insulin injections: The DIAMOND randomized clinical trial. *JAMA*. 2017;317(4):371–378. <https://doi.org/10.1001/jama.2016.19975>
9. Haak T., Hanaire H., Ajjan R. et al. Flash glucose-sensing technology as a replacement for blood glucose monitoring for the management of insulin-treated type 2 diabetes: a multicenter, open-label randomized controlled trial. *Diabetes Ther*. 2017;8(1):55–73. <https://doi.org/10.1007/s13300-016-0223-6>
10. Continuous glucose monitoring vs conventional therapy for glycemic control in adults with type 1 diabetes treated with multiple daily insulin injections: The GOLD randomized clinical trial [published correction appears in *JAMA*. 2017. Vol. 317, № 18. P. 1912] / M. Lind [et al.] // *JAMA*. 2017. Vol. 317, № 4. P. 379–387. <https://doi.org/10.1001/jama.2016.19976>
11. Reddy M., Jugnee N., Anantharaja S. et al. Switching from flash glucose monitoring to continuous glucose monitoring on hypoglycemia in adults with type 1 diabetes at high hypoglycemia risk: The extension phase of the I HART CGM Study. *Diabetes Technol Ther*. 2018;20(11):751–757. <https://doi.org/10.1089/dia.2018.0252>
12. Kovatchev B. P. Metrics for glycaemic control – from HbA1c to continuous glucose monitoring. *Nat Rev Endocrinol*. 2017;13(7):425–436. <https://doi.org/10.1038/nrendo.2017.3>
13. Danne T., Nimri R., Battelino T. et al. International consensus on use of continuous glucose monitoring. *Diabetes Care*. 2017;40(12):1631–1640. <https://doi.org/10.2337/dc17-1600>
14. Agiostratidou G., Anhalt H., Ball D. et al. Standardizing clinically meaningful outcome measures beyond HbA1c for type 1 diabetes: A consensus report of the american association of clinical endocrinologists, the american association of diabetes educators, the american diabetes association, the endocrine society, JDRF International, the Leona M. and Harry B. helmsley charitable trust, the pediatric endocrine society, and the T1D Exchange. *Diabetes Care*. 2017;40(12):1622–1630. <https://doi.org/10.2337/dc17-1624>
15. Gabbay M. A. L., Rodacki M., Calliari L. E. et al. Time in range: a new parameter to evaluate blood glucose control in patients with diabetes. *Diabetology & Metabolic Syndrome*. 2020;12:22. <https://doi.org/10.1186/s13098-020-00529-z>
16. Bergenstal R. M., Beck R. W., Close K. L. et al. Glucose management indicator (GMI): A New term for estimating A<sub>1c</sub> from continuous glucose monitoring. *Diabetes Care*. 2018;41(11):2275–2280. <https://doi.org/10.2337/dc18-1581>
17. Type 1 diabetes mellitus in adults: clinical recommendations of the Ministry of Health of the Russian Federation. *Clinical research rubricator*; 2022. (In Russ.). Accessed June 8, 2023. <https://base.garant.ru/406534305/>
18. Type 2 diabetes mellitus in adults: clinical recommendations of the Ministry of Health of the Russian Federation. *Clinical research rubricator*; 2022. (In Russ.). Accessed June 8, 2023. [https://cr.minzdrav.gov.ru/schema/290\\_2](https://cr.minzdrav.gov.ru/schema/290_2)
19. Type 1 diabetes mellitus in children: clinical recommendations of the Ministry of Health of the Russian Federation. *Clinical research rubricator*; 2022. (In Russ.). Accessed June 8, 2023. [https://cr.minzdrav.gov.ru/recomend/287\\_1](https://cr.minzdrav.gov.ru/recomend/287_1)
20. Boscarì F., Galasso S., Acciaroli G. et al. Head-to-head comparison of the accuracy of abbott freestyle libre and dexcom G5 mobile. *Nutrition, Metabolism and Cardiovascular Diseases*. 2018;28(4):425–427. <https://doi.org/10.1016/j.numecd.2018.01.003>
21. Jafri R. Z., Balliro C. A., El-Khatib F. et al. A three-way accuracy comparison of the dexcom G5, abbott freestyle libre pro, and senseonics everSense continuous glucose monitoring devices in a home-use study of subjects with type 1 diabetes. *Diabetes Technology & Therapeutics*. 2020;22(11):846–852. <https://doi.org/10.1089/dia.2019.0449>
22. Freckmann G., Link M., Pleus S. et al. Measurement performance of two continuous tissue glucose monitoring systems intended for replacement of blood glucose monitoring. *Diabetes Technology & Therapeutics*. 2018;20(8):541–549. <https://doi.org/10.1089/dia.2018.0105>
23. Boscarì F., Galasso S., Facchinetti A. et al. FreeStyle Libre and Dexcom G4 Platinum sensors: Accuracy comparisons during two weeks of home use and use during experimentally induced glucose excursions. *Nutrition, Metabolism and Cardiovascular Diseases*. 2018;28(2):180–186. <https://doi.org/10.1016/j.numecd.2017.10.023>
24. Michalak A., Pagacz K., Mlynarski W. Discrepancies between methods of continuous glucose monitoring in key metrics of glucose control in children with type 1 diabetes. *Pediatric Diabetes*. 2019;20(5):604–612. <https://doi.org/10.1111/pedi.12854>

25. Pleus S., Kamecke U., Waldenmaier D. et al. Time in specific glucose ranges, glucose management indicator, and glycemic variability: impact of continuous glucose monitoring (CGM) system model and sensor on cgm metrics. *Journal of Diabetes Science and Technology*. 2021;15(5):1104–1110. <https://doi.org/10.1177/1932296820931825>
26. GOST R ISO 17511–2022 Invitro diagnostic medical devices. Requirements for establishing metrological traceability of values assigned to calibrators, trueness control materials and human biological samples. Moscow: Russian Institute of Standardization; 2022. (In Russ.).
27. Samant P. P., Prausnitz M. R. Mechanisms of sampling interstitial fluid from skin using a microneedle patch. *Proceedings of the National Academy of Sciences*. 2018;115(18): 4583–4588. <https://doi.org/10.1073/pnas.1716772115>
28. Pleus S., Eichenlaub M., Gerber T. et al. Improving the bias of comparator methods in analytical performance assessments through recalibration. *Journal of Diabetes Science and Technology*. 2022;19322968221133107. <https://doi.org/10.1177/19322968221133107>
29. Seibold A., Brines R. Comment on Grino et al: Suitability of flash glucose monitoring for detection of hypoglycemia. *Journal of Diabetes Science and Technology*. 2019;13(3):607–608. <https://doi.org/10.1177/1932296819838534>
30. Nohra E., Buckman S., Bochicchio K. et al. Results of a near continuous glucose monitoring technology in surgical intensive care and trauma. *Contemp Clin Trials*. 2016;50:1–4. <https://doi.org/10.1016/j.cct.2016.07.007>
31. Reiterer F., Polteraueer P., Schoemaker M. et al. Significance and reliability of MARD for the accuracy of CGM Systems. *Journal of Diabetes Science and Technology*. 2017;11(1):59–67. <https://doi.org/10.1177/1932296816662047>
32. Bailey T. S., Alva S. Landscape of continuous glucose monitoring (CGM) and integrated CGM: Accuracy considerations. *Diabetes Technology & Therapeutics*. 2021;23: S5–S11. <https://doi.org/10.1089/dia.2021.0236>
33. Freckmann G., Pleus S., Grady M., Setford S., Levy B. Measures of accuracy for continuous glucose monitoring and blood glucose monitoring devices. *Journal of Diabetes Science and Technology*. 2019;13(3):575–583. <https://doi.org/10.1177/1932296818812062>
34. Heinemann L., Schoemaker M., Schmelzeisen-Redecker G. et al. Benefits and limitations of MARD as a performance parameter for continuous glucose monitoring in the interstitial space. *Journal of Diabetes Science and Technology*. 2020;14(1):135–150. <https://doi.org/10.1177/1932296819855670>
35. Kirchsteiger H., Heinemann L., Freckmann G. et al. Performance comparison of CGM systems: MARD values are not always a reliable indicator of CGM system accuracy. *Journal of Diabetes Science and Technology*. 2015;9(5):1030–1040. <https://doi.org/10.1177/1932296815586013>
36. Kropff J., van Steen S. C., deGraaff P., Chan M. W., van Amstel R. B.E., DeVries J. H. Venous, arterialized-venous, or capillary glucose reference measurements for the accuracy assessment of a continuous glucose monitoring system. *Journal of Diabetes Science and Technology*. 2017;19(11):609–617. <https://doi.org/10.1089/dia.2017.0189>
37. Macleod K., Katz L. B., Cameron H. Capillary and venous blood glucose accuracy in blood glucose meters versus reference standards: The impact of study design on accuracy evaluations. *Journal of Diabetes Science and Technology*. 2019;13(3):546–552. <https://doi.org/10.1177/1932296818790228>
38. Eichenlaub M., Stephan P., Waldenmaier D. et al. Continuous glucose deviation interval and variability analysis (CG-DIVA): A novel approach for the statistical accuracy assessment of continuous glucose monitoring systems. *Journal of Diabetes Science and Technology*. 2022: 19322968221134639. <https://doi.org/10.1177/19322968221134639>
39. Klonoff D. C. et al. eds. POCT05 Performance metrics for continuous interstitial glucose monitoring. 2nd ed. CLSI. Accessed June 8, 2023. <https://clsi.org/standards/products/new-products/documents/poct05/>
40. Weiner M., Adeoye P., Boeh M. J. et al. Continuous glucose monitoring and other wearable devices to assess hypoglycemia among older adult outpatients with diabetes mellitus. *Applied Clinical Informatics*. 2023;14(1):37–44. <https://doi.org/10.1055/a-1975–4136>
41. Battelino T., Danne T., Bergenstal R. M. et al. Clinical targets for continuous glucose monitoring data interpretation: recommendations from the international consensus on time in range. *Diabetes Care*. 2019;42(8):1593–1603. <https://doi.org/10.2337/dci19–0028>
42. CFR – Code of Federal regulations title 21. U. S. Food and Drug Administration. Accessed June 8, 2023. <https://www.accessdata.fda.gov/scripts/cdrh/cfdocs/cfcfr/cfrsearch.cfm?fr=862.1355>

#### **ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ**

**Момыналиев Куват Темиргалиевич** – д-р биол. наук, доцент, помощник генерального директора ФГБУ «ВНИИИМТ» Росздравнадзора  
Россия, 115478, г. Москва, Каширское ш., д. 24 стр. 16

e-mail: kmomynaliev@vniimt.org.  
<https://orcid.org/0000-0003-4656-1025>

**Прокопьев Максим Владимирович** – канд. мед. наук, заместитель руководителя по экспертизе медицинских изделий Центра экспертизы, мониторинга и инспекции производства медицинских изделий ФГБУ «ВНИИИМТ» Росздравнадзора  
Россия, 115478, г. Москва, Каширское ш., д. 24 стр. 16

e-mail: mprokopev@vniimt.org.

**Иванов Игорь Владимирович** – д-р мед. наук, генеральный директор ФГБУ «ВНИИИМТ» Росздравнадзора

e-mail: ivanov@vniimt.org  
<https://orcid.org/0000-0003-0971-853X>

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

**Kuvat T. Momynaliev** – Doctor of Biological Sciences, Associate Professor, Assistant General Director of the Federal State Budgetary Institution «VNIIMT» of Roszdravnadzor  
24 building 16, Kashirskoye shosse, Moscow, 115478, Russia

e-mail: kmomynaliev@vniimt.org.  
<https://orcid.org/0000-0003-4656-1025>

**Maxim V. Prokopyev** – Candidate of Medical Sciences, Deputy Head for Expertise of Medical Devices of the Center for Expertise, Monitoring and Inspection of the Production of Medical Devices of the Federal State Budgetary Institution «VNIIMT» of Roszdravnadzor  
24 building 16, Kashirskoye shosse, Moscow, 115478, Russia

e-mail: mprokopev@vniimt.org.

**Igor V. Ivanov** – Doctor of Medical Sciences, General Director of the Federal State Budgetary Institution «VNIIMT» of Roszdravnadzor

e-mail: ivanov@vniimt.org  
<https://orcid.org/0000-0003-0971-853X>



## СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Научная статья

УДК 57.083.32:616–097:635.655

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-127-141>



# Методика измерений массовой доли соевого ингибитора трипсина: особенности разработки и аттестации

О. Е. Первухина<sup>1</sup>  , М. П. Крашенинина<sup>1</sup> , П. А. Петухов<sup>2</sup>, В. Н. Майгурова<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Екатеринбург, Россия  
 [pervuhinaoe@uniim.ru](mailto:pervuhinaoe@uniim.ru)

<sup>2</sup>ООО «ХЕМА», г. Москва, Россия  
 [onco.xema@gmail.ru](mailto:onco.xema@gmail.ru)

**Аннотация:** Современная индустриализация повышает требования к точности определения аллергенов, особенно в отношении оказывающих негативное воздействие, среди них – соевый ингибитор трипсина (СИТ). Корректное определение наличия СИТ в пищевых продуктах, содержащих соевые бобы, является ключевым для контроля безопасности и маркировки продукции. Сложилась общепринятая практика определять аллергены сои количественно с помощью аналитических методов анализа. Авторы данной статьи поставили цель разработать и аттестовать методику измерений массовой доли СИТ методом иммуноферментного анализа – методику, способную повысить специфичность метода и избежать ложноотрицательных результатов ее применения.

Объектом исследования стал метод анализа пищевых аллергенов – иммуноферментный анализ, реализованный набором реагентов производства ООО «ХЕМА». В процессе разработки методики измерений оптимизированы основные методические факторы, влияющие на точность результатов измерений: масса пробы, время ее экстракции, время и скорость центрифугирования пробы, соотношение надосадочной жидкости и ИФА-буфера, температура инкубации, время взаимодействия комплекса антитело-аллерген с окрашивающим агентом, длина волны для измерения оптической плотности и максимальное время для измерения оптической плотности после введения стоп-реагента. Разработанная методика апробирована в ходе межлабораторного эксперимента с участием 5 лабораторий. Метрологические характеристики установлены в соответствии с РМГ 61–2010. Предлагаемый метод был аттестован в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563-2009, № 102–ФЗ. Метод имеет широкий диапазон количественного определения массовой доли СИТ от 0,5 до 25,0 мкг/кг (ppb) с пределом обнаружения 0,1 мкг/кг (ppb) и относительной погрешностью 40%.

По результатам проведенного исследования в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ФИИ) зарегистрирована аттестованная методика идентификации и количественного определения содержания неинфекционных пищевых аллергенов белкового растительного происхождения в пробах всех видов пищевых продуктов и объектов, связанных с требованиями к пищевой продукции, смывов, отбираемых с рабочих поверхностей при проведении производственного контроля, с помощью наборов реагентов для иммуноферментного анализа производства ООО «ХЕМА» № ФР.1.31.2022.43884.

Методика предназначена для применения в испытательных лабораториях, занимающихся контролем качества и безопасности выпускаемой продукции, может быть использована для подтверждения соответствия продукции обязательным требованиям, установленным в Техническом регламенте Таможенного союза ТР ТС 022/2012.

**Ключевые слова:** пищевая аллергия, аллергены, методика измерений, иммуноферментный анализ, соевый ингибитор трипсина

**Ссылка при цитировании:** Методика измерений массовой доли соевого ингибитора трипсина: особенности разработки и аттестации / О. Е. Первухина [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 5. С. 127–141. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-127-141>

Статья поступила в редакцию 02.05.2023; одобрена после рецензирования 25.11.2023; принята к публикации 25.12.2023.

## MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

Research Article

# Method for Measuring the Mass Fraction of Soybean Trypsin Inhibitor: Features of Development and Certification

Olesya E. Pervukhina<sup>1</sup>  , Maria P. Krasheninina<sup>1</sup> , Pavel A. Petukhov<sup>2</sup>, Valentina N. Maigurova<sup>2</sup>

<sup>1</sup> UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology, Yekaterinburg, Russia

 pervuhinaoe@uniim.ru

<sup>2</sup> LLC HEMA, Moscow, Russia

 onco.xema@gmail.ru

**Abstract:** Modern industrialization increases the requirements for the accuracy of identifying allergens, especially those that have a negative impact – soy trypsin inhibitor (STI). Correct determination of the presence of STI in food products containing soybeans is key for product safety control and labeling. The authors set a goal to develop and certify a method for measuring the mass fraction of STI using an enzyme-linked immunosorbent assay – a technique that may increase the specificity of the method and avoid false-negative results.

The object of research was a method for analyzing food allergens – an enzyme-linked immunosorbent assay carried out with a set of reagents produced by XEMA LLC. In the process of developing the measurement method, the main methodological factors influencing the accuracy of the measurement results were optimized: sample weight, time of its extraction, time and speed of sample centrifugation, ratio of supernatant liquid to ELISA buffer, incubation temperature, interaction time of the allergen-antibody complex with the coloring agent, the wavelength for measuring absorbance, and the maximum time for measuring absorbance after introduction of the stop reagent.

The developed method was tested during an interlaboratory experiment with the participation of 5 laboratories. Metrological characteristics were established in accordance with RMG 61–2010. The proposed method was certified in accordance with the requirements of GOST R8.563–2009, No. 102–FZ. The method has a wide range of quantitative determination of the mass fraction of STI from 0.5 to 25.0 µg/kg (ppb) with a detection limit of 0.1 µg/kg (ppb) and a relative error of 40%. Based on the results of the research, the Federal Information Fund for Ensuring the Uniformity of Measurements (FIF) registered a certified method for identifying and quantifying the content of non-infectious food allergens of plant protein origin in samples of all types of food products and objects related to the requirements for food products, swabs taken from working surfaces during production control using reagent kits for an enzyme-linked immunosorbent assay produced by XEMA LLC No. FR.1.31.2022.43884.

The method is intended for use in testing laboratories involved in monitoring the quality and safety of manufactured products; it can be used to confirm product compliance with the mandatory requirements established in the Technical Regulations of the Customs Union TR CU022/2012.

**Keywords:** food allergy, allergens, measurement method, enzyme-linked immunosorbent assay, soybean trypsin inhibitor

**For citation:** Pervukhina O. E., Krasheninina M. P., Petukhov P. A., Maigurova V. N. Method for measuring the mass fraction of soybean trypsin inhibitor: features of development and certification. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(5):127–141. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-127-141>

**Принятые сокращения:** MALDI-TOF MS – метод времяпролетной масс-спектрометрии с матрично-активированной лазерной десорбцией/ионизацией; ИФА – метод иммуноферментного анализа; ПЦР – метод полимеразной цепной реакции; СИТ – соевый ингибитор трипсина; СКО – среднеквадратическое отклонение.

The article was submitted 02.05.2023; approved after reviewing 25.11.2023; accepted for publication 25.12.2023.

## Введение

Контроль содержания аллергенов в пищевых продуктах играет важную роль в обеспечении их безопасности, что особенно необходимо людям, восприимчивым к аллергенам. Единственным эффективным способом лечения и профилактики пищевой аллергии человека является строгое соблюдение гипоаллергенной диеты на протяжении всей жизни. Однако не всегда пищевые продукты, которые должны быть свободны от аллергенов, фактически не содержат их. Именно поэтому требуется осуществлять надлежащий контроль за товарами, наличие аллергенов в которых может носить производственный характер.

Пищевая аллергия имеет распространенность у детей – в 6–8% случаев и в 2–3% случаев – у взрослых. В последние 10 лет отмечается устойчивая тенденция к увеличению распространенности аллергии [1]. Пищевая аллергия – патологическая реакция иммунной системы организма, вызванная повторным воздействием аллергена (антигена). Аллергены чаще всего – простые или сложные (гликопротеиды) белки, в структуре которых присутствует эпитоп – специфичный участок, отвечающий за связь с антителами иммунной системы. Молекулярная масса большинства пищевых аллергенов составляет (10 000–70 000) Да [2–4].

Международный пищевой кодекс<sup>1</sup> устанавливает так называемую «большую восьмерку» аллергенов [2, 3, 5, 6], в которую входят продукты с наиболее ярко выраженными аллергенными свойствами: коровье молоко, куриное яйцо, пшеница, арахис, орехи, соевые бобы, рыба и морепродукты (ракообразные и моллюски). Из данного перечня в качестве объекта исследования были выбраны соевые бобы, поскольку они имеют широкое распространение в пищевой промышленности [8] по причине их высокой пищевой ценности [7]. Соя часто служит текстуратором, эмульгатором и источником белка [9]. Кроме полезных свойств, соевые

бобы содержат аллерген – соевый ингибитор трипсина (СИТ) [10]. Отличительной особенностью данного аллергена является термостабильность – способность восстанавливать свою структуру после термической обработки при 60 °С, обращая денатурацию вспять [11]. Указанная способность обусловлена наличием двух дисульфидных связей [12], поэтому трипсин не разрушается в ходе технологических процессов и может оставаться в качестве скрытого аллергена.

Требования к контролю содержания аллергенов в продуктах питания установлены в ряде правовых актов, таких как Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 022/2011 и международном документе Codex Alimentarius [6]. Согласно этим требованиям, производитель обязан указывать наличие аллергенов в составе продукта, независимо от их количества.

Существует широкий набор различных методов анализа, которые можно использовать для качественного и количественного определения аллергенов. Они основаны на разных физико-химических принципах и включают такие часто используемые методы, как иммуноферментный анализ (ИФА), времяпролетная масс-спектрометрия с лазерной ионизацией и десорбцией из жидкой матрицы (MALDI-TOF MS), полимеразная цепная реакция (ПЦР) и секвенирование (NGS) [11].

Большинство этих методов исследования позволяет обнаружить наличие пищевых аллергенов [1, 13], однако они не всегда могут быть использованы для их количественного определения, что, согласно ТР ТС 022/2011, не соответствует современным требованиям законодательства в части метрологического обеспечения. Сравнение методов, применяемых для анализа аллергенов, приведено в табл. 1.

Метод ПЦР основан на идентификации ДНК, которая кодирует целевой антиген. Однако существуют данные [14, 15, 16], вызывающие сомнения относительно обнаружения ДНК соевых бобов в обработанных пищевых продуктах, так как они могут вызвать перекрестную реакцию с несколькими другими продуктами, включая ячмень и гречку. Метод MALDI-TOF MS подходит для количественного определения пищевого аллергена,

<sup>1</sup> Codex Alimentarius – свод пищевых международных стандартов, принятых Международной комиссией Всемирной организации здравоохранения по внедрению кодекса стандартов и правил по пищевым продуктам.

Таблица 1. Обзор методов анализа применяемых для качественного и количественного определения пищевых аллергенов

Table 1. An overview of analytical methods used for the qualitative and quantitative determination of food allergens

Методы анализа	Метрологические характеристики	Специальные требования к помещению	Сложность анализа	Стоимость оборудования
ИФА	ПГО ± (20–50) %	Нет	Низкая	1 млн руб.
MALDI-TOF MS	ПГО ± (10–25) %	Да	<b>Высокая</b>	<b>20 млн руб.</b>
ПЦР	<b>Качественный анализ</b>	Да	Низкая	3 млн руб.
Секвенирование	ПГО ± (20–40) %	Нет	<b>Высокая</b>	<b>5 млн руб.</b>

но требует дорогостоящего оборудования, высококвалифицированного персонала и высокочистых стандартных образцов [17, 18]. Метод ИФА, в частности – сэндвич-метод, обладает рядом преимуществ, таких как высокая специфичность, низкий предел обнаружения, меньшее влияние матричных эффектов за счет использования двух специфичных антител [19], техническая простота и невысокие требования к оборудованию [20].

Представленные в табл. 1 данные наглядно характеризуют наиболее часто применяемые методы: MALDI-TOF MS и секвенирование обеспечивают более высокую точность, в то время как метод ИФА имеет свои преимущества, такие как низкая стоимость оборудования, простота в использовании и рекомендации Комиссии Codex Alimentarius для определения пищевых аллергенов [6].

Цель данного исследования – разработка и аттестация методики измерений массовой доли соевого ингибитора трипсина методом иммуноферментного анализа.

В исследовании установлен следующий перечень задач: оптимизация факторов, влияющих на результаты измерений; анализ групп ОКПД2 для анализа пищевых продуктов, входящих в область применения методики, и выбора наиболее характерного представителя из каждой группы; организация и проведение межлабораторного эксперимента; расчет показателей точности методики измерений.

## Материалы и методы

### Объект исследований

Учитывая, что производные соевых бобов, такие как соевая мука и соевый изолят, часто применяются в пищевой продукции, которая, в свою очередь, содержит СИТ, а ИФА признан Комиссией Codex Alimentarius как рекомендованный метод для рутинного определения содержания аллергенов в пищевых ингредиентах и готовых продуктах питания, то объектом исследования

выбран иммуноферментный анализ, реализованный набором реагентов «Соевый ингибитор трипсина-ИФА», произведенных ООО «ХЕМА».

### Оборудование и материалы

Методика измерений реализована на оборудовании:

- весы лабораторные электронные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R76–1, максимальная нагрузка 200 г, дискретность 0,1 мг, производства фирмы Sartorius AG, (Германия), зарегистрированы в ФИФ ОЕИ № 28158–04;
- иммуноферментный анализатор Multiskan FC производства фирмы Thermo Fisher Scientific (США), зарегистрирован в ФИФ ОЕИ № 54959–13;
- спектрофотометр UV/VIS Excellence модель UV5 производства фирмы Mettler-Toledo AG (Швейцария), зарегистрирован в ФИФ ОЕИ № 64436–16;
- термостат суховоздушный или инкубатор, поддерживающий температуру (37 ± 2) °С;
- центрифуга медицинская;
- встряхиватель IKA Vibrax VXR basic.

### Реактивы

В работе использовали реактивы: спирт этиловый в соответствии с ГОСТ Р 55878–2013; вода дистиллированная в соответствии с ГОСТ Р 58144–2018; CRM (Trypsin inhibitor from Glycine max (soybean), Product Number: T9128, Lot.#SLBR5919V) стандартный образец состава СИТ (соевых бобов) с массовой долей основного вещества не менее 95,00 %.

### Метод измерения

Исследование проводили с использованием метода ИФА. Данный метод является иммунологическим и основан на взаимодействии антитела и специфического антигена [20]. При разработке и аттестации методики измерений применяли набор реагентов ООО «ХЕМА»,

в котором использовали неконкурентный (сэндвич) иммуноферментный метод, обладающий самым высоким уровнем чувствительности и специфичности из-за использования пары совпадающих антител [19, 21]. На лунках микропланшета адсорбированный антителом, чувствительные к антигену, после внесения экстракта пробы образуется комплекс «антиген – антитело». Поскольку в экстракте находятся вещества, не связывающиеся с антителами, их удаляли путем промывки, после чего добавляли конъюгат с пероксидазой хрена – ферментом, широко применяемым в ИФА [13]. Затем производили повторную отмывку, после которой вносили хромоген-субстратную смесь и стоп-раствор. Затем проводили измерение оптической плотности на спектрофотометре на длине волны 450 нм, бланк спектрофотометра (фоновый раствор) выставляли по дистиллированной воде.

В сэндвич-ИФА цвет (оптическая плотность) напрямую связывали с количеством целевого аллергена, присутствующего в экстрагированном образце пищевого продукта [13].

### Разработка и аттестация методики измерений

#### Разработка методики измерений

В процессе разработки методики измерений массовой доли СИТ была проведена оптимизация основных методических факторов, влияющих на точность результатов измерений: масса пробы, время ее экстракции, время и скорость центрифугирования пробы, соотношение надосадочной жидкости и ИФА-буфера, температура инкубации, время взаимодействия комплекса «антитело – аллерген» с окрашивающим агентом, длина волны для измерения оптической плотности и максимальное время для измерения оптической плотности после введения стоп-реагента.

Поиски оптимальных параметров методики проводили путем варьирования основных методических параметров и анализа их влияния на результаты измерений массовой доли СИТ.

При выборе массы навески пробы были проведены измерения массовой доли СИТ при разных массах навески в 5 параллельных измерениях. На рис. 1 выполнено графическое представление результатов расчетов, которые отражают относительное среднеквадратическое отклонение результатов измерений массовой доли СИТ для каждой навески. Установлено, что при массе навески, равной 1 г, наблюдается уменьшение разброса результатов измерений; при дальнейшем увеличении массы навески изменение разброса результатов измерений не наблюдается, однако приводит к увеличению расхода

реактивов. Таким образом, выбрана оптимальная масса навески пробы 1 г.

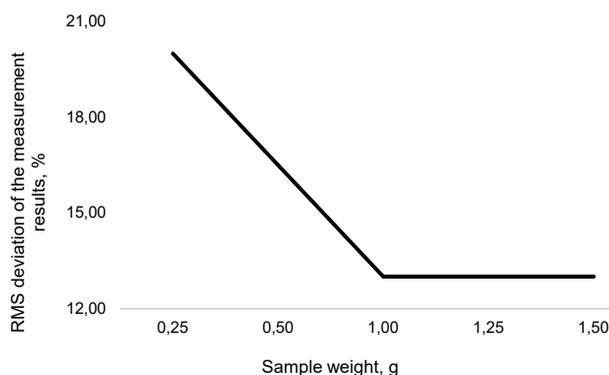


Рис. 1. График зависимости массы навески пробы от СКО результатов измерений

Fig. 1. The graph of the dependence of the mass of a sub-sample on the standard deviation of the measurement results

В процессе экстракции анализируемых проб пищевых продуктов был использован натрий-фосфатный буфер, который оказался оптимальным для извлечения СИТ из пищевых продуктов по причине его нетоксичности. Исследования, проведенные для определения оптимального времени экстракции пробы, показали, что максимальная массовая доля СИТ достигалась при времени удерживания в 30 минут. Как видно на рис. 2, при времени удерживания, равном 30 минутам, наблюдается максимальное значение массовой доли СИТ, при этом увеличение времени не приводит к увеличению массовой доли СИТ, но приводит к увеличению времени выполнения измерений.

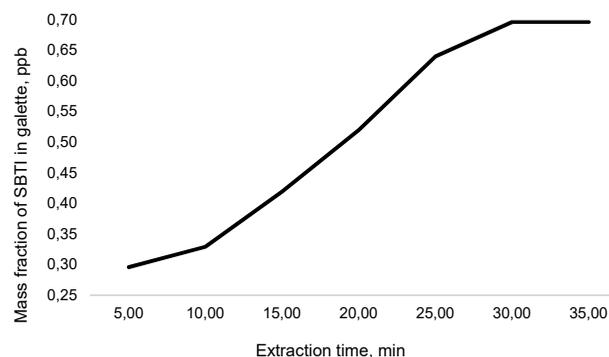


Рис. 2. График зависимости времени экстракции от массовой доли соевого ингибитора трипсина

Fig. 2. The graph of the dependence of the extraction time on the mass fraction of soybean trypsin inhibitor

Массовая доля СИТ также зависит от времени воздействия стоп-реагента: чем дольше – тем выше значения оптической плотности (массовая доля СИТ имеет прямую зависимость от оптической плотности). Таким

образом, требовалось установить максимальное время, в течение которого необходимо провести измерения оптической плотности после введения стоп-реагента. Как видно на рис. 3, максимальное время измерения оптической плотности после введения стоп-реагента составляет 15 минут, далее происходит существенное увеличение оптической плотности, что приводит к значительному превышению результатов измерений массовой доли СИТ.

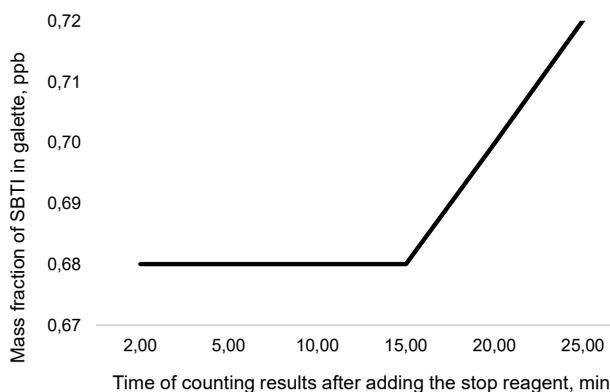


Рис. 3. График зависимости времени действия стоп-реагента от массовой доли соевого ингибитора трипсина

Fig. 3. The graph of the dependence of the action time of the stop reagent on the mass fraction of soybean trypsin inhibitor

Установленная методикой измерений длина волны подтверждена путем получения спектра зависимости оптической плотности от длины волны на спектрофотометре UV/VIS Excellence, модель UV5 Mettler Toledo. На рис. 4 зафиксировано, что длина волны 450 нм соответствует максимальной чувствительности.

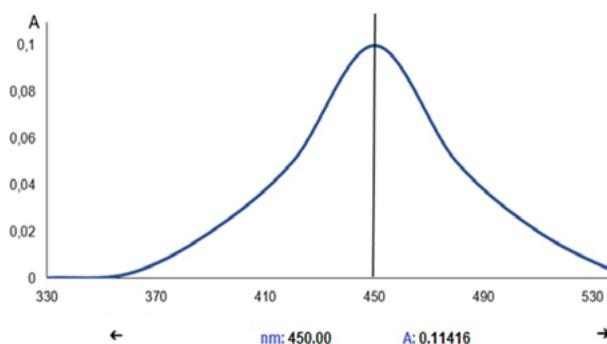


Рис. 4. Зависимость оптической плотности от длины волны  
Fig. 4. Dependence of optical density on wavelength

Проведены работы по разработке, аттестации и проверке применимости методики измерений массовой доли соевого ингибитора трипсина в пробах всех видов пищевых продуктов и объектов, связанных

с требованиями к пищевой продукции, смывов, отбираемых с рабочих поверхностей при проведении производственного контроля, методом иммуноферментного анализа с помощью набора реагентов «Соевый ингибитор трипсина-ИФА» производства ООО «ХЕМА», а также подготовлена серия документов под общим названием «Методики идентификации и количественного определения содержания неинфекционных пищевых аллергенов белкового растительного происхождения в пробах всех видов пищевых продуктов и объектов, связанных с требованиями к пищевой продукции, смывов, отбираемых с рабочих поверхностей при проведении производственного контроля, с помощью наборов реагентов для иммуноферментного анализа производства ООО «ХЕМА». Часть 1».

В результате были установлены основные оптимальные методические параметры и разработана схемы выполнения методики измерений. Основные оптимальные методические параметры представлены в табл. 2. Схема методики измерений приведена на рис. 5.

С целью корректного и обоснованного определения области применения методики измерений требовалось установить круг образцов (пищевых продуктов), на которых необходимо провести набор статистических данных для расчета показателей точности методики измерений.

Для выбора образцов был проведен анализ групп ОКПД2 (Общероссийский классификатор продукции по видам экономической деятельности) и были отобраны наиболее характерные представители из каждой группы, дополнительно отбирали смывы с рабочих поверхностей. Общее количество проб составило 34: ячмень, семена кунжута, рис коричневый, фарш куриный из филе грудки, фарш из говядины, фарш из свинины, креветки вареные замороженные, филе трески замороженное, томаты консервированные, ананасы консервированные, лисички замороженные, молоко безлактозное, сыр «Российский», творог 9%, мука ржаная, отруби овсяные, мука гречневая, галеты мультизлаковые, пирожное бисквитное, крупа кускус, шоколад молочный, яйцо вареное, смесь сухая молочная для питания детей, пудинг шоколадный, изолят сывороточного белка, каша овсяная быстрого приготовления, напиток молочный овсяный, напиток молочный миндальный, ароматизатор «Ваниль». Область применения методик измерений приведен в табл. 3.

#### **Аттестация методики измерений**

Для процедуры проведения аттестации методики измерений массовой доли СИТ был организован и проведен межлабораторный эксперимент с участием пяти

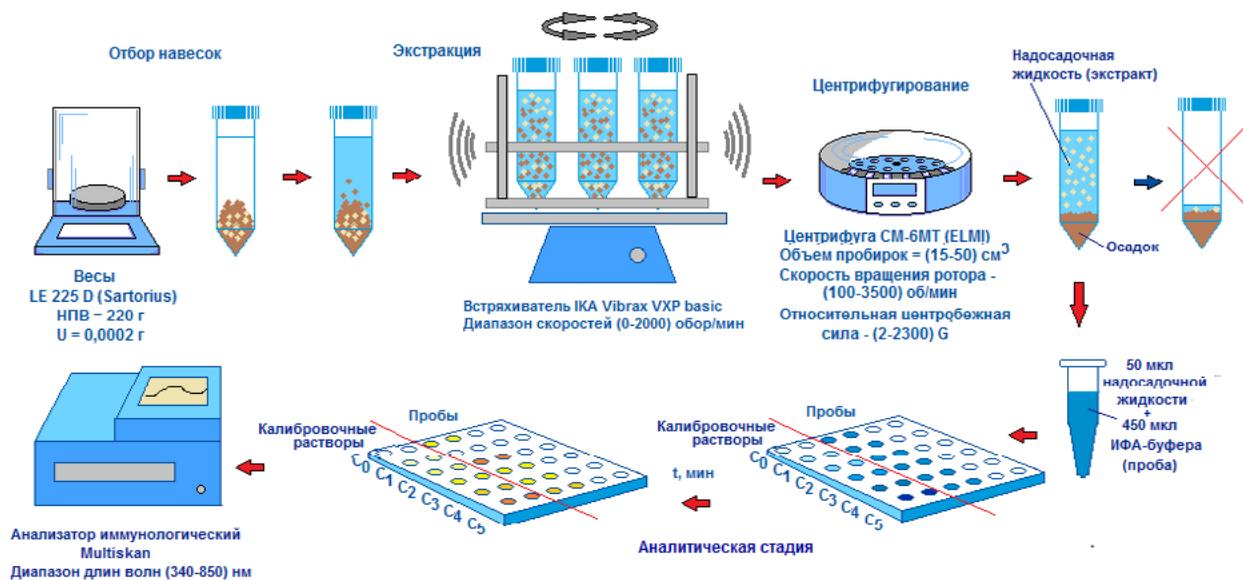


Рис. 5. Схема методики измерений «Методика измерений массовой доли соевого ингибитора трипсина в пробах всех видов пищевых продуктов и объектов, связанных с требованиями к пищевой продукции, смывов, отбираемых с рабочих поверхностей при проведении производственного контроля, методом иммуноферментного анализа с помощью набора реагентов «Соевый ингибитор трипсина-ИФА» производства ООО «ХЕМА». Адаптировано из [22]

Fig. 5. The scheme of the measurement method «Method for measuring the mass fraction of soybean trypsin inhibitor in samples of all types of food products and objects related to the requirements for food products, swabs taken from working surfaces during production control by enzyme-linked immunosorbent assay using reagent kits «Soybean inhibitor trypsin-ELISA» produced by XEMA LLC». Adapted from [22]

Таблица 2. Методические параметры, влияющие на точность измерений методики измерений массовой доли СИТ

Table 2. Methodological parameters affecting the measurement accuracy of the method for measuring the mass fraction of STI

№ фактора влияния	Методический параметр	Оптимальное значение методического параметра
1	Масса навески	1 г
2	Время экстракции	30 мин
3	Время центрифугирования	10 мин
4	Скорость центрифугирования	3 000 об/мин
5	Температура инкубации	37 °С
6	Длина волны	450 нм
7	Время взаимодействия комплекса антитело-аллерген с ТМБ (окрашивающий агент)	15 мин
8	Максимальное время проведения измерения оптической плотности после введения стоп-реагента	15 мин

Таблица 3. Область применения методики измерений в соответствии с Общероссийским классификатором продукции по видам экономической деятельности ОК 034-2014

Table 3. The application of the measurement method in accordance with the All-Russian Classification of Products by Economic Activities ОК 034-2014

Код ОКПД2	Объект измерений
01.11	Культуры зерновые (кроме риса), зернобобовые, семена масличных культур
10.1	Мясо и мясо птицы, прочие продукты убоя. Мясные пищевые продукты, включая продукты из мяса птицы
10.2	Рыба переработанная и консервированная, ракообразные и моллюски
10.3	Фрукты и овощи переработанные и консервированные
10.5	Молоко и молочная продукция
10.6	Продукция мукомольно-крупяного производства, крахмалы и крахмалопродукты
10.7	Изделия хлебобулочные и мучные кондитерские
10.8	Продукты пищевые прочие
10.89.19	Продукты пищевые прочие, не включенные в другие группировки
10.89.19.150	Добавки пищевые, в т. ч. комплексные
11.07.19.133	Напитки на растительном сырье
24.63.10.160	Ароматизаторы на основе смесей вкусоароматических веществ, смеси душистых веществ, используемые в производстве пищевых продуктов, включая напитки
24.63.10.163	Ароматизаторы, используемые в производстве пищевых продуктов

лабораторий. Метод оценки показателей точности – метод добавок. Отобранные 34 образца были предварительно проверены на содержание целевого антигена с помощью скринингового анализа – тест-полоска на основе иммунохроматографического принципа производства ООО «ХЕМА» (рис. 6, 7).

В качестве добавки применяли аттестованные растворы, приготовленные из CRM Trypsin inhibitor from Glycine max (soybean), с массовой долей основного вещества не менее 95,00%.

Готовили растворы для введения добавки из СО путем разбавления точно известной навески СО в сухой форме в буфере для экстракции проб следующим образом.

В мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещали навеску СО массой 10 мг, отобранную при помощи весов неавтоматического действия I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76–1–2011, затем с помощью мерного цилиндра вместимостью 50 см<sup>3</sup> добавляли

рабочий раствор буфера для экстракции, объем раствора доводили до метки рабочим буферным раствором для экстракции и тщательно перемешивали.

Массовую концентрацию СИТ в стандартном растворе, приготовленном из СО ( $C_{CO}$ , мкг/см<sup>3</sup>), рассчитывали по формуле (1)

$$C_{CO} = \frac{m_{CO} \cdot W_{CO} \cdot 10^6}{V_{p-ля} \cdot 100}, \quad (1)$$

где  $W_{CO}$  – массовая доля основного вещества (СИТ) в СО (в соответствии с сертификатом анализа), %;

$m_{CO}$  – масса навески СО состава СИТ, г;

$V_{p-ля}$  – объем аликвоты растворителя, см<sup>3</sup>;

Границы абсолютной погрешности приготовления стандартного раствора № 1 с массовой концентрацией СИТ по (1), при доверительной вероятности  $P=0,95$  (без учета знака), ( $\Delta C_{RM}$ , мкг/см<sup>3</sup>) рассчитывали по формуле (2)



Рис. 6. Результат проверки образца ячменя с помощью тест-полоски

Fig. 6. The result of testing a barley sample using a test strip

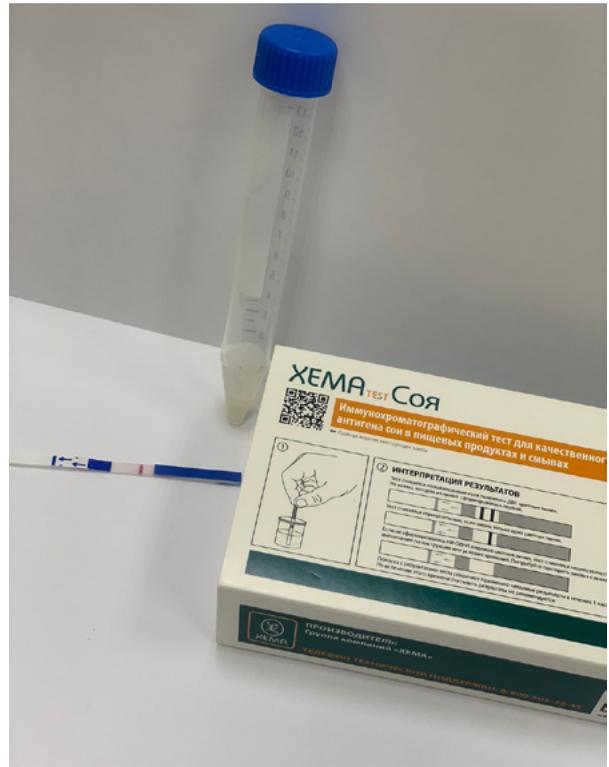


Рис. 7. Результат проверки образца фарша куриного из филе грудки с помощью тест-полоски

Fig. 7. The result of testing a sample of chicken minced breast fillet using a test strip

$$\Delta C_{CO} = C_{CO} \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta U_{CO}}{W_{CO}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m_{CO}}{m_{CO}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{P-ля.}}{V_{P-ля.}}\right)^2}, \quad (2)$$

где  $\Delta m_{CO}$  – пределы допускаемой абсолютной погрешности весов лабораторных I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76–1 при нагрузке  $m$ , г;

$\Delta V_{м.к.}$  – пределы допускаемой абсолютной погрешности мерной колбы, использованной для приготовления раствора по ГОСТ 1770, см<sup>3</sup>;

$\Delta U_{CO}$  – пределы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения при  $P=0,95, \%$ .

Расчет массовой концентрации стандартного раствора № 1, приготовленного из СО состава СИТ, приведен в табл. 4.

Таблица 4. Приготовление стандартного раствора № 1

Table 4. Preparation of standard solution No. 1

№ стандартного раствора	$W_{CO}^*$ , %	$V_{P-ля.}$ · см <sup>3</sup>	$m_{CO}$ · г	$C_{CO}$ , мкг/см <sup>3</sup>	$\delta C_{CO}$ , %
Раствор № 1	100,00	50,00	0,010	200,00	7,63

\*Значение, установленное в сертификате на RM.

Приготовление рабочих растворов СИТ, приготовленных в соответствии с табл. 5, выполняли методом последовательного разбавления точно известной аликвоты стандартного раствора № 1 в растворителе.

Массовую концентрацию СИТ в рабочих растворах ( $C_{PP}$ , мкг/см<sup>3</sup>) рассчитывали по формуле (3)

$$C_{PP} = \frac{C_{CO/PP} \cdot V_{CO/PP}}{V_{общ.}} \cdot 1000 \quad (3)$$

где  $C_{CO/PP}$  – массовая концентрация СИТ раствора, использованного для приготовления, мкг/см<sup>3</sup>;

$V_{CO/PP}$  – объем аликвоты раствора, использованного для приготовления, см<sup>3</sup>;

$V_{\text{общ}}$  – общий объем раствора с аликвотой раствора, использованного для приготовления, и растворителя, см<sup>3</sup>.

Границы погрешности приготовления рабочих растворов с массовыми концентрациями СИТ в рабочем растворе (номера растворов 2, 3, 4, 5 и 6 по табл. 2) при доверительной вероятности  $P=0,95$  (без учета знака) ( $\Delta C_{PP}$ , мкг/см<sup>3</sup>) рассчитывали по формуле (4)

$$\Delta C_{PP} = C_{PP} \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta C_{CO/p-pa}}{C_{CO/p-pa}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{CO}}{V_{CO}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{\text{общ.}}}{V_{\text{общ.}}}\right)^2}, \quad (4)$$

где  $\Delta V_{CO}$  – пределы допускаемой абсолютной погрешности дозатора одноканального (объем дозирования от 100 до 1 000 мм<sup>3</sup>), мм<sup>3</sup>;

$\Delta V_{\text{общ.}}$  – пределы допускаемой абсолютной погрешности дозатора одноканального (объем дозирования от 2 500 до 25 000 мм<sup>3</sup>), мм<sup>3</sup>;

$\Delta V_{CO/p-pa}$  – пределы допускаемой абсолютной погрешности раствора, использованного для приготовления, при доверительной вероятности  $P=0,95$ , мкг/см<sup>3</sup>.

Расчет массовой концентрации СИТ в рабочих растворах №№ 2–6 приведен в табл. 5.

#### Приготовление проб, загрязненных СИТ

В пять пронумерованных центрифужных пробирок вместимостью 15 см<sup>3</sup> отбирали навески рабочих проб массой  $(1,00 \pm 0,01)$  г, затем вводили добавку СИТ путем добавления аликвоты рабочих растворов № 5 и № 6, приготовленных по табл. 4.

При этом массовую долю СИТ в пробе с добавкой ( $C_{\text{доб}}$ , мкг/кг (ppb)), рассчитывали по формуле (5)

$$C_{\text{доб.}} = \frac{C_{PP} \cdot V_{PP}}{m_{\text{общ}}} \cdot 1000, \quad (5)$$

где  $C_{PP}$  – массовая концентрация СИТ в рабочем растворе (по табл. 5), вводимом в пробу в качестве добавки, мкг/см<sup>3</sup>;

$m_{\text{общ.}}$  – общая масса пробы с введенной добавкой, г;  
 $V_{PP}$  – объем аликвоты рабочего раствора СИТ (по табл. 6), вводимого в пробу в качестве добавки, см<sup>3</sup>.

Границы погрешности добавки при доверительной вероятности  $P=0,95$  (без учета знака) ( $\Delta C_{\text{дон.}}$ , мкг/кг (ppb)) рассчитывали по формуле (6)

$$\Delta C_{\text{доб}} = C_{\text{доб}} \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta C_{PP}}{C_{PP}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{PP}}{V_{PP}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m_{\text{общ.}}}{m_{\text{общ.}}}\right)^2}, \quad (6)$$

где  $C_{\text{дон.}}$  – массовая доля СИТ в пробе с добавкой, мкг/кг (ppb);

$\Delta C_{PP}$  – пределы допускаемой погрешности приготовления рабочего раствора СИТ (по табл. 2), вводимого в пробу в качестве добавки, мкг/см<sup>3</sup>;

$\Delta V_{PP}$  – пределы допускаемой погрешности дозатора одноканального (объем дозирования от 5 до 100 мм<sup>3</sup>; от 100 до 1 000 мм<sup>3</sup>), см<sup>3</sup>;

$\Delta m_{\text{общ.}}$  – пределы допускаемой погрешности весов лабораторных I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R76–1 при нагрузке  $m$ , г.

Расчеты массовой доли СИТ в рабочих пробах с добавкой представлены в табл. 6.

Показатели точности методики измерений (повторяемость, воспроизводимость, правильность и погрешность в относительной форме) были оценены в ходе межлабораторного эксперимента с участием 5 лабораторий,

Таблица 5. Приготовление рабочих растворов №№ 2–6

Table 5. Preparation of working solutions No. 2–6

№ раствора, использованного для приготовления	№ приготовленного рабочего раствора	$V_{PP}$ , мм <sup>3</sup>	$V_{p-ля}$ , мм <sup>3</sup>	$C_{PP}$ , мкг/см <sup>3</sup>	$\delta C_{PP}$ , %
Стандартный раствор № 1	PP № 2	0,50	9,50	10,00	8,39
PP № 2	PP № 1	0,60	4,40	1,2	8,19
PP № 3	PP № 2	0,50	4,50	0,12	8,18
PP № 4	PP № 5	0,50	4,50	0,012	8,18
PP № 5	PP № 6	0,50	4,50	0,0012	8,18

Таблица 6. Приготовление проб с добавкой рабочих растворов № 5 и № 6, приготовленных по табл. 4  
Table 6. Preparation of samples with the addition of working solutions No. 5 and No. 6 prepared according to Table 4

Наименование измеряемой величины	№ РР, вводимого в пробу в качестве добавки	$C_{PP}$ , мкг/см <sup>3</sup>	$V_{PP}$ , см <sup>3</sup>	$C_{доб}$ , мкг/кг (ppb)	$\delta C_{доб}$ , %
Массовая доля СИТ	РР № 6	0,012	0,35	<b>3,11</b>	8,42
	РР № 5	0,12	0,09	<b>9,91</b>	8,54
		0,12	0,15	<b>15,65</b>	8,51
		0,12	0,23	<b>22,44</b>	8,47

организованного в 2022 г. Для проведения эксперимента были использованы 34 образца продуктов, перечисленных выше. Результаты измерений межлабораторного эксперимента массовой доли СИТ на примере проб двух продуктов, полученные лабораториями, представлены на рис. 8 и 9.

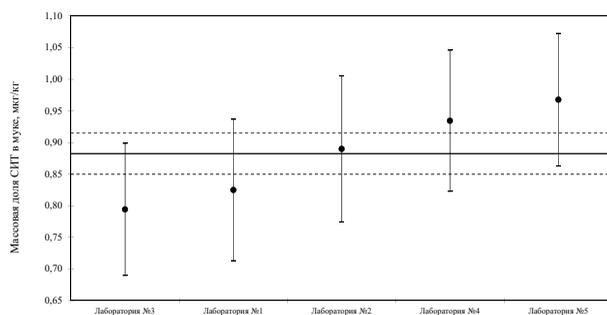


Рис. 8. Результаты межлабораторного эксперимента на примере продукта «Мука гречневая»

Fig. 8. The results of an interlaboratory experiment based on the example of the product «Buckwheat flour»

По результатам проведенных экспериментов был проведен расчет метрологических характеристик по формулам в соответствии с РМГ 61–2010, результаты представлены в табл. 7.

Таблица 7. Значения показателей точности, правильности, повторяемости и воспроизводимости методики измерений массовой доли СИТ

Table 7. The values of indicators of accuracy, correctness, repeatability, and reproducibility of the method for measuring the mass fraction of STI

Показатель повторяемости (относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_{R0}$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости единичного результата измерений), $\sigma_{R0}$ , %	Показатель правильности (границы относительной неисключенной систематической погрешности измерений при доверительной вероятности $P=0,95$ ), $\pm \delta_c$ , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности $P=0,95$ ), $\pm \delta$ , %
13	18	19	40

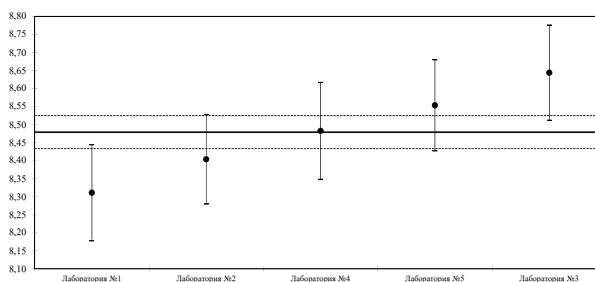


Рис. 9. Результаты межлабораторного эксперимента на примере продукта «Фарш куриный из филе грудки»

Fig. 9. The results of an interlaboratory experiment based on the example of the product «Chicken minced breast fillet»

### Заклучение

Одной из главных особенностей разработки и аттестации методики измерений была оптимизация факторов, которые влияют на результаты измерений. При этом были изучены процессы, которые происходят при постановке метода ИФА, проведен анализ влияния каждого из них на точность результатов как экспериментальным путем, так и с учетом литературных данных.

В ходе исследования была разработана и аттестована методика измерений массовой доли соевого ингибитора

трипсина с применением иммуноферментного анализа в пищевых продуктах. Диапазон измерений составляет от 0,5 до 25,0 мкг/кг (ppb), предел обнаружения 0,1 мкг/кг (ppb), относительная погрешность 40%. При разработке методики была проведена оптимизация основных методических факторов, которые влияют на точность результатов измерений, таких как масса пробы, время ее экстракции, время и скорость центрифугирования пробы, соотношение надосадочной жидкости и ИФА-буфера, температура инкубации, время взаимодействия комплекса «антитело – аллерген» с окрашивающим агентом, длина волны для измерения оптической плотности и максимальное время для измерения оптической плотности после введения стоп-реагента.

Разработанная методика была апробирована в рамках межлабораторного эксперимента с участием 5 лабораторий. Методика успешно внедрена в работу этих лабораторий, а также во ФГАНУ «Научно-исследовательский институт хлебопекарной промышленности». Экспериментально установлено, что разработанная методика проста, экспрессна и дает надежные результаты при определении массовой доли соевого ингибитора трипсина в пищевых продуктах.

На основе экспериментальных результатов были рассчитаны метрологические характеристики в соответствии с РМГ 61–2010. Разработанная методика измерений аттестована на соответствие требованиям ГОСТ Р 8.563–2009, Федерального закона № 102-ФЗ, Приказу Минпромторга № 4091. Методика идентификации и количественного определения содержания неинфекционных пищевых аллергенов белкового растительного происхождения в пробах всех видов пищевых продуктов и объектов, связанных с требованиями к пищевой продукции, смывов, отбираемых с рабочих поверхностей при проведении производственного контроля, с помощью наборов реагентов для иммуноферментного анализа производства ООО «ХЕМА» зарегистрирована в ФИФ ОЕИ № ФР.1.31.2022.43884.

Практическая значимость полученных результатов заключается в возможности применения разработанной методики в испытательных лабораториях, которые занимаются контролем качества и безопасности выпускаемой продукции, а также может быть использована

для подтверждения соответствия продукции обязательным требованиям, установленным в ТР ТС 022/2012.

Перспективным направлением исследований в данной области является разработка стандартизированной методики измерений массовой доли соевого ингибитора трипсина методом ИФА и разработки стандартного образца с аттестованным значением массовой доли СИТ.

**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 governmental, for-profit, or non-profit organization.

**Вклад соавторов:** Первухина О. Е. – разработка замысла исследования, проведение исследовательских работ, написание чернового варианта статьи, подготовка визуальных материалов; Крашенинина М. П. – разработка замысла исследования, курирование исследовательской деятельности, проверка и редакция текста статьи, утверждение окончательного варианта статьи; Петухов П. А. – разработка концепции исследования, разработка методик, предоставление материалов для исследования, утверждение окончательного варианта статьи; Майгурова В. Н. – проведение исследовательских работ, валидация.

**Contribution of the authors:** Olesya E. Pervukhina – development of the research concept, research work, writing a draft of the article, preparation of visual materials; Maria P. Krasheninina – development of the research concept, supervision of research activities, revision of the text, approval of the final version of the article; Pavel A. Petukhov – development of the research concept, development of methods, provision of materials for the study, approval of the final version of the article; Valentina N. Maigurova – research work, validation.

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

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

## СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Jiang X., Jackson L. S. Food allergens // Encyclopedia of Food Safety (Second edition). Academic Press, 2024. P. 295–308. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-822521-9.00233-1>
2. Намазова-Баранова Л. С. Аллергия у детей: от теории к практике. М.: Союз педиатров России. 2010–2011. 668 с.
3. EAACI food allergy and anaphylaxis guidelines: diagnosis and management of food allergy / A. Muraro [et al.] // Allergy. 2014. Vol. 69, № 8. P. 1008–1025. <https://doi.org/10.1111/all.12429>

4. Пищевая аллергия / А. А. Баранов [и др.]. М.: Педиатр, 2013. Сер. Болезни детского возраста от А до Я.
5. Prescott S., Allen K. J. Food allergy: riding the second wave of allergy epidemic // *Pediatric Allergy and Immunology*. 2011. Vol. 22, № 1. P. 156–160. <https://doi.org/10.1111/j.1399-3038.2011.01145.x>
6. Codex Alimentarius: International food standards. Code of practice on food allergen management for food business operators CXC80–2020 Adopted in 2020.
7. Kerezsi A. D., Jacquet N., Blecker Ch. Advances on physical treatments for soy allergens reduction – A review // *Trends in Food Science & Technology*. 2022. Vol. 122. P. 24–39. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2022.02.007>
8. L'Hocine L., Boye Jo. I. Allergenicity of soybean: new developments in identification of allergenic proteins, cross-reactivities and hypoallergenization technologies // *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*. 2007. Vol. 47, № 2. P. 127–43. <https://doi.org/10.1080/10408390600626487>
9. Пищевая аллергия: Клинические рекомендации Министерства здравоохранения Российской Федерации. М.: Союз педиатров России, 2018. 50 с.
10. Vagadia B. H., Vanga S. K., Raghavan V. Inactivation methods of soybean trypsin inhibitor – a review // *Trends in Food Science & Technology*. 2017. Vol. 64. P. 115–125. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2017.02.003>
11. Stability of the allergenic soybean Kunitz trypsin inhibitor / R. Roychaudhuri [et al.] // *Biochimica et Biophysica Acta (BBA) – Proteins and Proteomics*. 2004. Vol. 1699, Iss. 1–2. P. 207–212. <https://doi.org/10.1016/j.bbapap.2004.02.014>
12. Comparison of physicochemical properties of recombinant buckwheat trypsin inhibitor (rBTI) and soybean trypsin inhibitor (SBTI) / Ch. Li [et al.] // *Protein Expression and Purification*. 2020. Vol. 171. P. 105614. <https://doi.org/10.1016/j.pep.2020.105614>
13. Recent advances and challenges in food-borne allergen detection / A. Sena-Torralba [et al.] // *TrAC Trends in Analytical Chemistry*. 2020. Vol. 132. P. 116050. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2020.116050>
14. Sensitive detection of soy (glycine max) by real-time polymerase chain reaction targeting the mitochondrial atpA Gene / T. Bauer [et al.] // *AOAC International*. 2011. Vol. 94, Iss. 6. P. 1863–1873. <https://doi.org/10.5740/jaoacint.10-257>
15. Development of a real-time PCR method for the simultaneous detection of soya and lupin mitochondrial DNA as markers for the presence of allergens in processed food / A. M. Gomez [et al.] // *Food Chemistry*. 2011. Vol. 127, Iss. 2. P. 834–841. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.01.019>
16. Advanced DNA- and protein-based methods for the detection and investigation of food allergens / M. Prado [et al.] // *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*. 2016. Vol. 56, № 15. P. 2511–2542. <https://doi.org/10.1080/10408398.2013.873767>
17. Development and validation of a specific sandwich ELISA for determination of soybean allergens and its application in processed foods / L. Zhu [et al.] // *Process Biochemistry*. 2022. Vol. 117. P. 134–141. <https://doi.org/10.1016/j.procbio.2022.03.022>
18. Determination of egg and milk allergen in food products by liquid chromatography-tandem mass spectrometry based on signature peptides and isotope-labeled internal standard / S. Fan [et al.] // *Food Science and Human Wellness*. 2023. Vol. 12, Iss. 3. P. 728–736. <https://doi.org/10.1016/j.fshw.2022.09.006>
19. Sandwich-type immunosensors and immunoassays exploiting nanostructure labels: A review / X. Pei [et al.] // *Analytica Chimica Acta*. 2013. Vol. 758, Iss. 3. P. 1–18. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2012.10.060>
20. Determination of food authenticity by enzyme-linked immunosorbent assay (ELISA) / L. Asensio [et al.] // *Food Control*. 2008. Vol. 19, Iss. 1. P. 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2007.02.010>
21. О разработке метрологического обеспечения идентификации и количественного определения содержания неинфекционных пищевых аллергенов белкового животного или растительного происхождения в пищевых продуктах / О. Е. Первухина [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 3. С. 145–158. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-3-145-158>
22. Первухина О. Е., Крашенинина М. П. Разработка стандартных образцов состава муки соевой и изолята соевого с аттестованными характеристиками массовой доли соевого ингибитора трипсина и массовой доли азота (белка) // За нами будущее: сборник тезисов докладов II Международной научно-практической конференции, Екатеринбург, 14–16 июня 2023 г. / Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии [и др.]. СПб: ООО «Издательско-полиграфическая компания «Коста», 2023. С. 80–86.

## REFERENCE

1. Jiang X., Jackson L. S. Food Allergens. *Encyclopedia of Food Safety (Second Edition)*. 2024:295–308. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-822521-9.00233-1>
2. Namazova-Baranova L. S. Allergy in children: from theory to practice. Moscow: Soiuz pediatrov Rossii; 2010–2011. 668 p. (In Russ.).
3. Muraro A., Werfel T., Hoffmann-Sommergruber K. et al. EAACI food allergy and anaphylaxis guidelines: diagnosis and management of food allergy. *Allergy*. 2014;69(8):1008–1025. <https://doi.org/10.1111/all.12429>
4. Baranov A. A., Namazova-Baranova L. S., Borovik T. E. et al. Food allergy. Iss. Bolezni detskogo vozrasta ot A do Ia. Moscow: PEDIATR; 2013. (In Russ.).
5. Prescott S., Allen K. J. Food allergy: riding the second wave of allergy epidemic. *Pediatric Allergy and Immunology*. 2011;22(1):156–160. <https://doi.org/10.1111/j.1399-3038.2011.01145.x>
6. Codex Alimentarius: International food standards. Code of practice on food allergen management for food business operators CXC80–2020 Adopted in 2020.

7. Kerezsi A. D., Jacquet N., Blecker Ch. Advances on physical treatments for soy allergens reduction – A review. *Trends in Food Science & Technology*. 2022;122:24–39. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2022.02.007>.
8. L'Hocine L., Boye Jo. I. Allergenicity of soybean: new developments in identification of allergenic proteins, cross-reactivities and hypoallergenization technologies. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*. 2007;47(2):127–43. <https://doi.org/10.1080/10408390600626487>.
9. Food allergy: clinical recommendations of the Ministry of Health of the Russian Federation. Moscow: *Pediatr*; 2018. 50 p. (In Russ.).
10. Vagadia B. H., Vanga S. K., Raghavan V. Inactivation methods of soybean trypsin inhibitor – a review. *Trends in Food Science & Technology*. 2017;64:115–125. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2017.02.003>
11. Roychoudhuri R., Sarath G., Zeece M., Markwell Jo. Stability of the allergenic soybean Kunitz trypsin inhibitor. *Biochimica et Biophysica Acta (BBA) – Proteins and Proteomics*. Volume 2004;1699(1–2):207–212. <https://doi.org/10.1016/j.bbapap.2004.02.014>.
12. Li Ch., Li W., Yi Zh., Simpson B. K. Comparison of physicochemical properties of recombinant buckwheat trypsin inhibitor (rBTI) and soybean trypsin inhibitor (SBTI). *Protein Expression and Purification*, 2020;171:105614. <https://doi.org/10.1016/j.pep.2020.105614>
13. Sena-Torralba A., Pallás-Tamarit Y., Morais S., Maquieira A. Recent advances and challenges in food-borne allergen detection. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*. 2020;132: 116050. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2020.116050>
14. Bauer T., Kirschbaum K., Panter S., Kenk M., Bergemann J. Sensitive detection of soy (Glycine max) by real-time polymerase chain reaction targeting the mitochondrial atpA Gene. *AOAC International*. 2011;94(6):1863–1873. <https://doi.org/10.5740/jaoacint.10-257>
15. Gomez Galan A. M., Brohée M., Silva E. de A., van Hengel A. J., Chassaigne H. Development of a real-time PCR method for the simultaneous detection of soya and lupin mitochondrial DNA as markers for the presence of allergens in processed food. *Food Chemistry*. 2011;127(2):834–841. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.01.019>
16. Prado M., Ortea I., Vial S., Rivas J., Calo-Mata P., Barros-Velázquez J. Advanced DNA- and protein-based methods for the detection and investigation of food allergens. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*. 2016;56(15):2511–2542. <https://doi.org/10.1080/10408398.2013.873767>
17. Zhu L., Li S., Sun L. et al. Development and validation of a specific sandwich ELISA for determination of soybean allergens and its application in processed foods. *Process Biochemistry*. 2022;117:134–141. <https://doi.org/10.1016/j.procbio.2022.03.022>.
18. Fan S., Ma J., Liu Z. et al. Determination of egg and milk allergen in food products by liquid chromatography-tandem mass spectrometry based on signature peptides and isotope-labeled internal standard. *Food Science and Human Wellness*. 2023;12(3):728–736. <https://doi.org/10.1016/j.fshw.2022.09.006>
19. Pei X., Zhang B., Tang J. et al. Sandwich-type immunosensors and immunoassays exploiting nanostructure labels: A review. *Analytica Chimica Acta*. 2013;758(3):1–18. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2012.10.060>
20. Asensio L., González I., García T., Martín R. Determination of food authenticity by enzyme-linked immunosorbent assay (ELISA). *Food Control*. 2008;19(1):1–8. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2007.02.010>
21. Pervukhina O. E. Sergeeva A. S., Krasheninina M. P. et al. On the development of metrological support for the identification and quantitative determination of the content of non-infectious food allergens of animal or plant protein origin in food products. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(3):145–158. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/207711772023193-145-158>.
22. Pervukhina O. E., Krasheninina M. P. On the development of standard samples of soybean flour and soybean isolate composition with certified characteristics of mass fraction of soybean trypsin inhibitor and mass fraction of nitrogen (protein). In: *We are the future: Collection of works II international scientific conference*, 14–16 June 2023, Yekaterinburg. Federal Agency on Technical Regulating and Metrology et al., Kosta Publishing and Printing Company LLC; 2023. P. 80–86. (In Russ.).

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

ГОСТ 8.563–2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений = State system for ensuring the uniformity of measurements. Procedures of measurements. М.: Стандартинформ, 2011.

ГОСТ Р 58144–2018 Вода дистиллированная. Технические условия. М.: Стандартинформ, 2022.

ГОСТ Р 55878–2013 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия. М.: Стандартинформ, 2011.

РМГ 61–2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки = State system for ensuring the uniformity of measurements. Accuracy, trueness and precision measures of the procedures for quantitative chemical analysis. Methods of evaluation. М.: Стандартинформ, 2013.

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) // Росс. газета. 2008. 2 июля.

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 Российской Федерации от 15 декабря 2015 г. № 4091 // Официальный интернет-портал правовой информации. Дата опубликования: 26.02.2016. Номер опубликования: 0001201602260008.

ТР ТС 022/2011 Пищевая продукция в части ее маркировки: Технический регламент таможенного союза (с изменениями на 14 сентября 2018 года) // электронный фонд нормативно-технической и нормативно-правовой информации Консорциума «Кодекс» [сайт]. URL: <https://docs.cntd.ru/document/902320347>

#### ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

**Первухина Олеся Евгеньевна** – инженер лаборатории метрологии влагометрии и стандартных образцов УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4  
e-mail: [pervuhinaoe@uniim.ru](mailto:pervuhinaoe@uniim.ru)  
Researcher ID <https://www.researchid.co/rid69022>  
<https://orcid.org/0009-0004-7051-9833>

**Крашенинина Мария Павловна** – канд. техн. наук, ученый хранитель ГЭТ 173, ученый хранитель ГВЭТ 208–1, старший научный сотрудник лаборатории метрологии влагометрии и стандартных образцов УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

Россия, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4  
e-mail: [krasheninina\\_m@uniim.ru](mailto:krasheninina_m@uniim.ru)  
Researcher ID: B-8302–2019  
<https://orcid.org/0000-0003-3691-1124>

**Петухов Павел Александрович** – директор по развитию ООО «ХЕМА»

Российская Федерация, 105264, г. Москва, ул. 9-я Парковая, 48,1  
e-mail: [onco.xema@gmail.ru](mailto:onco.xema@gmail.ru)

**Майгурова Валентина Николаевна** – менеджер клиентского сервиса ООО «ХЕМА»

Российская Федерация, 105264, г. Москва, ул. 9-я Парковая, 48,1  
e-mail: [onco.xema@gmail.ru](mailto:onco.xema@gmail.ru)

#### INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

**Olesya E. Pervukhina** – Engineer of the Laboratory for Metrological Support of Moisture Measurement and Reference Materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology

4 Krasnoarmeyskaya st., Yekaterinburg, 620075, Russia  
e-mail: [pervuhinaoe@uniim.ru](mailto:pervuhinaoe@uniim.ru)  
Researcher ID <https://www.researchid.co/rid69022>  
<https://orcid.org/0009-0004-7051-9833>

**Maria P. Krasheninina** – Cand. Sci. (Eng.), Assistant Scientific Custodian of GET 173, Scientific Custodian of GVET 208–1, Senior Researcher of the Laboratory for Metrological Support of Moisture Measurement and Reference Materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology

4 Krasnoarmeyskaya st., Yekaterinburg, 620075, Russia  
e-mail: [krasheninina\\_m@uniim.ru](mailto:krasheninina_m@uniim.ru)  
Researcher ID: B-8302–2019  
<https://orcid.org/0000-0003-3691-1124>

**Pavel A. Petukhov** – Development Director, XEMA LLC

48,1 Parkovaia st., Moscow, 105264, Russian Federation  
e-mail: [onco.xema@gmail.ru](mailto:onco.xema@gmail.ru)

**Valentina N. Maigurova** – Customer Service Manager, XEMA LLC

48,1 Parkovaia st., Moscow, 105264, Russian Federation  
e-mail: [onco.xema@gmail.ru](mailto:onco.xema@gmail.ru)



## СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ



Обзорная статья  
УДК 665.6/7 : 542.78  
<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-143-153>

# Оценка эквивалентности методов определения давления паров нефти и нефтепродуктов

А. А. Маркарян<sup>1</sup> , Е. Ю. Куделя<sup>1</sup> , И. Д. Макитрук<sup>1</sup> ,  
Н. Ю. Пилявская<sup>1</sup> , Д. А. Вирки<sup>1</sup> , А. В. Булатов<sup>1,2</sup>  

<sup>1</sup>ООО «Петроаналитика», г. Санкт-Петербург, Россия

<sup>2</sup>Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии, г. Санкт-Петербург, Россия

 [info@petroanalytica.ru](mailto:info@petroanalytica.ru)

**Аннотация:** Действующие в России нормативные документы устанавливают для испытательных лабораторий необходимость определять такие показатели, как давление насыщенных паров по методу Рейда; давление насыщенных паров, содержащих воздух; полное давление паров сырой нефти. В аналитической практике для контроля качества измерений, валидации методов, установления метрологической прослеживаемости и других аналогичных целей применяются соответствующие стандартные образцы. Кроме того, расчет различных эквивалентов по корреляционным уравнениям (DVPE – эквивалентное давление сухого пара, RVPE – эквивалентное давление паров по Рейду и др.) регламентирован соответствующими методами определения давления паров.

Давление паров является метод-зависимой величиной, поэтому многие производители стандартных образцов в качестве способа установления аттестованного значения используют межлабораторный эксперимент, рискуя при этом неправильно интерпретировать полученные экспериментальные данные. Проблема заключается в том, что при проведении межлабораторного эксперимента в процессе аттестации стандартных образцов случается принимать давление насыщенных паров, содержащих воздух; полное давление паров и даже рассчитанные эквиваленты давления паров – за давление насыщенных паров по Рейду.

Намереваясь решить эту проблему, авторами в данной работе поставлена цель оценить эквивалентность методов определения давления паров нефти и нефтепродуктов, применяемых в испытательных лабораториях, чтобы выявить ключевые характеристики заявленных методов, оценить их эквивалентность.

С данной целью рассмотрены методы определения давления паров с использованием автоматической вакуумной камеры и бомбы Рейда. Проведены испытания различных матриц стандартных образцов (углеводороды, бензин, товарная нефть, газовый конденсат). По результатам испытаний получены расчетные эквиваленты давления паров и проведено их сравнение.

В итоге показано, что значения давления насыщенных паров, содержащих воздух; эквивалентного давления сухого пара, эквивалентного давления паров по Рейду и полного давления паров не следует представлять как значения давления насыщенных паров, установленных методом Рейда.

Сравнительная оценка методов определения давления паров нефти и нефтепродуктов, применяемых в испытательных лабораториях, может стать подспорьем для разработчиков нормативных документов на нефть, газовый конденсат и автомобильный бензин, проливая свет на необходимость разделения требований к показателям давления паров рассмотренных объектов анализа и давая для этого эмпирический материал.

**Ключевые слова:** давление паров, метод Рейда, стандартные образцы, нефть, нефтепродукты

**Используемые сокращения:** СО – стандартный образец; ДНП – давление насыщенных паров по методу Рейда; ASVP – давление насыщенных паров, содержащих воздух; DVPE – эквивалентное давление сухого пара; VPCR4 – полное давление паров сырой нефти; RVPE – эквивалентное давление паров по Рейду.

**Ссылка при цитировании:** Оценка эквивалентности методов определения давления паров нефти и нефтепродуктов / А. А. Маркарян [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 5. С. 143–153. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-143-153>

Статья поступила в редакцию 13.07.2023; одобрена после рецензирования 14.09.2023; принята к публикации 25.12.2023.

## MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

Research Article

# Assessment of the Equivalence of Methods for the Determination of the Vapor Pressure of Oil and Oil Products

Artur A. Markarian<sup>1</sup> , Evgeny Yu. Kudelya<sup>1</sup> , Ivan D. Makitruk<sup>1</sup> ,  
Natalia Yu. Pilyavskaya<sup>1</sup> , Dmitry A. Virki<sup>1</sup> , Andrey V. Bulatov<sup>1,2</sup>  

<sup>1</sup> LLC «Petroanalytica», Saint Petersburg, Russia

<sup>2</sup> Saint Petersburg State University Institute of Chemistry, Saint Petersburg, Russia  
 [info@petroanalytica.ru](mailto:info@petroanalytica.ru)

**Abstract:** Current regulatory documents in Russia establish the need for testing laboratories to determine such parameters as saturated vapor pressure using the Reid method, air saturated vapor pressure, total vapor pressure of crude oil. In analytical practice, appropriate reference materials are used for measurement quality control, method validation, metrological traceability establishment, and other purposes. In addition, the calculation of various vapor pressure equivalents using correlation equations (DVPE – dry vapor pressure equivalent, RVPE – Reid vapor pressure equivalent, etc.) is regulated by appropriate methods for determining vapor pressure.

Vapor pressure is a method-dependent parameter; so many producers of reference materials use interlaboratory experiment as a way to establish a certified value. Thus, when conducting an interlaboratory experiment in the process of certification of reference materials, it was revealed that laboratories can incorrectly interpret the obtained experimental data – consider values of the air saturated vapor pressure, total vapor pressure and even calculated vapor pressure equivalents as the Reid vapor pressure.

To solve this problem, the authors of this work set the goal of assessing the equivalence of methods for determining the vapor pressure of oil and oil products used in testing laboratories in order to identify the key characteristics of the stated methods and assess their equivalence.

The article discusses methods the vapor pressure determination using an automatic vacuum chamber and a Reid bomb. Various matrices of reference materials (hydrocarbons, gasoline, commercial oil, gas condensate) were investigated, and the calculated vapor pressure equivalents were obtained and compared. It was shown that the air saturated vapor pressure, dry vapor pressure equivalent, Reid vapor pressure equivalent, and total vapor pressure cannot be equated to the saturated vapor pressure values determined by the Reid method.

A comparative assessment of methods for determining the vapor pressure of oil and oil products used in testing laboratories can be of assistance to developers of regulatory documents for oil, gas condensate, and motor gasoline, revealing the need to separate the requirements for vapor pressure parameters of the considered objects of analysis and providing empirical material.

**Keywords:** vapor pressure, Reid method, reference material, oil, oil products

**Abbreviations used:** RM – reference material; RVP – Reid vapor pressure; ASVP – air saturated vapor pressure; DVPE – dry vapor pressure equivalent; VPCR4 – vapor pressure of crude oil; RVPE – Reid vapor pressure equivalent.

**For citation:** Markarian A. A., Kudelya E. Yu., Makitruk I. D., Pilyavskaya N. Yu., Virki D. A., Bulatov A. V. Assessment of the equivalence of methods for the determination of the vapor pressure of oil and oil products. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(5):143–153. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-143-153>

The article was submitted 13.07.2023; approved after reviewing 14.09.2023; accepted for publication 25.12.2023.

## Введение

Одним из важных эксплуатационных и физико-химических свойств нефти и нефтепродуктов является их испаряемость – способность перехода вещества из жидкой в газообразную фазу. При контроле качества нефти и нефтепродуктов для оценки их испаряемости определяют фракционный состав и давление (насыщенных и сухих) паров. Такие показатели отражены в нормативных документах на нефть (ГОСТ Р 51858–2002), моторные топлива (ГОСТ Р 51866–2002, ГОСТ 32513–2013) и топлива для реактивных двигателей (ГОСТ 10227–86).

Согласно ГОСТ 31874–2012, давление паров – это давление пара, находящегося в равновесии с жидкостью. Этот показатель особенно важен для моторных и реактивных марок топлива. Определенное давление паров необходимо для обеспечения запуска двигателя, особенно в холодное время. Высокое значение этого показателя, связанное с большим содержанием в нефтепродукте легколетучих компонентов, может приводить к образованию паровых пробок в системе подачи топлива [1]. В свою очередь, давление паров нефти определяет потенциальные потери ее летучих фракций при транспортировке или перекачке в неконтролируемых условиях [2]. Кроме того, в соответствии с ГОСТ 2517–2012 условия отбора проб нефти и нефтепродуктов для их последующего анализа определяются, в том числе, и значением давления насыщенных паров.

Известно, что давление паров индивидуальных углеводородов, входящих в состав нефти и нефтепродуктов, зависит только от температуры. Однако характеристика давления паров нефти и нефтепродуктов зависит и от температуры, и от соотношения жидкой и паровой фаз [3]. Это связано с тем, что испарение наиболее летучих компонентов пробы нефти или нефтепродукта (смесь углеводородов и других соединений) приводит к изменению состава жидкой фазы. Следовательно, в состоянии насыщения пар находится в равновесии с жидкостью уже измененного состава. При варьировании температуры

и соотношения фаз максимальное давление такого пара будет отличаться, поэтому во всех методах измерений давления паров нефти и нефтепродуктов принято проводить испытания при температуре 37,8 °C (100,0 °F) и при соотношении фаз жидкость/пар 1:4.

В ряде работ предпринимались попытки установления корреляций между составом пробы (нефть [4–5], биотопливо [6], бензин [7–8]) и значением давления паров. Однако для установления таких корреляций требуется массив экспериментальных данных.

В испытательных лабораториях определяют такие показатели как давление насыщенных паров по методу Рейда (ДНП); давление насыщенных паров, содержащих воздух (ASVP); эквивалентное давление сухого пара (DVPE); полное давление паров сырой нефти (VPCR4); эквивалентное давление паров по Рейду (RVPE) и его аналог, который в русскоязычной литературе называют ДНП R. При этом ряд показателей устанавливают экспериментально (ДНП, ASVP), а некоторые (DVPE, RVPE, ДНП R) – экспериментально-расчетным способом с использованием корреляционных уравнений (табл. 1).

Для проведения испытаний нефти и нефтепродуктов преимущественно используют два типа оборудования (табл. 1): бомбу Рейда (оснащена манометром) или автоматические анализаторы (типа MINIVAP, ERAVAP и др.). При проведении испытаний с помощью бомбы Рейда жидкостную камеру (рис. 1), соединенную с воздушной камерой, заполняют предварительно охлажденной пробой, после чего бомбу с пробой термостатируют при температуре  $(37,8 \pm 0,1)$  °C до достижения постоянного давления (после встряхивания). Показания манометра принимают за «нескорректированное давление насыщенных паров» по Рейду. Этот метод является длительным и трудоемким, однако он регламентируется в нормативных документах на нефть (ГОСТ Р 51858–2002), моторные топлива (ГОСТ Р 51866–2002, ГОСТ 32513–2013) и топлива для реактивных двигателей (ГОСТ 10227–86).

Таблица 1. Показатели давления паров нефти и нефтепродуктов  
Table 1. Parameters of vapor pressure of oil and oil products

Показатель	Название показателя на англ. языке	Способ определения (корреляционное уравнение)	Оборудование	Нормативный документ
Давление насыщенных паров по методу Рейда	Vapor pressure (Reid method)	экспериментальный	бомба Рейда	ГОСТ 1756–2000 ASTM D323–20a ГОСТ 31874–2012
Давление насыщенных паров, содержащих воздух	Air saturated vapor pressure (ASVP)	экспериментальный	автоматический анализатор	ГОСТ EN 13016-1-2013 ГОСТ Р EN 13016-1-2008 ГОСТ 33157–2014
Эквивалентное давление сухого пара	Dry vapor pressure equivalent (DVPE)	экспериментально-расчетный ( $DVPE = 0,965 \cdot ASVP - 3,78$ )	автоматический анализатор	ASTM D5191–20 ГОСТ 28781–90
Полное давление паров сырой нефти	Vapor pressure of crude oil ( $VPCR_4$ )	экспериментальный	автоматический анализатор	ГОСТ Р 52340–2005 ГОСТ 33361–2022 ASTM D6377–20
Эквивалентное давление паров по Рейду (ДНП R)	Reid vapor pressure equivalent (RVPE)	экспериментально-расчетный $(RVPE = 2,966 \cdot 10^{-3} \cdot VPCR_4^2 + 0,65578 \cdot VPCR_4 - 4,23)$ $(RVPE = 0,752 \cdot VPCR_4 + 6,07)$ $(RVPE = 0,915 \cdot VPCR_4)$	автоматический анализатор	ГОСТ 8.601-2010 (ДНП R) ГОСТ Р 52340–2005 ГОСТ 33361–2022 ASTM D6377–20

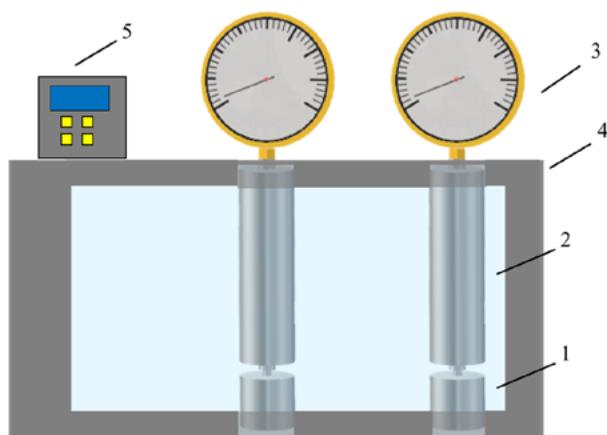


Рис. 1. Схематическое изображение установки для определения давления насыщенных паров по методу Рейда: 1 – топливная камера; 2 – воздушная камера; 3 – манометр; 4 – термостат; 5 – регулятор температуры

Fig. 1. A schematic representation of a Reid vapor pressure apparatus: 1 – fuel chamber; 2 – air chamber; 3 – manometer; 4 – thermostat; 5 – temperature controller

При определении давления паров с помощью автоматических анализаторов проба помещается (с помощью шприца или автоматический отбор) в вакуумную камеру, термостатируется, при подъеме поршня камеры создается пространство для паровой фазы (рис. 2). При этом в вакуумной камере обеспечивается соотношение фаз жидкость/пар 1:4. Автоматические анализаторы позволяют сократить трудозатраты, время анализа и количество образующихся отходов.

В аналитической практике для метрологического обеспечения методов и средств определения давления паров нефти и нефтепродуктов применяются соответствующие стандартные образцы (СО). Поскольку давление паров является метод-зависимой величиной, то для аттестации СО предпочтительным является способ межлабораторного эксперимента в соответствии с ГОСТ 8.532-2002.

Как положительный, так и отрицательный опыт применения способа межлабораторного эксперимента стал основой данной работы и сложился из многолетней

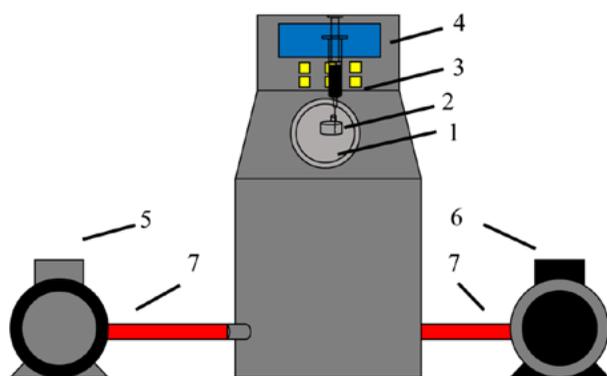


Рис. 2. Схематическое изображение автоматического анализатора для определения давления паров: 1 – вакуумная камера; 2 – крышка с чувствительной к давлению мембраной; 3 – шприц с пробой; 4 – дисплей прибора; 5 – вакуумный насос; 6 – продувочный насос; 7 – шланги

Fig. 2. A schematic representation of an automated vapor pressure apparatus: 1 – vacuum chamber; 2 – cover with a pressure-sensitive membrane; 3 – syringe with sample; 4 – display; 5 – vacuum pump; 6 – purge pump; 7 – tubes

практики ООО «Петроаналитика» в сфере производства СО свойств нефти и нефтепродуктов. В частности, участники межлабораторного эксперимента могут принимать давление насыщенных паров, содержащих воздух; полное давление паров и рассчитанные эквиваленты давления паров – за давление насыщенных паров по Рейду. Некорректная трактовка результатов определения давления паров возникает из-за большого разнообразия

СО различных производителей, при том что сам объект испытаний – давление паров нефти и нефтепродуктов – имеет широкий набор показателей. Представляется важным обратить внимание испытательных лабораторий на то, что не следует представлять как значения давления насыщенных паров, установленных методом Рейда, значения давления насыщенных паров, содержащих воздух; эквивалентного давления сухого пара, эквивалентного давления паров по Рейду и полного давления паров.

Настоящее исследование имеет цель оценить эквивалентность методов определения давления паров нефти и нефтепродуктов. Для достижения этой цели решались следующие задачи: а) провести испытания различных матриц стандартных образцов (углеводороды, бензин, товарная нефть, газовый конденсат); б) сравнить полученные результаты; в) выявить основные закономерности при определении давления паров нефти и нефтепродуктов.

### Материалы и методы

#### Реактивы и материалы

Для проведения испытаний применяли СО 9817–2011 СО давления насыщенных паров нефтепродуктов (СО ДНП-ПА), СО 11381–2019 СО состава и свойств товарной нефти (СО СС-ТН-ПА-2), СО 11065–2018 СО свойств газового конденсата (СО ГК-ПА-1) и СО состава и свойств бензина (СО СС-Б-ПА). Метрологические характеристики СО представлены в табл. 2. Аттестованные значения СО были получены с помощью

Таблица 2. Стандартные образцы и их аттестованные характеристики ( $P = 0,95$ )

Table 2. Reference materials and their certified values ( $P = 0.95$ )

СО	Аттестованная характеристика, кПа						
	ДНП (ГОСТ 1756-2000)	ASVP (ГОСТ EN 13016-1-2013)	DVPE (ГОСТ EN 13016-1-2013)	VPCR4 (ГОСТ Р 52340-2005)	RVPE (ГОСТ Р 52340-2005)	RVPE (ГОСТ 33361-2022)	ДНП R (ГОСТ 8.601-2010)
ДНП-ПА (40)	36,5 ± 1,0	45,1 ± 0,5	39,7 ± 0,5	—	—	—	—
ДНП-ПА (60)	—	66,5 ± 0,5	60,4 ± 0,5	—	—	—	—
ДНП-ПА (100)	—	122,2 ± 1,0	104,4 ± 1,0	—	—	—	—
ГК-ПА-1 (5–35)	26,6 ± 0,5	—	—	—	—	—	—
ГК-ПА-1 (35–70)	52,9 ± 0,5	—	—	—	—	—	—
СС-Б-ПА	57,8 ± 1,0	63,5 ± 1,0	57,5 ± 1,0	—	—	—	—
СС-ТН-ПА-2 (35–50)	39,0 ± 1,0	44,9 ± 0,5	39,6 ± 0,5	44,9 ± 0,5	41,1 ± 0,5	39,9 ± 0,5	31,2 ± 0,5
СС-ТН-ПА-2 (50–70)	61,0 ± 1,0	69,4 ± 0,5	63,2 ± 0,5	69,4 ± 0,5	63,5 ± 0,5	58,3 ± 0,5	55,6 ± 0,5

способа межлабораторного эксперимента с использованием сети компетентных лабораторий и рассчитаны по ГОСТ 8.532-2002.

В соответствии с требованиями ГОСТ 1756–2000 и ГОСТ Р ЕН 13016-1-2008 флаконы с материалом СО были заполнены на 70–80%. Перед испытанием флаконы с материалом СО выдерживали в жидкостном криостате LOIP «FT-211–25» (ЛОИП, Россия) в течение 30 мин при температуре 0 °С. Для проведения испытаний материал СО однократно отбирали из флакона.

#### **Испытания СО по ГОСТ 1756–2000**

Для определения давления насыщенных паров по ГОСТ 1756–2000 применяли бомбы Рейда «БР-010М» (ООО «Лабораторные технологии», Россия), манометры «МПТИ-У2» (ОАО «Манотомь», Россия), жидкостной термостат LOIP LT-820 (АО «ЛОИП», Россия). Температуру в термостате ( $37,8 \pm 0,1$  °С) контролировали с помощью стеклянного термометра для испытаний нефтепродуктов («ТИН-12», ОАО «Термоприбор», Россия). После проведения испытаний в показатель «Нескорректированное давление насыщенных паров» вносили поправку на изменение давления атмосферного воздуха и насыщенных паров воды в воздушной камере, вызванное различием между исходной температурой и температурой водяной бани в соответствии с ГОСТ 1756–2000.

#### **Испытания СО по ГОСТ EN13016-1-2013 и ГОСТ Р ЕН 13016-1-2008**

При проведении испытаний в соответствии с ГОСТ EN13016-1-2013 применяли анализатор «АДНП СТБ» (ЗАО «БМЦ», Беларусь) и насосы: вакуумный VP2D (CPS Products, Inc., США) и продувочный LP-20 (RESUN, Китай). Непосредственно перед испытанием охлажденный материал СО трижды насыщали воздухом (открывали крышку флакона), после чего осуществляли ввод пробы в камеру анализатора с помощью шприца с номинальной вместимостью 5 см<sup>3</sup> (Hamilton, США). Значение ASVP фиксировалось на дисплее анализатора.

#### **Испытания СО по ГОСТ 2177-99 (метод Б)**

Фракционный состав СО СС-ТН-ПА-2 устанавливали с помощью аппарата «АРН-ЛАБ-03» (АО «ЛОИП», Россия). Температуру в процессе перегонки измеряли с помощью стеклянного термометра для испытаний нефтепродуктов (ASTM 8С, ООО «Лабтех», Россия).

#### **Результаты и обсуждение**

В качестве объектов исследования были выбраны материалы СО, которые по фракционному составу

и, следовательно, по давлению паров могут существенно отличаться. В работе проводили измерение давления паров СО, изготовленных на основе индивидуальных углеводородов (СО ДНП-ПА), бензина (СО СС-Б-ПА), газового конденсата (СО ГК-ПА-1) и товарной нефти (СО СС-ТН-ПА-2).

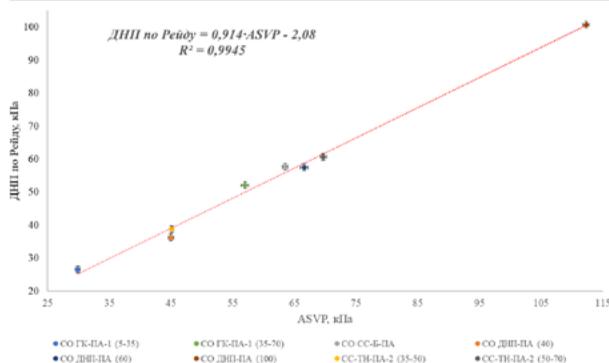
Для СО на основе индивидуальных углеводородов, бензина и газового конденсата экспериментально были установлены значения давления насыщенных паров по методу Рейда (ДНП) по ГОСТ 1756–2000 и давления насыщенных паров, содержащих воздух (ASVP), по ГОСТ EN13016-1-2013. Для испытаний по ГОСТ 1756–2000 применяли бомбы Рейда, оснащенные манометрами. Для определения давления насыщенных паров, содержащих воздух (ASVP), использовали автоматический анализатор. Эквивалентное давление сухого пара (DVPE) было рассчитано по корреляционному уравнению ( $DVPE = 0,965 \cdot ASVP - 3,78$ ) на основании значения давления насыщенных паров, содержащих воздух (ASVP).

Было показано, что значения давления насыщенных паров по методу Рейда (ДНП) и давления насыщенных паров, содержащих воздух (ASVP), для всех исследуемых СО сильно отличаются (табл. 3). При этом максимальное расхождение достигает 11 кПа (для СО ДНП-ПА (100)). Все результаты определения давления насыщенных паров, содержащих воздух (ASVP), выше, чем значения давления насыщенных паров по методу Рейда (ДНП). При определении давления насыщенных паров по ГОСТ 1756–2000 и ГОСТ EN13016-1-2013 пробоподготовка предполагает насыщение пробы атмосферным воздухом, в результате чего наблюдается увеличение давления паров. Кроме того, на основании полученных результатов была установлена корреляция между значениями ДНП и ASVP (рис. 3), на основании которой можно сделать вывод, что состав матрицы СО не оказывает существенного влияния на насыщение пробы атмосферным воздухом. Наличие свободного члена в корреляционном уравнении ( $ДНП = 0,914 \cdot ASVP - 2,08$ ) позволяет утверждать о неравнозначности величин ДНП и ASVP. Аналогичный вывод можно сделать и о неравнозначности величин ДНП и DVPE, так как последний показатель рассчитывается на основании значения ASVP.

Из полученных результатов (табл. 3.) видно, что максимальное расхождение между полученными значениями давления насыщенных паров по Рейду (ДНП) и значениями эквивалентного давления сухого пара (DVPE) не превышает 4 кПа для всех представленных СО. При этом значения ДНП по Рейду могут быть меньше или больше значений DVPE и ASVP (рис. 4).

Таблица 3. Результаты определения давления паров материалов СО ДНП-ПА, СС-Б-ПА и ГК-ПА-1 ( $n = 3, P = 0,95$ )Table 3. The results of measuring the vapor pressure of RM DNP-PA, SS-B-PA, and GK-PA-1 ( $n = 3, P = 0.95$ )

СО	Матрица СО	Аттестованное значение СО – давление насыщенных паров по Рейду, кПа	Результаты испытаний, кПа		
			ДНП	ASVP	DVPE
ДНП-ПА (40)	индивидуальный углеводород	36,5 ± 1,0	36,0 ± 1,0	45,0 ± 0,4	39,7 ± 0,4
ДНП-ПА (60)		—	58,0 ± 1,0	66,6 ± 0,6	60,5 ± 0,6
ДНП-ПА (100)		—	101,0 ± 1,0	112,3 ± 0,5	104,6 ± 0,5
СС-Б-ПА	бензин	57,8 ± 1,0	58,0 ± 1,0	63,5 ± 0,4	57,5 ± 0,4
ГК-ПА-1 (5–35)	стабилизированный газовый конденсат	26,6 ± 0,5	27,0 ± 1,0	29,9 ± 0,4	25,1 ± 0,4
ГК-ПА-1 (35–70)		52,9 ± 0,5	52,0 ± 1,0	57,0 ± 0,6	52,0 ± 0,6
СС-ТН-ПА-2 (35–50)	стабилизированная нефть	39,0 ± 1,0	39,0 ± 1,0	45,1 ± 0,3	39,7 ± 0,3
СС-ТН-ПА-2 (50–70)		61,0 ± 1,0	61,0 ± 1,0	69,7 ± 0,5	63,5 ± 0,5

Рис. 3. Корреляция между значениями давления насыщенных паров по методу Рейда (ДНП) и давления насыщенных паров, содержащих воздух (ASVP) ( $n = 3$ )Fig. 3. Correlation between Reid vapor pressure (RVP) and air saturated vapor pressure (ASVP) ( $n = 3$ )

Значения расхождений не превышают пределов воспроизводимости по ГОСТ EN13016-1-2013 (2,75 кПа) и по ГОСТ 1756–2000 (2,4 кПа для 0–35 кПа и 4,9 кПа для 35–110 кПа). Предполагаем, что такие незначимые и непредсказуемые расхождения могли привести к неправильному толкованию эквивалентности методов по ГОСТ 1756–2000 (ДНП) и по ГОСТ EN13016-1-2013 (DVPE) в испытательных лабораториях. Так, при рассмотрении протоколов испытаний СО производства ООО «Петроаналитика», полученных от участников межлабораторных экспериментов, было выявлено, что давление насыщенных паров по методу Рейда (ДНП) в испытательных лабораториях оценивается на основании результата эквивалентного давления сухого пара (DVPE). В этом случае вместо бомб

Рис. 4. Сравнение результатов определения давления паров материалов СО ДНП-ПА, СС-Б-ПА и ГК-ПА-1 ( $n = 3, P = 0,95$ )Fig. 4. Comparison of vapor pressure determination results for RM DNP-PA, SS-B-PA, and GK-PA-1 ( $n = 3, P = 0.95$ )

Рейда применялись автоматические анализаторы для определения давления паров, которые имеют ряд существенных преимуществ (минимальные трудозатраты, экспрессность, экологичность).

Для СО СС-ТН-ПА-2 (товарная нефть) были экспериментально получены значения ДНП с помощью бомб Рейда по ГОСТ 1756–2000, а значения ASVP по ГОСТ EN13016-1-2013 и VPCR4 по ГОСТ Р 52340–2005 были установлены с помощью автоматического анализатора. Для исследований применяли две партии СО: с низким (температура начала кипения 41,0 °С) и высоким (температура начала кипения 34,0 °С) содержанием легколетучих компонентов в нефти. Предварительно устанавливали фракционный состав СО по ГОСТ 2177–99 (метод Б). Значения DVPE, RVPE

и ДНП R рассчитывали с помощью корреляционных уравнений, представленных в табл. 1.

Для СО СС-ТН-ПА-2 (35–50) с низким содержанием легколетучих компонентов было показано, что расчетные значения DVPE и RVPE достаточно близки к ДНП по Рейду (табл. 4). Однако при увеличении содержания легколетучих компонентов в нефти наблюдается существенное различие в значениях DVPE и RVPE и ДНП по Рейду. Для СО СС-ТН-ПА-2 (50–70) с высоким содержанием легколетучих компонентов максимальное расхождение между значениями DVPE и RVPE и ДНП по Рейду составляло 5,1 кПа.

На рис. 5. представлено сравнение результатов определения давления паров СО СС-ТН-ПА-2 двух партий. Как и следовало ожидать, максимальное расхождение наблюдается между ASVP и ДНП R и ДНП по Рейду. В свою очередь, близость результатов DVPE и RVPE и ДНП по Рейду может приводить к заблуждению об их эквивалентности при проведении характеристики метод-зависимой величины с использованием сети компетентных лабораторий или применении СО для целей контроля точности методов и результатов измерений.

### Заключение

Оценивая и сравнивая между собой методы определения давления паров нефти и нефтепродуктов, применяемых в испытательных лабораториях, проведено испытание различных матриц стандартных образцов (углеводороды, бензин, товарная нефть, газовый конденсат), выполнено сравнение полученных результатов. В итоге установлено, что значения давления насыщенных паров,

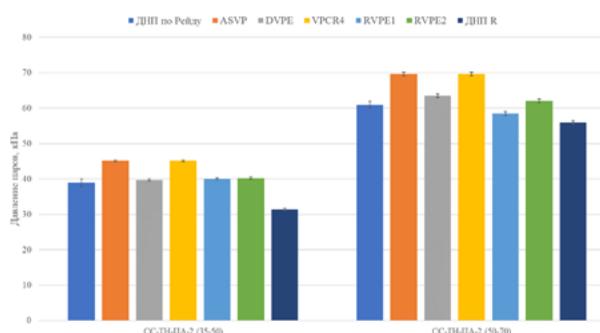


Рис 5. Сравнение результатов определения давления паров материалов СО СС-ТН-ПА-2 ( $n = 3$ ) (RVPE1 рассчитано по ГОСТ Р 52340–2005, RVPE2 рассчитано по ГОСТ 33361–2022)

Fig. 5. Comparison of vapor pressure determination results for RM SS-TN-PA-2 ( $n = 3$ ) (RVPE1 calculated based on GOST R52340–2005, RVPE2 calculated based on GOST 33361–2022)

содержащих воздух (ASVP); эквивалентного давления сухого пара (DVPE), эквивалентного давления паров по Рейду, полного давления паров ( $VPCR_4$ ) не следует представлять как значения давления насыщенных паров, установленных методом Рейда. Экспериментально было показано, что для светлых нефтепродуктов существенные различия наблюдаются между значениями давления насыщенных паров по Рейду и давления насыщенных паров, содержащих воздух (ASVP). В случае нефти проявляется эффект влияния содержания легколетучих компонентов. При увеличении содержания легколетучих компонентов в нефти наблюдается существенное различие в значениях DVPE и RVPE и ДНП по Рейду.

Таблица 4. Результаты определения давления паров материалов СО СС-ТН-ПА-2 ( $n = 3$ ,  $P = 0,95$ )  
Table 4. The results of measuring the vapor pressure of RM SS-TN-PA-2 ( $n = 3$ ,  $P = 0,95$ )

Показатель (метод)	Результаты определения давления паров, кПа	
	СС-ТН-ПА-2 (35–50) (аттестованное значение ДНП по Рейду (39,0 ± 1,0) кПа)	СС-ТН-ПА-2 (50–70), (аттестованное значение ДНП по Рейду (61,0 ± 1,0) кПа)
ДНП по Рейду (ГОСТ 1756–2000)	39,0 ± 1,0	61,0 ± 1,0
ASVP (ГОСТ EN13016–1–2013)	45,1 ± 0,3	69,7 ± 0,5
DVPE (ГОСТ EN13016–1–2013)	39,7 ± 0,3	63,5 ± 0,5
VPCR4 (ГОСТ Р 52340–2005)	45,1 ± 0,3	69,7 ± 0,5
RVPE1 (ГОСТ Р 52340–2005)	40,0 ± 0,3	58,5 ± 0,5
RVPE2 (ГОСТ 33361–2022)	40,2 ± 0,3	62,1 ± 0,5
ДНП R (ГОСТ 8.601–2010)	31,4 ± 0,3	55,9 ± 0,5

Представленные выводы могут заинтересовать и оказаться полезными испытательным лабораториям в проведении межлабораторного эксперимента. А также авторы статьи акцентируют внимание разработчиков нормативных документов на нефть, газовый конденсат и автомобильный бензин о необходимости разделения требований к показателям давления паров рассмотренных объектов анализа.

**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:** Маркарян А. А. – написание статьи, подготовка и создание визуальных материалов; Куделя Е. Ю. – проведение исследовательских работ;

Макитрук И. Д. – проведение исследовательских работ; Пилявская Н. Ю. – руководство научно-исследовательской работой, проверка и редакция текста статьи; Вирки Д. А. – руководство научно-исследовательской работой; Булатов А. В. – разработка концепции исследования, проверка и редакция текста статьи.

**Contribution of the authors:** Markarian A. A. – writing a draft of the article, preparation and creation of visual materials; Kudelya E. Yu. – conducting research; Makitruk I. D. – conducting research; Pilyavskaya N. Yu. – management of research work, revision of the text; Virki D. A. – management of research work; Bulatov A. V. – development of the research concept, revision of the text.

**Конфликт интересов:** Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов, связанных с содержанием настоящей статьи.

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

#### СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Сафонов А. С., Ушаков А. И., Чечкенов И. В. Автомобильные топлива: химмотология. Эксплуатационные свойства. СПб.: НПИКЦ, 2002. 264 с.
2. Подвинцев И. Б. Нефтепереработка: практический вводный курс. 2-е изд., перераб. и доп. Долгопрудный: Интеллект, 2015. 160 с.
3. Рыбак Б. М. Анализ нефти и нефтепродуктов. 5-е изд. М.: Государственное научно-техническое издательство нефтяной и горно-топливной литературы, 2002. 888 с.
4. Determination of flash point and Reid vapor pressure in petroleum from HTGC and DHA associated with chemometrics / M. H. C. Nascimento [et al.] // *Fuel*. 2018. Vol. 234. P. 643–649. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2018.07.050>
5. Issa H. M., Albarzanji A. A. Quantitative prediction of Reid vapor pressure for a light crude oil using a simplified and proper correlation // *Petroleum Science and Technology*. 2020. Vol. 38. P. 745–753. <https://doi.org/10.1080/10916466.2020.1776731>
6. Landera A., Mac N., George A. Development of robust models for the prediction of Reid vapor pressure (RVP) in fuel blends and their application to oxygenated biofuels using the SAFT- $\gamma$  approach // *Fuel*. 2021. Vol. 283, № 75. P. 118624. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.118624>
7. Mendes G., Aleme H. G., Barbeira P. J. S. Reid vapor pressure prediction of automotive gasoline using distillation curves and multivariate calibration // *Fuel*. 2017. Vol. 187. P. 167–172. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2016.09.046>
8. Measuring and predicting the vapor pressure of gasoline containing oxygenates / D. J. Gaspar [et al.] // *Fuel*. 2019. Vol. 243, № 3. P. 630–644. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2019.01.137>

#### REFERENCE

1. Safonov A. S., Ushakov A. I., Chechkenev I. V. Automotive fuels: Himmotology. Operational properties. Saint Petersburg: NPIKC; 2002. 264 p. (In Russ.).
2. Podvintsev I. B. Oil refining: Practical introductory course. 2th ed. Dolgoprudnyi: Intellect; 2015. 160 p. (In Russ.).
3. Rybak B. M. Analysis of petroleum crude and products. 5th ed. Moscow: Gostoptekhizdat; 2002. 888 p. (In Russ.).
4. Nascimento M. H. C., Oliveira B. P., Rainha K. P., Castro E. V. R., Silva S. R. C., Filgueiras P. R. Determination of flash point and Reid vapor pressure in petroleum from HTGC and DHA associated with chemometrics. *Fuel*. 2018;234:643–649. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2018.07.050>
5. Issa H. M., Albarzanji A. A. Quantitative prediction of Reid vapor pressure for a light crude oil using a simplified and proper correlation. *Petroleum Science and Technology*. 2020;38:745–753. <https://doi.org/10.1080/10916466.2020.1776731>
6. Landera A., Mac N., George A. Development of robust models for the prediction of Reid vapor pressure (RVP) in fuel blends and their application to oxygenated biofuels using the SAFT- $\gamma$  approach. *Fuel*. 2021;283. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.118624>
7. Mendes G., Aleme H. G., Barbeira P. J. S. Reid vapor pressure prediction of automotive gasoline using distillation curves and multivariate calibration. *Fuel*. 2017;187:167–172. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2016.09.046>

8. Gaspar D. J., Phillips S. D., Polikarpov E., Albrecht K. O. Measuring and predicting the vapor pressure of gasoline containing oxygenates. *Fuel*. 2019;243:630–644. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2019.01.137>

#### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

ASTM D323–20a Standard test method for vapor pressure of petroleum products (Reid Method). Available at: <https://doi.org/10.1520/D0323–20A> (Accessed: 15.07.2023).

ASTM D5191–20 Standard Test Method for Vapor Pressure of Petroleum Products and Liquid Fuels (Mini Method). Available at: <https://doi.org/10.1520/D5191–20> (Accessed: 15.07.2023).

ASTM D6377–20 Standard Test Method for Determination of Vapor Pressure of Crude Oil: VPCRx (Expansion Method). Available at: <https://doi.org/10.1520/D6377–20> (Accessed: 15.07.2023).

ГОСТ 10227–86 Топлива для реактивных двигателей. Технические условия = Jetfuels. Specifications. М.: Стандартинформ, 2005.

ГОСТ 1756–2000 Нефтепродукты. Определение давления насыщенных паров = Petroleum products. Determination of saturated vapours pressure. М.: Стандартинформ, 2005.

ГОСТ 2084–77 Бензины автомобильные. Технические условия = Motor petrols. Specifications. М.: ИПК Издательство стандартов, 2003.

ГОСТ 2177–99 Нефтепродукты. Методы определения фракционного состава. Метод Б = Petroleum products. Methods for determination of distillation characteristics. Method B. М.: ФГБУ РСТ, 2021.

ГОСТ 2517–2012 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб = Petroleum and petroleum products. Methods of sampling. М.: Стандартинформ, 2018.

ГОСТ 28781–90 Нефть и нефтепродукты. Метод определения давления насыщенных паров на аппарате с механическим диспергированием = Petroleum and petroleum products. Method for determination of saturated vapours pressure by mechanical dispersing. М.: Издательство стандартов, 1991.

ГОСТ 31874–2012 Нефть сырая и нефтепродукты. Определение давления насыщенных паров методом Рейда = Crude oil and petroleum products. Determination of vapour pressure by Reid method. М.: Стандартинформ, 2013.

ГОСТ 32513–2013 Топлива моторные. Бензин неэтилированный. Технические условия = Automotive fuels. Unleaded petrol. Specifications. М.: Стандартинформ, 2019.

ГОСТ 33157–2014 Нефтепродукты. Метод определения давления насыщенных паров (мини-метод) = Petroleum products. Test method for vapor pressure of petroleum products (mini method). М.: Стандартинформ, 2019.

ГОСТ 33361–2022 Нефть. Определение давления паров методом расширения = Crude oil. Determination of vapor pressure by expansion method. М.: ФГБУ РСТ, 2022.

ГОСТ 8.532-2002 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. М.: Стандартинформ, 2008.

ГОСТ 8.601-2010 Давление насыщенных паров нефти и нефтепродуктов. Методика измерений = State system for ensuring the uniformity of measurements. Saturated vapours pressure of petroleum and petroleum products. Measurement procedure. М.: Стандартинформ, 2019.

ГОСТ EN13016-1-2013 Нефтепродукты жидкие. Часть 1. Определение давления насыщенных паров, содержащих воздух (ASVP), и расчет эквивалентного давления сухих паров (DVPE) = Liquid petroleum products. Part 1. Determination of air saturated vapour pressure (ASVP) and calculated dry vapour pressure equivalent (DVPE). М.: Стандартинформ, 2019.

ГОСТ Р 51858–2002 Нефть. Общие технические условия = Crude petroleum. General specifications. М.: Стандартинформ, 2020.

ГОСТ Р 51866–2002 (ЕН 228–2004) Топлива моторные. Бензин неэтилированный. Технические условия = Automotive fuels. Unleaded petrol. Specifications. М.: Стандартинформ, 2009.

ГОСТ Р 52340–2005 Нефть. Определение давления паров методом расширения = Crude oil. Determination of vapour pressure with expansion method. М.: Стандартинформ, 2005.

ГОСТ Р ЕН 13016-1-2008 Нефтепродукты жидкие. Часть 1. Определение давления насыщенных паров, содержащих воздух (ASVP) = Liquid petroleum products. Part 1. Determination of air saturated vapour pressure (ASVP). М.: Стандартинформ, 2008.

ГСО 11065–2018 Стандартный образец свойств газового конденсата (СО ГК-ПА-1) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/812253> (Дата обращения: 15.07.2023).

ГСО 11381–2019 Стандартный образец состава и свойств нефти (СО СС-ТН-ПА-2) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/812253> (Дата обращения: 15.07.2023).

ГСО 9817–2011 Стандартный образец давления насыщенных паров нефтепродуктов (СО ДНП-ПА) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/390367> (Дата обращения: 15.07.2023).

## ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

**Маркарян Артур Ашотович** – химик-лаборант ООО «Петроаналитика»

Россия, 190020, г. Санкт-Петербург, Бумажная ул., д. 17, литер А

e-mail: [a.markaryan@petroanalytica.ru](mailto:a.markaryan@petroanalytica.ru)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6839-3881>

**Куделя Евгений Юрьевич** – химик-лаборант ООО «Петроаналитика»

Россия, 190020, г. Санкт-Петербург, Бумажная ул., д. 17, литер А

e-mail: [e.kudelya@petroanalytica.ru](mailto:e.kudelya@petroanalytica.ru)

ORCID: <https://orcid.org/0009-0008-4802-4729>

**Макитрук Иван Дмитриевич** – старший химик-лаборант ООО «Петроаналитика»

Россия, 190020, г. Санкт-Петербург, Бумажная ул., д. 17, литер А

e-mail: [ivan.makitruk@petroanalytica.ru](mailto:ivan.makitruk@petroanalytica.ru)

ORCID: <https://orcid.org/0009-0004-7762-9517>

**Пильявская Наталья Юрьевна** – начальник производства ООО «Петроаналитика». Специалист в области внутрилабораторного контроля, производства стандартных образцов, методов анализа нефти и нефтепродуктов

Россия, 190020, г. Санкт-Петербург, Бумажная ул., д. 17, литер А

e-mail: [n.pilyavskaya@petroanalytica.ru](mailto:n.pilyavskaya@petroanalytica.ru)

ORCID: <https://orcid.org/0009-0000-7055-9457>

**Вирки Дмитрий Анатольевич** – генеральный директор ООО «Петроаналитика»

Россия, 190020, г. Санкт-Петербург, Бумажная ул., д. 17, литер А

e-mail: [d.virki@petroanalytica.ru](mailto:d.virki@petroanalytica.ru)

ORCID: <https://orcid.org/0009-0005-2405-8500>

**Булатов Андрей Васильевич** – д-р хим. наук, профессор кафедры аналитической химии Института химии Санкт-Петербургского государственного университета, профессор РАН, научный сотрудник ООО «Петроаналитика»

Россия, 198504, г. Санкт-Петербург, Университетский проспект, д. 26

e-mail: [a.bulatov@petroanalytica.ru](mailto:a.bulatov@petroanalytica.ru)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0526-1424>

## INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

**Artur A. Markarian** – Chemical Laboratory Assistant, LLC «Petroanalytica»

17 Bumazhnaya str. liter A, St. Petersburg, 190020, Russia

e-mail: [a.markaryan@petroanalytica.ru](mailto:a.markaryan@petroanalytica.ru)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6839-3881>

**Evgeny Yu. Kudelya** – Chemical Laboratory Assistant, LLC «Petroanalytica»

17 Bumazhnaya str. liter A, St. Petersburg, 190020, Russia

e-mail: [e.kudelya@petroanalytica.ru](mailto:e.kudelya@petroanalytica.ru)

ORCID: <https://orcid.org/0009-0008-4802-4729>

**Ivan D. Makitruk** – Senior Chemical Laboratory Assistant, LLC «Petroanalytica»

17 Bumazhnaya str. liter A, St. Petersburg, 190020, Russia

e-mail: [ivan.makitruk@petroanalytica.ru](mailto:ivan.makitruk@petroanalytica.ru)

ORCID: <https://orcid.org/0009-0004-7762-9517>

**Natalia Yu. Pilyavskaya** – Production Manager, LLC «Petroanalytica».

Expert in the field of intra-laboratory control, reference materials, test-methods of oil and petroleum products

17 Bumazhnaya str. liter A, St. Petersburg, 190020, Russia

e-mail: [n.pilyavskaya@petroanalytica.ru](mailto:n.pilyavskaya@petroanalytica.ru)

ORCID: <https://orcid.org/0009-0000-7055-9457>

**Dmitry A. Virki** – General Director, LLC «Petroanalytica»

17 Bumazhnaya str. liter A, St. Petersburg, 190020, Russia

e-mail: [d.virki@petroanalytica.ru](mailto:d.virki@petroanalytica.ru)

ORCID: <https://orcid.org/0009-0000-7055-9457>

**Andrey V. Bulatov** – Dr. Sci. (Chem.), Professor of the Department of Analytical Chemistry, Saint Petersburg State University Institute of Chemistry, Professor of the Russian Academy of Sciences; Researcher, LLC «Petroanalytica»

26 Universitetskii ave., St. Petersburg, 198504, Russia

e-mail: [a.bulatov@petroanalytica.ru](mailto:a.bulatov@petroanalytica.ru)

ORCID: <https://orcid.org/0009-0005-2405-8500>



## ■ 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 12270–2023

##### СО СОСТАВА КОМБИКОРМА ДЛЯ КУР-НЕСУШЕК (КДКН-04)

**СО предназначен** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли компонентов в комбикорме для сельскохозяйственной птицы, выполняемых по ГОСТ 32044.1–2012, ГОСТ 13496.4–2019, ГОСТ 32045–2012, ГОСТ 26570–95, ГОСТ 26657–97, ГОСТ 13496.19–2015, ГОСТ 30504–97, ГОСТ 30503–97, ГОСТ Р 55447–2013, ГОСТ 30692–2000, ГОСТ 26930–86. Стандартный образец (СО) может быть использован при установлении и контроле стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, испытаниях СО в целях утверждения типа при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик измерений, программ испытаний в целях утверждения типа.

**Область применения:** сельское хозяйство.

**Способ аттестации:** межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля сырого протеина, %; золы, не растворимой в соляной кислоте, %; кальция, %; фосфора, %; нитратов, млн<sup>-1</sup>; калия, %; натрия, %; кадмия, млн<sup>-1</sup>; свинца, млн<sup>-1</sup>; мышьяка, млн<sup>-1</sup>

Материал СО представляет собой комбикорм для кур-несушек, соответствующий требованиям ГОСТ 18221–2018, расфасованный по 100 г в герметичные полиэтиленовые пакеты или в полиэтиленовые банки с плотно завинчивающимися крышками, на каждую упаковку наклеена этикетка.

#### ГСО 12271–2023

##### СО СОСТАВА КОРНЕПЛОДОВ МОРКОВИ (М-04)

**СО предназначен** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли компонентов в овощных культурах и продуктах их переработки, выполняемых по ГОСТ 34570–2019, ГОСТ 29270–95, ГОСТ 30178–96, ГОСТ 26930–86, ГОСТ Р 51766–2001.

Стандартный образец (СО) может быть использован при установлении и контроле стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, испытаниях СО в целях утверждения типа при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик измерений, программ испытаний в целях утверждения типа.

**Область применения:** сельское хозяйство.

**Способ аттестации:** межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля нитратов, кадмия, свинца, мышьяка, млн<sup>-1</sup>

Материал СО представляет собой измельченные и высушенные корнеплоды моркови, соответствующие требованиям ГОСТ 32065–2013, расфасованные по 100 г в герметичные полиэтиленовые пакеты или в полиэтиленовые банки с плотно завинчивающимися крышками, на каждую упаковку наклеена этикетка.

#### ГСО 12272–2023

##### СО СОСТАВА ЦИРКОНИЯ ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКОГО (СО ПЦЭ)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений при определении состава циркония электролитического (ТУ 95259–99) по аттестованным методикам измерений методами спектрофотометрии и ионной хроматографии; другим видам метрологического контроля при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям процедур метрологического контроля.

**Область применения:** цветная металлургия.

**Способ аттестации:** применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля элементов, % СО представляет собой цирконий электролитический марки ПЦЭ-3Р в виде порошка серовато-серебристого цвета с металлическим блеском, выпускаемый АО ЧМЗ по ТУ 95259–99, расфасованный массой по 300 г в стеклянную банку с этикеткой и завинчивающейся крышкой.

#### ГСО 12273–2023

##### СО СОСТАВА ФАЙНШТЕЙНА МЕДНО-НИКЕЛЕВОГО НМЗ (СО ФШТ-93)

**СО предназначен** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли элементов в файнштейне медно-никелевом.

**Область применения:** цветная металлургия.

**Способ аттестации:** межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля элементов, млн<sup>-1</sup> (г/т), %

Материал СО представляет собой темно-серый порошок файнштейна медно-никелевого Надеждинского металлургического завода им. Б. И. Колесникова (ТУ 24.45.12–014–49156713–2020) крупностью не более 0,04 мм. Материал СО расфасован по 250 г в пластиковые банки с завинчивающимися крышками, снабженные этикетками.

#### ГСО 12274–2023/ГСО 12276–2023

##### СО СОСТАВА ШОКОЛАДА (набор ШОК-1 СО УНИИМ)

**СО предназначены** для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли влаги, азота, белка, жира, золы в шоколаде, шоколадных изделиях, шоколадной глазури и шоколадной массе.

СО может использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; поверки средств измерений при условии соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики калибровки; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа, при соответствии метрологических характеристик требованиям программ испытаний; других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям процедур метрологического контроля.

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

**Способ аттестации:** межлабораторный эксперимент, применение аттестованных методик измерений

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

СО представляют собой шоколад кондитерский по таблице 1 в форме капель (каллет), расфасованные по (30–100) г по требованию заказчиков в пластиковые банки с крышками или двойные герметичные полиэтиленовые или металлизированные пакеты с этикеткой. Количество типов СО в наборе – 3.

#### ГСО 12277–2023

##### СО СОСТАВА ТРИУРАНОКТАОКСИДА

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли урана в уране и его соединениях, а также в урансодержащих материалах и технологических продуктах, в учете и контроле ядерных материалов.

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

**Область применения:** область использования атомной энергии.

**Способ аттестации:** сравнение со стандартным образцом.

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля урана (общего), % СО представляет собой мелкодисперсный черный порошок триураноктаоксида с размером зерен не более 50 мкм, расфасованный в стеклянные флаконы вместимостью не менее 20 см<sup>3</sup> с резиновой

пробкой, завальцованные алюминиевым колпачком. Масса материала во флаконе  $(40,00 \pm 0,01)$  г. Каждый экземпляр снабжается этикеткой.

#### ГСО 12278–2023/ГСО 12281–2023

##### СО СОСТАВА РАСТВОРОВ ОЛОВА (набор Sn CO УНИИМ)

**СО предназначены** для хранения и передачи единиц «массовая доля компонента», «массовая концентрация компонента»; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли и массовой концентрации олова; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартных образцов требованиям методики калибровки; поверки средств измерений; аттестации эталонов единиц величин; установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартных образцов требованиям методики измерений; контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

**Область применения:** научные исследования, горнодобывающая, горноперерабатывающая, химическая, пищевая промышленность, черная и цветная металлургия, охрана окружающей среды.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля олова, мг/кг ( $\text{млн}^{-1}$ ); массовая концентрация олова, мг/дм<sup>3</sup>

СО представляют собой растворы металлического олова (с массовой долей основного компонента не менее 99,7 %) в смеси кислот ( $\text{HCl}$ ,  $\text{HNO}_3$ ). СО расфасованы в полимерные флаконы (HDPE) с навинчивающейся крышкой, с этикеткой. Номинальные объемы полимерных флаконов 30 см<sup>3</sup>, 60 см<sup>3</sup>, 125 см<sup>3</sup>. Количество типов СО в наборе – 4.

#### ГСО 12282–2023

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ ИНЕРТНЫХ И ПОСТОЯННЫХ ГАЗОВ (ИП-ВНИИМ-0)

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами; передачи единицы молярной доли компонентов стандартным образцам утвержденного типа 1 и 2 разрядов.

**Область применения:** нефтеперерабатывающая, химическая промышленность, контроль технологических, атмосферного воздуха и промышленных выбросов.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь, состоящую из определяемых компонентов. Смесь находится под давлением (0,1–15) МПа в баллонах вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> с вентилями в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776–2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования».

#### ГСО 12283–2023

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ, СОДЕРЖАЩЕЙ УГЛЕВОДОРОДНЫЕ ГАЗЫ (УВ-ВНИИМ-0)

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе

с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами; передачи единицы молярной доли компонентов стандартным образцам утвержденного типа 1 и 2 разрядов.

**Область применения:** нефтеперерабатывающая, химическая промышленность, контроль технологических, атмосферного воздуха и промышленных выбросов.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь, состоящую из определяемых компонентов. Смесь находится под давлением (0,1–15) МПа в баллонах вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> с вентилями в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776–2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования».

#### ГСО 12284–2023

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ, СОДЕРЖАЩЕЙ ХИМИЧЕСКИ АКТИВНЫЕ ГАЗЫ (ХА-ВНИИМ-0)

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами; передачи единицы молярной доли компонентов стандартным образцам утвержденного типа 1 и 2 разрядов.

**Область применения:** нефтеперерабатывающая, химическая промышленность, контроль технологических, атмосферного воздуха и промышленных выбросов.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь, состоящую из определяемых компонентов. Смесь находится под давлением (0,1–15) МПа в баллонах вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> с вентилями в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776–2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования».

#### ГСО 12285–2023

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ С СЕРОСОДЕРЖАЩИМИ ГАЗАМИ (ССГ-ВНИИМ-0)

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами; передачи единицы молярной доли компонентов стандартным образцам утвержденного типа 1 и 2 разрядов.

**Область применения:** нефтеперерабатывающая, химическая промышленность, контроль технологических, атмосферного воздуха и промышленных выбросов.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь, состоящую из определяемых компонентов. Смесь находится под давлением (0,1–15) МПа в баллонах вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> с вентилями в соответствии с требованиями

ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования».

#### ГСО 12286-2023

##### **СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ С КИСЛОРОДСОДЕРЖАЩИМИ И АЗОТСОДЕРЖАЩИМИ ГАЗАМИ (КА-ВНИИМ-0)**

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами; передачи единицы молярной доли компонентов стандартным образцам утвержденного типа 1 и 2 разрядов.

**Область применения:** нефтеперерабатывающая, химическая промышленность, контроль технологических, атмосферного воздуха и промышленных выбросов.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь, состоящую из определяемых компонентов. Смесь находится под давлением (0,1–15) МПа в баллонах вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> с вентилями в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования».

#### ГСО 12287-2023

##### **СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ, СОДЕРЖАЩЕЙ ХЛАДНОНЫ (ХЛ-ВНИИМ-0)**

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами; передачи единицы молярной доли компонентов стандартным образцам утвержденного типа 1 и 2 разрядов. **Область применения:** нефтеперерабатывающая, химическая промышленность, контроль технологических, атмосферного воздуха и промышленных выбросов.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь, состоящую из определяемых компонентов. Смесь находится под давлением (0,1–15) МПа в баллонах вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> с вентилями в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования».

#### ГСО 12288-2023

##### **СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ, СОДЕРЖАЩЕЙ БЕНЗОЛ, МЕТИЛ-, ЭТИЛ- И ВИНИБЕНЗОЛ, ДИМЕТИЛБЕНЗОЛЫ (БЛ-ВНИИМ-0)**

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами; передачи единицы молярной

доли компонентов стандартным образцам утвержденного типа 1 и 2 разрядов.

**Область применения:** нефтеперерабатывающая, химическая промышленность, контроль технологических, атмосферного воздуха и промышленных выбросов.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь, состоящую из определяемых компонентов. Смесь находится под давлением (0,1–15) МПа в баллонах вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> с вентилями в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования».

#### ГСО 12289-2023

##### **СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗО-ЖИДКОСТНОЙ СМЕСИ, СОДЕРЖАЩЕЙ УГЛЕВОДОРОДЫ (СЖ-ВНИИМ-0)**

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами; передачи единицы молярной доли компонентов стандартным образцам утвержденного типа 1 и 2 разрядов.

**Область применения:** нефтяная, газовая, химическая и другие отрасли промышленности, связанные с контролем качества нефти, нефтепродуктов и газового конденсата.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную смесь, состоящую из определяемых компонентов. Смесь находится в баллонах поршневого типа постоянного давления по ТУ 3695-001-20810646-2010 или аналогичных вместимостью (0,2–8) дм<sup>3</sup>.

#### ГСО 12290-2023

##### **СО СОСТАВА АЛЕНДРОНАТА НАТРИЯ ТРИГИДРАТА (АЛЕНДРОНОВОЙ КИСЛОТЫ) (ГИЛС – Алендроновая кислота)**

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

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 алендроната натрия тригидрата, %

СО представляет собой субстанцию алендроната натрия тригидрата, 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 12291-2023****СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ СУХОГО ОСТАТКА ВОДЫ ПРИРОДНОЙ (СО УНИИМ МСВ С)**

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений массовой концентрации сухого остатка в питьевых, природных поверхностных и очищенных сточных водах гравиметрическим методом. СО может быть использован для аттестации методик измерений массовой концентрации сухого остатка воды.

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

**Способ аттестации:** применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО:** массовая концентрация сухого остатка, мг/дм<sup>3</sup>

Материалом СО является мелкодисперсная смесь неорганических веществ. Материал СО высушен при 105 °С до постоянной массы и расфасован в пакеты из кальки, запаянные в полиэтилен вместе с этикетками. Масса сухого материала СО в одном экземпляре СО составляет от 50 мг до 350 мг. Массовая концентрация сухого остатка раствора материала экземпляра СО в 1 дм<sup>3</sup> дистиллированной воды соответствует аттестованному значению СО.

**ГСО 12292-2023****СО СОСТАВА РИБАВИРИНА (ГИЛС – Рибавирин)**

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли основного вещества в субстанции рибавирина, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит рибавирин. 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 рибавирина, % СО представляет собой субстанцию рибавирина, 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 12293-2023****СО СОСТАВА ЦИКЛОФОСФАМИДА (ЦИКЛОФОСФАМИДА МОНОГИДРАТА) (ГИЛС – Циклофосфамид)**

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли циклофосфамида в субстанции циклофосфамида моногидрата, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит циклофосфамида моногидрат.

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 циклофосфамида, %

СО представляет собой субстанцию циклофосфамида моногидрата, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный

по 500 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

**ГСО 12294-2023****СО СОСТАВА СОЛЯНОКИСЛОГО РАСТВОРА, СОДЕРЖАЩЕГО ПЛАТИНУ (СО АТС Pt)**

**СО предназначен** для аттестации методик измерений массовой концентрации платины, 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 платины, выполненных по методикам измерений, при анализе чистых драгоценных металлов и сплавов на их основе, руд, содержащих драгоценные металлы, и продуктов их переработки 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:** расчетно-экспериментальный.

**Аттестованная характеристика СО:** массовая концентрация платины, г/дм<sup>3</sup>

СО представляет собой раствор соединения платины в соляной кислоте (4 моль/дм<sup>3</sup> HCl), расфасованный в запаянные стеклянные ампулы с этикеткой, объемом не менее 10 см<sup>3</sup>. Стеклянные ампулы должны быть упакованы в бумажные или пластиковые блистеры с этикеткой.

**ГСО 12295-2023****СО СОСТАВА СОЛЯНОКИСЛОГО РАСТВОРА, СОДЕРЖАЩЕГО РОДИЙ (СО АТС Rh)**

**СО предназначен** для аттестации методик измерений массовой концентрации родия, 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 родия, выполненных по методикам измерений, при анализе чистых драгоценных металлов и сплавов на их основе, руд, содержащих драгоценные металлы, и продуктов их переработки 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:** расчетно-экспериментальный.

**Аттестованная характеристика СО:** массовая концентрация родия, г/дм<sup>3</sup>

СО представляет собой раствор соединения родия в соляной кислоте (4 моль/дм<sup>3</sup> HCl), расфасованный в запаянные стеклянные ампулы с этикеткой, объемом не менее 10 см<sup>3</sup>. Стеклянные ампулы должны быть упакованы в бумажные или пластиковые блистеры с этикеткой.

#### ГСО 12296–2023

##### СО СОСТАВА СОЛЯНОКИСЛОГО РАСТВОРА, СОДЕРЖАЩЕГО СЕРЕБРО (СО АТС Ag)

**СО предназначен** для аттестации методик измерений массовой концентрации серебра, 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 серебра, выполненных по методикам измерений, при анализе чистых драгоценных металлов и сплавов на их основе, руд, содержащих драгоценные металлы, и продуктов их переработки 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:** расчетно-экспериментальный.

**Аттестованная характеристика СО:** массовая концентрация серебра, г/дм<sup>3</sup>

СО представляет собой раствор соединения серебра в соляной кислоте (4 моль/дм<sup>3</sup> HCl), расфасованный в запаянные стеклянные ампулы с этикеткой, объемом не менее 10 см<sup>3</sup>. Стеклянные ампулы должны быть упакованы в бумажные или пластиковые блистеры с этикеткой.

#### ГСО 12297–2023

##### СО СОСТАВА БЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТЫ (C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O<sub>2</sub> СО УНИИМ)

**СО предназначен** для хранения и передачи единицы величины «массовая доля компонента»; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли бензойной кислоты как основного компонента в сырье, так и в составе пищевых продуктов, продовольственного сырья и фармацевтических препаратов.

СО может использоваться для поверки средств измерений при условии их соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик калибровки; установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик измерений; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа; других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям процедур метрологического контроля; идентификации бензойной кислоты в веществах и материалах.

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

**Способ аттестации:** применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля бензойной кислоты, %

СО представляет собой белый кристаллический порошок, который расфасован по (2,0 ± 0,1) г в виалу из темного стекла номинальным объемом 5 см<sup>3</sup>, закрытую завинчивающейся крышкой с септой. Виала снабжена этикеткой, помещена в картонную коробку или запаяна во влагонепроницаемый пакет из полиэтилена.

#### ГСО 12298–2023

##### СО СОСТАВА СОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub> СО УНИИМ)

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

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

**Способ аттестации:** применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля сорбиновой кислоты, %

СО представляет собой белый кристаллический порошок, который расфасован по (2,0 ± 0,1) г в виалу из темного стекла номинальным объемом 5 см<sup>3</sup>, закрытую завинчивающейся крышкой с септой. Виала снабжена этикеткой, помещена в картонную коробку или запаяна во влагонепроницаемый пакет из полиэтилена.

#### ГСО 12299–2023

##### СО СОСТАВА ЯБЛОЧНОЙ КИСЛОТЫ (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>5</sub> СО УНИИМ)

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

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

**Способ аттестации:** применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля яблочной кислоты, %

СО представляет собой белый кристаллический порошок, который расфасован по (2,0 ± 0,1) г в виалу из темного стекла номинальным объемом 5 см<sup>3</sup>, закрытую завинчивающейся крышкой с септой. Виала снабжена этикеткой, помещена в картонную коробку или запаяна во влагонепроницаемый пакет из полиэтилена.

**ГСО 12300–2023****СО СОСТАВА БРОМИДА КАЛИЯ (KBr СО УНИИМ)**

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

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

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля бромида калия, % СО представляет собой белый кристаллический порошок, расфасованный в пластиковые или стеклянные флаконы, содержащие от 5 г до 25 г СО, с защелкивающейся или завинчивающейся крышкой. Каждый флакон с СО снабжен этикеткой и помещен в полиэтиленовый пакет с ZIP-Lock замком.

**ГСО 12301–2023/ГСО 12307–2023****СО СОСТАВА ТИТАНА (набор VST2)**

**СО предназначены** для установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений (СИ); контроля точности результатов измерений при условии соответствия метрологических и технических характеристик стандартных образцов (СО) критериям, установленным в методиках измерений и аттестации методик измерений, применяемых при определении спектральными и физико-химическими методами анализа состава титана марок ВТ1–00, ВТ1–0, ВТ1–2 (ГОСТ 19807–91).

СО могут применяться для поверки средств измерений при условии соответствия СО обязательным требованиям, установленным в методиках поверки средств измерений; для испытаний СИ и СО в целях утверждения типа при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в программах испытаний СИ и СО в целях утверждения типа; для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

**Область применения:** цветная металлургия.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля элементов, %  
Материал СО изготовлен методом плавления из титана марки ВТ1–0 (ГОСТ 19807–91) с введением примесей в виде двойных лигатур на основе титана. СО представляют собой цилиндры диаметром (50–60) мм, высотой (10–50) мм или стружку толщиной (0,1–0,5) мм. СО в виде цилиндров упакованы в полиэтиленовые пакеты или коробки, снабженные этикеткой и обеспечивающие сохранность при транспортировке. На нерабочей поверхности каждого цилиндра выбит индекс экземпляра СО. Стружка массой не менее 50 г расфасована в полиэтиленовые пакеты или коробки, на которые наклеены этикетки. Количество типов СО в наборе – 7.

**ГСО 12308–2023****СО СОСТАВА АГОМЕЛАТИНА (ГИЛС – Агомелатин)**

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

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 агомелатина, % СО представляет собой субстанцию агомелатина (N-[2-(7-Methoxy-1-naphthalenyl)ethyl]acetamide, C<sub>15</sub>H<sub>17</sub>NO<sub>2</sub>), 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 12309–2023****СО СОСТАВА ВОРИКОНАЗОЛА (ГИЛС – Вориконазол)**

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

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 вориконазола, % СО представляет собой субстанцию вориконазола ((2R,3S)-2-(2,4-Дифторфенил)-1-(1H-1,2,4-триазол-1-ил)-3-(5-фторпиримидин-4-ил)бутан-2-ол, C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>F<sub>3</sub>N<sub>5</sub>O), 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 12310–2023****СО СОСТАВА ФОНТУРАЦЕТАМА (ГИЛС – Фонтурецетам)**

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

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 фонтурецетама, % СО представляет собой субстанцию фонтурецетама (2-[(4RS)-2-Оксо-4-фенилпирролидин-1-ил]ацетамид, C<sub>12</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), 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 12311-2023**

**СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ (АР-М-0)**

**СО предназначен** для передачи единицы молярной доли компонентов стандартным образцам утвержденного типа 1-го и 2-го разрядов; поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** контроль технологических процессов, атмосферного воздуха и промышленных выбросов.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь исходных веществ, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Смесь находится под давлением (0,05–15) МПа в баллонах с вентилями вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования». СО запрещается изготавливать во взрывопожароопасных концентрациях, с сочетанием компонентов, способных вступать друг с другом в химические реакции, с нестабильными компонентами, компонентами, способными к полимеризации в условиях использования, хранения и транспортирования в соответствии с ГОСТ Р 8.776-2011. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044–89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079–20–1:2017).

**ГСО 12312-2023**

**СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ (АР-М-1)**

**СО предназначен** для передачи единицы молярной доли стандартным образцам утвержденного типа 2-го разряда; поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** контроль технологических процессов, атмосферного воздуха и промышленных выбросов.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь исходных веществ, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Смесь находится под давлением (0,05–15) МПа в баллонах с вентилями вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования». СО запрещается изготавливать во взрывопожароопасных концентрациях, с сочетанием компонентов, способных вступать друг с другом в химические реакции, с нестабильными компонентами, компонентами, способными к полимеризации в условиях использования, хранения и транспортирования в соответствии с ГОСТ Р 8.776-2011. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044–89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079–20–1:2017).

**ГСО 12313-2023**

**СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ (АР-М-2)**

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** контроль технологических процессов, атмосферного воздуха и промышленных выбросов.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь исходных веществ, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Смесь находится под давлением (0,05–15) МПа в баллонах с вентилями вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования». СО запрещается изготавливать во взрывопожароопасных концентрациях, с сочетанием компонентов, способных вступать друг с другом в химические реакции, с нестабильными компонентами, компонентами, способными к полимеризации в условиях использования, хранения и транспортирования в соответствии с ГОСТ Р 8.776-2011. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044–89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079–20–1:2017).

**ГСО 12314-2023**

**СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ БРОМ-, ХЛОР-, ФТОРСОДЕРЖАЩИХ ГАЗОВ (БХФ-М-0)**

**СО предназначен** для передачи единицы молярной доли компонентов стандартным образцам утвержденного типа 1-го и 2-го разрядов; поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** контроль технологических процессов, атмосферного воздуха и промышленных выбросов, здравоохранение.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь исходных веществ, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Смесь находится под давлением (0,05–15) МПа в баллонах с вентилями вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования». СО запрещается изготавливать во взрывопожароопасных концентрациях, с сочетанием компонентов, способных вступать друг с другом в химические реакции, с нестабильными компонентами, компонентами, способными к полимеризации в условиях использования, хранения и транспортирования в соответствии с ГОСТ Р 8.776-2011. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044–89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079–20–1:2017).

**ГСО 12315-2023****СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ БРОМ-, ХЛОР-, ФТОРСОДЕРЖАЩИХ ГАЗОВ (БХФ-М-1)**

**СО предназначен** для передачи единицы молярной доли компонентов стандартным образцам утвержденного типа 2-го разряда; поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** контроль технологических процессов, атмосферного воздуха и промышленных выбросов, здравоохранение.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь исходных веществ, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Смесь находится под давлением (0,05–15) МПа в баллонах с вентилями вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования». СО запрещается изготавливать во взрывопожароопасных концентрациях, с сочетанием компонентов, способных вступать друг с другом в химические реакции, с нестабильными компонентами, компонентами, способными к полимеризации в условиях использования; хранения и транспортирования в соответствии с ГОСТ Р 8.776-2011. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044–89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079–20–1:2017).

**ГСО 12316-2023****СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ БРОМ-, ХЛОР-, ФТОРСОДЕРЖАЩИХ ГАЗОВ (БХФ-М-2)**

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** контроль технологических процессов, атмосферного воздуха и промышленных выбросов, здравоохранение.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь исходных веществ, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Смесь находится под давлением (0,05–15) МПа в баллонах с вентилями вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования». СО запрещается изготавливать во взрывопожароопасных концентрациях, с сочетанием компонентов, способных вступать друг с другом в химические реакции, с нестабильными компонентами, компонентами, способными к полимеризации в условиях использования, хранения и транспортирования в соответствии с ГОСТ Р 8.776-2011. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044–89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079–20–1:2017).

**ГСО 12317-2023****СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ ОКСИДА АЗОТА В АЗОТЕ (ДС-М)**

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** контроль технологических процессов, атмосферного воздуха и промышленных выбросов, здравоохранение.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** объемная доля оксида азота, млн<sup>-1</sup> Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь, состоящую из определяемого компонента – оксида азота (NO) по Aldrich № 295566 и газа-разбавителя – азота (N<sub>2</sub>) по ТУ 20.11.11-009-45905715-2017. Допустимые значения объемной доли примесей, не являющихся определяемыми компонентами, в смеси: диоксида азота (NO<sub>2</sub>) – не более 5 млн<sup>-1</sup>; диоксида углерода (CO<sub>2</sub>) и оксида диазота (N<sub>2</sub>O) – не более 3 млн<sup>-1</sup>; суммы азотистой и азотной кислот (HNO<sub>2</sub> + HNO<sub>3</sub>) – не более 0,5 млн<sup>-1</sup>. Смесь находится под давлением (7–15) МПа в баллонах с вентилями вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования». Допускается использовать исходные вещества с техническими и метрологическими характеристиками, не уступающими вышеуказанным.

**ГСО 12318-2023****СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ КИСЛОРОД- И АЗОТСОДЕРЖАЩИХ ГАЗОВ (КАЗ-М-0)**

**СО предназначен** для передачи единицы молярной доли компонентов стандартным образцам утвержденного типа 1-го и 2-го разрядов; поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** контроль технологических процессов, атмосферного воздуха и промышленных выбросов, здравоохранение.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь исходных веществ, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Смесь находится под давлением (0,05–15) МПа в баллонах с вентилями вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования». СО запрещается изготавливать во взрывопожароопасных концентрациях, с сочетанием компонентов, способных вступать друг с другом в химические реакции, с нестабильными компонентами, компонентами, способными к полимеризации в условиях использования, хранения и транспортирования в соответствии с ГОСТ Р 8.776-2011. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044–89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079–20–1:2017).

#### ГСО 12319-2023

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ КИСЛОРОДА И АЗОТСОДЕРЖАЩИХ ГАЗОВ (КАЗ-М-1)

**СО предназначен** для передачи единицы молярной доли компонентов стандартным образцам утвержденного типа 2-го разряда; поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** контроль технологических процессов, атмосферного воздуха и промышленных выбросов, здравоохранение.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь исходных веществ, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Смесь находится под давлением (0,05–15) МПа в баллонах с вентилями вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования». СО запрещается изготавливать во взрывопожароопасных концентрациях, с сочетанием компонентов, способных вступать друг с другом в химические реакции, с нестабильными компонентами, компонентами, способными к полимеризации в условиях использования, хранения и транспортирования в соответствии с ГОСТ Р 8.776-2011. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044–89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079–20–1:2017).

#### ГСО 12320-2023

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ КИСЛОРОДА И АЗОТСОДЕРЖАЩИХ ГАЗОВ (КАЗ-М-2)

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** контроль технологических процессов, атмосферного воздуха и промышленных выбросов, здравоохранение.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь исходных веществ, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Смесь находится под давлением (0,05–15) МПа в баллонах с вентилями вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования». СО запрещается изготавливать во взрывопожароопасных концентрациях, с сочетанием компонентов, способных вступать друг с другом в химические реакции, с нестабильными компонентами, компонентами, способными к полимеризации в условиях использования, хранения и транспортирования в соответствии с ГОСТ Р 8.776-2011. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044–89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079–20–1:2017).

#### ГСО 12321-2023

##### СО ОБРАЗЕЦ СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ «КУЛЬТУРАЛЬНЫЙ ГАЗ» (КГ-М)

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** приборостроительная промышленность, наука, здравоохранение.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** объемная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь, состоящую из определяемых компонентов: диоксида углерода (CO<sub>2</sub>) и кислорода (O<sub>2</sub>), газа-разбавителя – азота (N<sub>2</sub>). Смесь находится под давлением (7–16) МПа в баллонах с вентилями вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования». Перечень исходных веществ, применяемых для приготовления СО, приведен в таблице 1 в Описании типа СО.

#### ГСО 12322-2023

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ «ЛАЗЕРНАЯ СМЕСЬ» (ЛС-М)

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** машиностроительная и приборостроительная промышленности, наука, здравоохранение.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** объемная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь, состоящую из исходных веществ, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Смесь находится под давлением (7–15) МПа в баллонах с вентилями вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования».

#### ГСО 12323-2023

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ СМЕСИ N-МЕТИЛМЕТАМИНА В ОРГАНИЧЕСКОМ РАЗБАВИТЕЛЕ (ОАЛ-М)

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** нефтяная, газовая, химическая, нефтеперерабатывающая промышленность, контроль технологических процессов.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля N-метилметанамина (диметиламина) ( $C_2H_7N$ ), %; массовая доля органически-связанного азота,  $млн^{-1}$  (мг/кг)

Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную смесь, состоящую из определяемого компонента – N-метилметанамина (диметиламина) ( $C_2H_7N$ ) по Aldrich № 744158 и органического разбавителя (представлены в таблице 1 в Описании типа СО). Смесь находится в баллонах постоянного давления поршневого типа вместимостью (0,2–8)  $дм^3$ ; в баллонах из алюминиевых сплавов АМг6, 1330 по ГОСТ 4784–2019 или нержавеющей стали 12Х18Н10Т, 03Х17Н14М2, 03Х17Н14М3 по ГОСТ 5632–2014 (в том числе, баллоны с лайнером из нержавеющей стали) вместимостью (0,1–50)  $дм^3$  одnogорловых, оборудованных двухпортовыми вентилями с устройствами сифонного типа, или двухгорловых. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044–89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079–20–1:2017).

#### ГОСТ 12324–2023

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ СМЕСИ N, N-ДИБУТИЛБУТАН-1-АМИНА И ПИРИДИНА В ОРГАНИЧЕСКОМ РАЗБАВИТЕЛЕ (OAT-M)

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** контроль технологических процессов, нефтяная, газовая, химическая, нефтеперерабатывающая промышленность.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонента, %; массовая доля органически-связанного азота, %

Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную смесь, состоящую из определяемого компонента (представлены в таблице 1 в Описании типа СО) и органического разбавителя (представлены в таблице 2 в Описании типа СО). Смесь находится в баллонах из алюминиевых сплавов АМг6, 1330 по ГОСТ 4784–2019 или нержавеющей стали 12Х18Н10Т, 03Х17Н14М2, 03Х17Н14М3 по ГОСТ 5632–2014 (в том числе, баллоны с лайнером из нержавеющей стали) вместимостью (0,1–10)  $дм^3$  одnogорловых, оборудованных двухпортовыми вентилями с устройствами сифонного типа, или двухгорловых; расфасованных виалах, бутылках или стеклянных запаянных ампулах вместимостью (0,001–1)  $дм^3$ . Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044–89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079–20–1:2017).

#### ГОСТ 12325–2023

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ СМЕСИ СЕРОСОДЕРЖАЩИХ КОМПОНЕНТОВ В ОРГАНИЧЕСКОМ РАЗБАВИТЕЛЕ (OSL-M)

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** нефтяная, газовая, химическая, нефтеперерабатывающая промышленность, контроль технологических процессов.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, %; массовая доля серы,  $млн^{-1}$  (мг/кг)

Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную смесь, состоящую из определяемого компонента (представлены в таблице 1 в Описании типа СО) и органического разбавителя (представлены в таблице 2 в Описании типа СО). Смесь находится в баллонах постоянного давления поршневого типа вместимостью (0,2–8)  $дм^3$ ; в баллонах из алюминиевых сплавов АМг6, 1330 по ГОСТ 4784–2019 или нержавеющей стали 12Х18Н10Т, 03Х17Н14М2, 03Х17Н14М3 по ГОСТ 5632–2014 (в том числе, баллоны с лайнером из нержавеющей стали) вместимостью (0,1–50)  $дм^3$  одnogорловых, оборудованных двухпортовыми вентилями с устройствами сифонного типа, или двухгорловых. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044–89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079–20–1:2017).

#### ГОСТ 12326–2023

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ СМЕСИ СЕРОСОДЕРЖАЩИХ КОМПОНЕНТОВ В ОРГАНИЧЕСКОМ РАЗБАВИТЕЛЕ (OST-M)

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** нефтяная, газовая, химическая, нефтеперерабатывающая промышленность, контроль технологических процессов.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля серы, %

Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную смесь, состоящую из определяемого компонента (представлены в таблице 1 в Описании типа СО) и органического разбавителя (представлены в таблице 2 в Описании типа СО). Смесь находится в баллонах из алюминиевых сплавов АМг6, 1330 по ГОСТ 4784–2019 или нержавеющей стали 12Х18Н10Т, 03Х17Н14М2, 03Х17Н14М3 по ГОСТ 5632–2014 (в том числе, баллоны с лайнером из нержавеющей стали) вместимостью (0,1–10)  $дм^3$  одnogорловых, оборудованных двухпортовыми вентилями с устройствами сифонного типа, или двухгорловых; расфасованных виалах, бутылках или стеклянных запаянных ампулах вместимостью (0,001–1)  $дм^3$ . Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044–89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079–20–1:2017).

#### ГОСТ 12327–2023

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ СМЕСИ 2-ХЛОРБУТАНА В ОРГАНИЧЕСКОМ РАЗБАВИТЕЛЕ (OXL-M)

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** нефтяная, газовая, химическая, нефтеперерабатывающая промышленность, контроль технологических процессов.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля 2-хлорбутана (вторбутил-хлорида) ( $sec-C_4H_9Cl$ ), %; массовая доля органически-связанного хлора,  $млн^{-1}$  (мг/кг)

Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную смесь, состоящую из определяемого компонента – 2-хлорбутана

(второбутилхлорида) (sec-C4H9Cl) по Aldrich № C28898 и органического разбавителя (представлены в таблице 1 в Описании типа СО). Смесь находится в баллонах постоянного давления поршневого типа вместимостью (0,2–8) дм<sup>3</sup>; в баллонах из алюминиевых сплавов АМг6, 1330 по ГОСТ 4784–2019 или нержавеющей стали 12Х18Н10Т, 03Х17Н14М2, 03Х17Н14М3 по ГОСТ 5632–2014 (в том числе, баллоны с лайнером из нержавеющей стали) вместимостью (0,1–50) дм<sup>3</sup> одногорловых, оборудованных двухпортовыми вентилями с устройствами сифонного типа, или двухгорловых. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044–89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079–20–1:2017).

#### ГСО 12328–2023

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ СМЕСИ ХЛОРБЕНЗОЛА В ОРГАНИЧЕСКОМ РАЗБАВИТЕЛЕ (ОХТ-М)

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** нефтяная, газовая, химическая, нефтеперерабатывающая промышленность, контроль технологических процессов.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля хлорбензола (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>Cl), %; массовая доля органически-связанного хлора, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную смесь, состоящую из определяемого компонента – хлорбензола (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>Cl) по Fluka № 08650 и органического разбавителя (представлены в таблице 1 в Описании типа СО). Смесь находится в баллонах из алюминиевых сплавов АМг6, 1330 по ГОСТ 4784–2019 или нержавеющей стали 12Х18Н10Т, 03Х17Н14М2, 03Х17Н14М3 по ГОСТ 5632–2014 (в том числе, баллоны с лайнером из нержавеющей стали) вместимостью (0,1–10) дм<sup>3</sup> одногорловых, оборудованных двухпортовыми вентилями с устройствами сифонного типа, или двухгорловых; расфасованных виалах, бутылках или стеклянных запаянных ампулах вместимостью (0,001–1) дм<sup>3</sup>. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044–89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079–20–1:2017).

#### ГСО 12329–2023

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ ПОСТОЯННЫХ И ИНЕРТНЫХ ГАЗОВ (ПИ-М-0)

**СО предназначен** для передачи единицы молярной доли компонентов стандартным образцам утвержденного типа 1-го и 2-го разрядов; поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** контроль технологических процессов, атмосферного воздуха и промышленных выбросов, здравоохранение.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь исходных веществ, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Смесь находится под давлением (0,05–15) МПа в баллонах вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> с вентилями в соответствии

с требованиями ГОСТ Р 8.776–2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования». СО запрещается изготавливать во взрывопожароопасных концентрациях, с сочетанием компонентов, способных вступать друг с другом в химические реакции, с нестабильными компонентами, компонентами, способными к полимеризации в условиях использования, хранения и транспортирования в соответствии с ГОСТ Р 8.776–2011. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044–89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079–20–1:2017).

#### ГСО 12330–2023

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ ПОСТОЯННЫХ И ИНЕРТНЫХ ГАЗОВ (ПИ-М-1)

**СО предназначен** для передачи единицы молярной доли компонентов стандартным образцам утвержденного типа 2-го разряда; поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** контроль технологических процессов, атмосферного воздуха и промышленных выбросов, здравоохранение.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь исходных веществ, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Смесь находится под давлением (0,05–15) МПа, в баллонах вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> с вентилями в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776–2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования». СО запрещается изготавливать во взрывопожароопасных концентрациях, с сочетанием компонентов, способных вступать друг с другом в химические реакции, с нестабильными компонентами, компонентами, способными к полимеризации в условиях использования, хранения и транспортирования в соответствии с ГОСТ Р 8.776–2011. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044–89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079–20–1:2017).

#### ГСО 12331–2023

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ ПОСТОЯННЫХ И ИНЕРТНЫХ ГАЗОВ (ПИ-М-2)

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** контроль технологических процессов, атмосферного воздуха и промышленных выбросов, здравоохранение.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь исходных веществ, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Смесь находится под давлением (0,05–15) МПа в баллонах вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> с вентилями в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776–2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические

требования». CO запрещается изготавливать во взрывопожароопасных концентрациях, с сочетанием компонентов, способных вступать друг с другом в химические реакции, с нестабильными компонентами, компонентами, способными к полимеризации в условиях использования, хранения и транспортирования в соответствии с ГОСТ Р 8.776-2011. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044-89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079-20-1:2017).

#### ГОСТ 12332-2023

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ СЖИЖЕННЫХ ГАЗОВ И ЖИДКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ (СЖУВ-М-0)

**СО предназначен** для передачи единицы молярной доли компонентов стандартным образцам утвержденного типа 1-го и 2-го разрядов; поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** нефтяная, газовая, химическая и другие отрасли промышленности, связанные с контролем качества нефти, нефтепродуктов и газового конденсата.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную смесь, состоящую из исходных веществ, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Смесь находится в баллонах постоянного давления поршневого типа вместимостью от 0,2 до 8 дм<sup>3</sup>. СО запрещается изготавливать во взрывопожароопасных концентрациях, с сочетанием компонентов, способных вступать друг с другом в химические реакции, с нестабильными компонентами, компонентами, способными к полимеризации в условиях использования, хранения и транспортирования в соответствии с ГОСТ Р 8.776-2011. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044-89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079-20-1:2017).

#### ГОСТ 12333-2023

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ СЖИЖЕННЫХ ГАЗОВ И ЖИДКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ (СЖУВ-М-1)

**СО предназначен** для передачи единицы молярной доли компонентов стандартным образцам утвержденного типа 2-го разряда; поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** нефтяная, газовая, химическая и другие отрасли промышленности, связанные с контролем качества нефти, нефтепродуктов и газового конденсата.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную смесь, состоящую из исходных веществ, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Смесь находится в баллонах постоянного давления поршневого типа вместимостью от 0,2 дм<sup>3</sup> до 8 дм<sup>3</sup>; в баллонах из алюминиевых сплавов АМг6, 1330 по ГОСТ 4784 или нержавеющей стали 12Х18Н10Т, 03Х17Н14М2, 03Х17Н14М3 по ГОСТ 5632 (в том числе, баллоны с лайнером из нержавеющей стали) вместимостью

от 0,1 дм<sup>3</sup> до 50 дм<sup>3</sup> одnogорловых, оборудованных двухпортовыми вентилями с устройствами сифонного типа, или двухгорловых (при отсутствии в составе компонентов O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, CO, CO<sub>2</sub>); в ампулах, виалах или бутылках вместимостью от 0,001 дм<sup>3</sup> до 1 дм<sup>3</sup> (при отсутствии в составе компонентов O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, CO, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S, COS, CH<sub>3</sub>SH, CH<sub>4</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>, C<sub>3</sub>H<sub>4</sub>, C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>, C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>, C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>, C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>, C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>, C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>, i-C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>, i-C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>, cis-C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>, trans-C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>, оксида этилена C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O, оксида пропилена C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O, AsH<sub>3</sub>, PH<sub>3</sub>). СО запрещается изготавливать во взрывопожароопасных концентрациях, с сочетанием компонентов, способных вступать друг с другом в химические реакции, с нестабильными компонентами, компонентами, способными к полимеризации в условиях использования, хранения и транспортирования в соответствии с ГОСТ Р 8.776-2011. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044-89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079-20-1:2017).

#### ГОСТ 12334-2023

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ СЖИЖЕННЫХ ГАЗОВ И ЖИДКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ (СЖУВ-М-2)

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** нефтяная, газовая, химическая и другие отрасли промышленности, связанные с контролем качества нефти, нефтепродуктов и газового конденсата.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную смесь, состоящую из исходных веществ, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Смесь находится в баллонах постоянного давления поршневого типа вместимостью от 0,2 дм<sup>3</sup> до 8 дм<sup>3</sup>; в баллонах из алюминиевых сплавов АМг6, 1330 по ГОСТ 4784 или нержавеющей стали 12Х18Н10Т, 03Х17Н14М2, 03Х17Н14М3 по ГОСТ 5632 (в том числе, баллоны с лайнером из нержавеющей стали) вместимостью от 0,1 дм<sup>3</sup> до 50 дм<sup>3</sup> одnogорловых, оборудованных однопортовыми/двухпортовыми вентилями с устройствами сифонного типа, или одnogорловых/двухгорловых без устройств сифонного типа (при отсутствии в составе компонентов O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, CO, CO<sub>2</sub>); в ампулах, виалах или бутылках вместимостью от 0,001 дм<sup>3</sup> до 1 дм<sup>3</sup> (при отсутствии в составе компонентов O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, CO, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S, COS, CH<sub>3</sub>SH, CH<sub>4</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>, AsH<sub>3</sub>, PH<sub>3</sub>). СО запрещается изготавливать во взрывопожароопасных концентрациях, с сочетанием компонентов, способных вступать друг с другом в химические реакции, с нестабильными компонентами, компонентами, способными к полимеризации в условиях использования, хранения и транспортирования в соответствии с ГОСТ Р 8.776-2011. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044-89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079-20-1:2017).

#### ГОСТ 12335-2023

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ СЕРОСодержащих ГАЗОВ (СРС-М-0)

**СО предназначен** для передачи единицы молярной доли компонентов стандартным образцам утвержденного типа 1-го и 2-го разрядов; поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля

точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** контроль технологических процессов, атмосферного воздуха и промышленных выбросов.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь исходных веществ, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Смесь находится под давлением (0,05–15) МПа в баллонах с вентилями вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования». СО запрещается изготавливать во взрывопожароопасных концентрациях, с сочетанием компонентов, способных вступать друг с другом в химические реакции, с нестабильными компонентами, компонентами, способными к полимеризации в условиях использования, хранения и транспортирования в соответствии с ГОСТ Р 8.776-2011. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044–89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079–20–1:2017).

#### ГСО 12336-2023

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ СЕРОСОДЕРЖАЩИХ ГАЗОВ (СРС-М-1)

**СО предназначен** для передачи единицы молярной доли компонентов стандартным образцам утвержденного типа 2-го разряда; поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** контроль технологических процессов, атмосферного воздуха и промышленных выбросов.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь исходных веществ, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Смесь находится под давлением (0,05–15) МПа в баллонах с вентилями вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования». СО запрещается изготавливать во взрывопожароопасных концентрациях, с сочетанием компонентов, способных вступать друг с другом в химические реакции, с нестабильными компонентами, компонентами, способными к полимеризации в условиях использования, хранения и транспортирования в соответствии с ГОСТ Р 8.776-2011. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044–89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079–20–1:2017).

#### ГСО 12337-2023

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ СЕРОСОДЕРЖАЩИХ ГАЗОВ (СРС-М-2)

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных

по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** контроль технологических процессов, атмосферного воздуха и промышленных выбросов.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь исходных веществ, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Смесь находится под давлением (0,05–15) МПа в баллонах с вентилями вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования». СО запрещается изготавливать во взрывопожароопасных концентрациях, с сочетанием компонентов, способных вступать друг с другом в химические реакции, с нестабильными компонентами, компонентами, способными к полимеризации в условиях использования, хранения и транспортирования в соответствии с ГОСТ Р 8.776-2011. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044–89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079–20–1:2017).

#### ГСО 12338-2023

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ УГЛЕВОДОРОДНЫХ ГАЗОВ (УГВ-М-0)

**СО предназначен** для передачи единицы молярной доли компонентов стандартным образцам утвержденного типа 1-го и 2-го разрядов; поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** контроль технологических процессов, атмосферного воздуха и промышленных выбросов, здравоохранение.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь исходных веществ, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Смесь находится под давлением (0,05–15) МПа в баллонах с вентилями вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования». СО запрещается изготавливать во взрывопожароопасных концентрациях, с сочетанием компонентов, способных вступать друг с другом в химические реакции, с нестабильными компонентами, компонентами, способными к полимеризации в условиях использования, хранения и транспортирования в соответствии с ГОСТ Р 8.776-2011. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044–89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079–20–1:2017).

#### ГСО 12339-2023

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ УГЛЕВОДОРОДНЫХ ГАЗОВ (УГВ-М-1)

**СО предназначен** для передачи единицы молярной доли компонентов стандартным образцам утвержденного типа 2-го разряда; поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов

измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** контроль технологических процессов, атмосферного воздуха и промышленных выбросов, здравоохранение.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь исходных веществ, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Смесь находится под давлением (0,05–15) МПа в баллонах с вентилями вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования». СО запрещается изготавливать во взрывопожароопасных концентрациях, с сочетанием компонентов, способных вступать друг с другом в химические реакции, с нестабильными компонентами, компонентами, способными к полимеризации в условиях использования, хранения и транспортирования в соответствии с ГОСТ Р 8.776-2011. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044–89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079–20–1:2017).

### ГО 12340-2023

#### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ УГЛЕВОДОРОДНЫХ ГАЗОВ (УГВ-М-2)

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** контроль технологических процессов, атмосферного воздуха и промышленных выбросов, здравоохранение.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь исходных веществ, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Смесь находится под давлением (0,05–15) МПа в баллонах с вентилями вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования». СО запрещается изготавливать во взрывопожароопасных концентрациях, с сочетанием компонентов, способных вступать друг с другом в химические реакции, с нестабильными компонентами, компонентами, способными к полимеризации в условиях использования, хранения и транспортирования в соответствии с ГОСТ Р 8.776-2011. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044–89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079–20–1:2017).

### ГО 12341-2023

#### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ ХИМИЧЕСКИ АКТИВНЫХ ГАЗОВ (ХАК-М-0)

**СО предназначен** для передачи единицы молярной доли компонентов стандартным образцам утвержденного типа 1-го и 2-го разрядов; поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** контроль технологических процессов, атмосферного воздуха и промышленных выбросов, здравоохранение.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь исходных веществ, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Смесь находится под давлением (0,05–15) МПа в баллонах с вентилями вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования». СО запрещается изготавливать во взрывопожароопасных концентрациях, с сочетанием компонентов, способных вступать друг с другом в химические реакции, с нестабильными компонентами, компонентами, способными к полимеризации в условиях использования, хранения и транспортирования в соответствии с ГОСТ Р 8.776-2011. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044–89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079–20–1:2017).

### ГО 12342-2023

#### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ ХИМИЧЕСКИ АКТИВНЫХ ГАЗОВ (ХАК-М-1)

**СО предназначен** для передачи единицы молярной доли компонентов стандартным образцам утвержденного типа 2-го разряда; поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** контроль технологических процессов, атмосферного воздуха и промышленных выбросов, здравоохранение.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь исходных веществ, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Смесь находится под давлением (0,05–15) МПа в баллонах с вентилями вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования». СО запрещается изготавливать во взрывопожароопасных концентрациях, с сочетанием компонентов, способных вступать друг с другом в химические реакции, с нестабильными компонентами, компонентами, способными к полимеризации в условиях использования, хранения и транспортирования в соответствии с ГОСТ Р 8.776-2011. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044–89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079–20–1:2017).

### ГО 12343-2023

#### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ ХИМИЧЕСКИ АКТИВНЫХ ГАЗОВ (ХАК-М-2)

**СО предназначен** для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

**Область применения:** контроль технологических процессов, атмосферного воздуха и промышленных выбросов, здравоохранение.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля компонентов, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь исходных веществ, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Смесь находится под давлением (0,05–15) МПа в баллонах с вентилями вместимостью (0,5–50) дм<sup>3</sup> в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 «ГСИ. Стандартные образцы состава газовых смесей. Общие метрологические и технические требования». СО запрещается изготавливать во взрывопожароопасных концентрациях, с сочетанием компонентов, способных вступать друг с другом в химические реакции, с нестабильными компонентами, компонентами, способными к полимеризации в условиях использования, хранения и транспортирования в соответствии с ГОСТ Р 8.776-2011. Показатели пожаровзрывоопасности веществ и методы их определения указаны в ГОСТ 12.1.044–89, ГОСТ 31610.20-1-2020 (ISO/IEC80079–20–1:2017).

### ГСО 12344-2023

#### СО СОСТАВА БОЗЕНТАНА (БОЗЕНТАНА МОНОГИДРАТА) (ГИЛС – Бозентан)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли бозентана в субстанции бозентана моногидрата, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит бозентана моногидрат. 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 бозентана, % СО представляет собой субстанцию бозентана моногидрата, 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 12345-2023

#### СО СОСТАВА БОРТЕЗОМИБА (ГИЛС – Бортезомиб)

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

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 бортезомиба, % СО представляет собой субстанцию бортезомиба, белый кристаллический порошок, расфасованный по 25 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

### ГСО 12346-2023

#### СО СОСТАВА ЭНТЕКАВИРА (ЭНТЕКАВИРА МОНОГИДРАТА) (ГИЛС – Энтекавир)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли энтекавира в субстанции энтекавира моногидрата, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит энтекавира моногидрат.

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 энтекавира, % СО представляет собой субстанцию энтекавира моногидрата, 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 12347-2023

#### СО СОСТАВА КЛОБАЗАМА (МЭЗ-113)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли клобазамы 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; характеристика 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 клобазамы, % СО представляет собой субстанцию клобазамы, кристаллический порошок белого или почти белого цвета, расфасованный массой от 20 мг до 100 мг во флаконы из стекла объемом 10 см<sup>3</sup> с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

### ГСО 12348-2023

#### СО СОСТАВА НЕФОПАМА ГИДРОХЛОРИДА (МЭЗ-114)

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

СО представляет собой субстанцию нефопама гидрохлорида, белый или почти белый порошок, расфасованный массой от 10 до 200 мг во флаконы из стекла объемом 10 см<sup>3</sup> с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

#### ГСО 12349-2023

##### СО СОСТАВА БЕНЗОИЛБЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТЫ (МЭЗ-115)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли бензоилбензойной кислоты в материалах и лекарственных средствах. СО может использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; калибровки средств измерений при условии соответствия требованиям методик калибровки; 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 бензоилбензойной кислоты, %

СО представляет собой субстанцию бензоилбензойной кислоты, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 100 мг до 500 мг по требованию заказчика во флаконы из стекла объемом 10 см<sup>3</sup> с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикеткам.

#### ГСО 12350-2023

##### СО СОСТАВА ХЛОРДИАЗЕПОКСИДА (МЭЗ-116)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли хлордиазепоксида 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 хлордиазепоксида, %

СО представляет собой субстанцию хлордиазепоксида, белый или светло-желтый кристаллический порошок, расфасованный массой от 10 мг до 200 мг по требованию заказчика во флаконы из стекла объемом 10 см<sup>3</sup> с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

#### ГСО 12351-2023

##### СО СОСТАВА ПСЕВДОМОРФИНА (МЭЗ-117)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли псевдоморфина 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 псевдоморфина, %; массовая доля гигроскопической влаги и летучих веществ (потеря в массе при высушивании), %

СО представляет собой субстанцию псевдоморфина, белый или почти белый порошок, расфасованный массой от 10 до 100 мг во флаконы из стекла объемом 10 см<sup>3</sup> с обжимными колпачками, помещенные в zip-пакет. Флакон и zip-пакет снабжены этикетками.

#### ГСО 12352-2023

##### СО СОСТАВА БЕНДАМУСТИНА (БЕНДАМУСТИНА ГИДРОХЛОРИДА МОНОГИДРАТА) (ГИЛС – Бендамустин)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли основного вещества в субстанции бендамустина гидрохлорида моногидрата, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит бендамустин 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 бендамустина гидрохлорида, %

СО представляет собой субстанцию бендамустина гидрохлорида моногидрата (4-[5-[Бис(2-хлорэтил)амино]-1-метил-1Н-бензимидазол-2-ил]бутановой кислоты гидрохлорида моногидрат, C<sub>16</sub>H<sub>21</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>·HCl·H<sub>2</sub>O), 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 12353-2023

##### СО СОСТАВА ГАЛАНТАМИНА (ГАЛАНТАМИНА ГИДРОБРОМИДА) (ГИЛС – Галантамин)

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

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 галантамина гидробромида, %

СО представляет собой субстанцию галантамина гидробромида (4aS,6R,8aS)-11-Метил-3-метокси-5,6,9,10,11,12-гексагидро-4aH-[1]бензофуоро[3a,3,2-ef][2]бензазепин-6-ола гидробромид,

$C_{17}H_{21}NO_3 \cdot HBr$ ), белый или почти белый мелкокристаллический или аморфный 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 12354–2023

##### СО СОСТАВА ЦЕФУРОКСИМА (ЦЕФУРОКСИМА НАТРИЯ) (ГИЛС – Цефуроским)

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

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 цефуроксима натрия, %

СО представляет собой субстанцию цефуроксима натрия ((6R,7R)-3-[(Карбамоилокси)метил]-7-[(2Z)-2-(метоксимино)-2-(фуран-2-ил)ацетамидо]-8-оксо-5-тиа-1-азабихло[4.2.0]окт-2-ен-2-карбоксилат натрия,  $C_{16}H_{15}N_4NaO_8S$ ), 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 12355–2023

##### СО СОСТАВА МЕДИ (комплект КСМ)

**СО предназначены** для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при определении массовой доли кислорода и серы в меди марок М00к, М0к, М1к (ГОСТ 859–2014) физико-химическими методами по ГОСТ 13938.13–93, ГОСТ 31382–2009 и аттестованным методикам измерений; аттестации методик измерений массовой доли кислорода и серы в меди.

СО могут применяться для контроля точности результатов измерений массовой доли кислорода и серы в меди при условии соответствия стандартных образцов обязательным требованиям, установленным в методиках измерений; для поверки средств измерений при условии соответствия стандартных образцов обязательным требованиям, установленным в методиках поверки; для калибровки средств измерений при условии соответствия стандартных образцов обязательным требованиям, установленным в методиках калибровки.

**Область применения:** цветная металлургия.

**Способ аттестации:** сравнение со стандартным образцом.

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

Материалы СО представляют собой: СО с индексом КСМ-1 – медь в виде кусков проволоки марки МТ (ТУ 16–705.492–2005) диаметром 2,8 мм и длиной (2–5) мм; СО с индексами КСМ-2 и КСМ-3 – медь марки М00к (ГОСТ 859–2014) в виде стружки толщиной (0,5–1) мм; СО с индексом КСМ-4 – медь в виде кусков проволоки марки ММ (ТУ 16–705.492–2005) диаметром 2,5 мм и длиной (2–5) мм; СО с индексами КСМ-5 и КСМ-6 – медь марки М00к (ГОСТ 859–2014) в виде стружки толщиной (0,1–0,5) мм. Материалы СО расфасованы по 100 г или 200 г в стеклянные банки с этикетками и завинчивающимися крышками. Количество экземпляров в комплекте – 6.

#### ГСО 12356–2023/ГСО 12359–2023

##### СО СТАЛЕЙ НЕЛЕГИРОВАННЫХ ТИПОВ 08Ю, 08пс, 05кп, С235 (набор ИСО 002/1-ИСО 005/1)

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

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

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

**Способ аттестации:** межлабораторный эксперимент, сравнение со стандартным образцом.

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

Набор ИСО 002/1-ИСО 005/1 состоит из четырех типов стандартных образцов; материал СО приготовлен из сталей нелегированных типов 08Ю, 08пс, 05кп, С235 (ГОСТ 9045–93, ГОСТ 1050–2013, ГОСТ 27772–2021) в виде дисков диаметром (38–45) мм, высотой (20–25) мм (ГОСТ 7565–81, ГОСТ Р ИСО 14284–2009).

#### ГСО 12360–2023

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ МОЧИ

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой концентрации белка, молярной концентрации глюкозы в образцах мочи; обеспечения метрологической прослеживаемости результатов измерений молярной доли и массовой концентрации; использования в качестве матрицы в хромато-масс-спектрометрии при приготовлении калибровочных растворов.

СО может применяться для поверки и калибровки средств измерений при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в методиках поверки и калибровки средств измерений.

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

**Способ аттестации:** применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО:** массовая концентрация белка, г/дм<sup>3</sup>; молярная концентрация глюкозы, ммоль/дм<sup>3</sup>

Материал СО представляет собой лиофилизат искусственной мочи в виде порошка белого цвета или белого цвета с желтоватым оттенком, без запаха, содержащий смесь солей, глюкозы и белков известной концентрации, полученный смешиванием точных навесок хлорида натрия, дигидрофосфата натрия, гидрофосфата натрия (в виде PBS), бычьего альбумина, глюкозы с известным объемом PBS, доведенном до pH 5,5. Материал расфасован по 4 см<sup>3</sup> во флаконы из темного стекла с этикеткой емкостью 10 см<sup>3</sup> и приведен в лиофилизированную форму. Флаконы закрыты герметичной резиновой крышкой, обкатанной алюминиевым колпачком и помещены в картонные футляры, устройство которых предохраняет СО от резких ударов и загрязнения. Плотность стандартного образца (1,00–1,20) г/см<sup>3</sup>, водородный показатель, pH (4,0–8,0).

#### ГСО 12361–2023

##### СО СОСТАВА РАСТВОРА ГОЛЬМИЯ

**СО предназначен** для хранения и передачи единицы величины «массовая концентрация компонента» от ГЭТ 196–2023 Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой

(молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов при аттестации вторичных и рабочих эталонов; поверки, калибровки и/или градуировки средств измерений; испытаний средств измерений и стандартных образцов, в том числе в целях утверждения типа; валидации, аттестации методик (методов) измерений; разработки и аттестации первичных референтных (референтных) методик измерений и методик измерений, контроля правильности, межлабораторных сравнительных (сравнительных) испытаний и других видов метрологических работ.

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

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** массовая концентрация гольмия, г/дм<sup>3</sup>

СО представляет собой раствор гольмия металлического с массовой долей основного вещества 99,9 % в 1,4 моль/дм<sup>3</sup> азотной кислоте. СО может поставляться в объемах 5 см<sup>3</sup>, 8 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup>, 15 см<sup>3</sup>, 30 см<sup>3</sup>, 50 см<sup>3</sup>, 100 см<sup>3</sup> в зависимости от потребностей заказчика в запаянных стеклянных ампулах вместимостью 5 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup> или в полипропиленовых банках вместимостью 8 см<sup>3</sup>, 15 см<sup>3</sup>, 30 см<sup>3</sup>, 50 см<sup>3</sup>, 100 см<sup>3</sup>.

#### ГСО 12362–2023

##### СО СОСТАВА РАСТВОРА НИОБИЯ

**СО предназначен** для хранения и передачи единицы величины «массовая концентрация компонента» от ГЭТ 196-2023 Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов при аттестации вторичных и рабочих эталонов; поверки, калибровки и/или градуировки средств измерений; испытаний средств измерений и стандартных образцов, в том числе в целях утверждения типа; валидации, аттестации методик (методов) измерений; разработки и аттестации первичных референтных (референтных) методик измерений и методик измерений, контроля правильности, межлабораторных сравнительных (сравнительных) испытаний и других видов метрологических работ.

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

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** массовая концентрация ниобия, г/дм<sup>3</sup>

СО представляет собой раствор оксида ниобия (V) с массовой долей основного компонента не менее 99,9 % в 0,4 моль/дм<sup>3</sup> фтористоводородной кислоте. СО может поставляться в объемах 8 см<sup>3</sup>, 15 см<sup>3</sup>, 30 см<sup>3</sup>, 50 см<sup>3</sup>, 100 см<sup>3</sup> в зависимости от потребностей заказчика в полипропиленовых банках вместимостью 8 см<sup>3</sup>, 15 см<sup>3</sup>, 30 см<sup>3</sup>, 50 см<sup>3</sup>, 100 см<sup>3</sup>.

#### ГСО 12363–2023

##### СО СОСТАВА РАСТВОРА НЕОДИМА

**СО предназначен** для хранения и передачи единицы величины «массовая концентрация компонента» от ГЭТ 196-2023 Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов при аттестации вторичных и рабочих эталонов; поверки, калибровки и/или градуировки

средств измерений; испытаний средств измерений и стандартных образцов, в том числе в целях утверждения типа; валидации, аттестации методик (методов) измерений; разработки и аттестации первичных референтных (референтных) методик измерений и методик измерений, контроля правильности, межлабораторных сравнительных (сравнительных) испытаний и других видов метрологических работ.

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

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** массовая концентрация неодима, г/дм<sup>3</sup>

СО представляет собой раствор оксида неодима (III) с массовой долей основного вещества не менее 99,9 % в 1,4 моль/дм<sup>3</sup> азотной кислоте. СО может поставляться в объемах 5 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup>, 8 см<sup>3</sup>, 15 см<sup>3</sup>, 30 см<sup>3</sup>, 50 см<sup>3</sup>, 100 см<sup>3</sup> в зависимости от потребностей заказчика в запаянных стеклянных ампулах вместимостью 5 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup> или в полипропиленовых банках вместимостью 8 см<sup>3</sup>, 15 см<sup>3</sup>, 30 см<sup>3</sup>, 50 см<sup>3</sup>, 100 см<sup>3</sup>.

#### ГСО 12364–2023

##### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ ДИОКСИДА СЕРЫ В АЗОТЕ

**СО предназначен** для обеспечения проведения и участия в международных сличениях Государственного первичного эталона единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019 (далее – ГЭТ 154) с эталонами единиц величин Международного бюро мер и весов (МБМВ) и национальными эталонами единиц величин иностранных государств (в рамках Соглашения МРА), а также реализации калибровочных возможностей Российской Федерации, зарегистрированных в международной базе данных МБМВ; хранения и передачи единицы молярной доли компонентов от ГЭТ 154 вторичным и разрядным рабочим эталонам; поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; испытаний СО в целях утверждения типа, обеспечения выпуска и качества серийно выпускаемых стандартных образцов состава газовых смесей на вторичных и рабочих эталонах, функционирующих на предприятиях-изготовителях стандартных образцов; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами; проведения межлабораторных сравнительных испытаний; высокоточных измерений в научных исследованиях, промышленности, экологии, медицине и т. п.

**Область применения:** газовая, химическая, нефтеперерабатывающая, приборостроительная и другие отрасли промышленности, экологический мониторинг, здравоохранение, научные исследования.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля диоксида серы, % Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь определяемого компонента – диоксида серы (SO<sub>2</sub>) и газа-разбавителя – азота (N<sub>2</sub>), находящуюся в баллоне под давлением. Газовая смесь находится под давлением от 4 МПа до 11 МПа в алюминиевом баллоне по ТУ 25.29.12-002-20810646-2020, ТУ 25–29.12-003-20810646-2022 или в металлокомпозитном баллоне по ТУ 2296-002-23204567-01 вместимостью от 4 дм<sup>3</sup> до 10 дм<sup>3</sup>, снабженном этикеткой. Баллон оборудован вентилем из нержавеющей стали ВС 16. Исходные вещества для приготовления СО – диоксид серы (SO<sub>2</sub>) и азот (N<sub>2</sub>) – проходят входной контроль на эталонных установках ГЭТ 154.

### ГСО 12365–2023

#### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ КАРБОНИЛСУЛЬФИДА В АЗОТЕ

**СО предназначен** для обеспечения проведения и участия в международных сличениях Государственного первичного эталона единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154–2019 (далее – ГЭТ 154) с эталонами единиц величин Международного бюро мер и весов (МБМВ) и национальными эталонами единиц величин иностранных государств (в рамках Соглашения МРА), а также реализации калибровочных возможностей Российской Федерации, зарегистрированных в международной базе данных МБМВ; хранения и передачи единицы молярной доли компонентов от ГЭТ 154 вторичным и разрядным рабочим эталонам; поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; испытаний стандартных образцов в целях утверждения типа, обеспечения выпуска и качества серийно выпускаемых стандартных образцов состава газовых смесей в вторичных и рабочих эталонах, функционирующих на предприятиях-изготовителях стандартных образцов; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами; проведения межлабораторных сравнительных испытаний; высокоточных измерений в научных исследованиях, промышленности, экологии, медицине и т. п.

**Область применения:** газовая, химическая, нефтеперерабатывающая, приборостроительная и другие отрасли промышленности, экологический мониторинг, здравоохранение, научные исследования.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля карбонилсульфида, %

Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь определяемого компонента – карбонилсульфида (COS) и газа-разбавителя – азота (N<sub>2</sub>), находящуюся в баллоне под давлением. Газовая смесь находится под давлением от МПа 4 до 11 МПа в алюминиевом баллоне по ТУ 25–29.12-003-20810646-2022 или в металлокомпозитном баллоне по ТУ 2296-002-23204567-01, ТУ 3695-011-13833523-14 вместимостью от 4 дм<sup>3</sup> до 10 дм<sup>3</sup>, снабженном этикеткой. Баллон оборудован вентилем из нержавеющей стали ВС 16. Исходные вещества для приготовления СО – карбонилсульфид (COS) и азот (N<sub>2</sub>) – проходят входной контроль на эталонных установках ГЭТ 154.

### ГСО 12366–2023

#### СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ СЕРОВОДОРОДА В АЗОТЕ

**СО предназначен** для обеспечения проведения и участия в международных сличениях Государственного первичного эталона единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154–2019 (далее – ГЭТ 154) с эталонами единиц величин Международного бюро мер и весов (МБМВ) и национальными эталонами единиц величин иностранных государств (в рамках Соглашения МРА), а также реализации калибровочных возможностей Российской Федерации, зарегистрированных в международной базе данных МБМВ; хранения и передачи единицы молярной доли компонентов от ГЭТ 154 вторичным и разрядным рабочим эталонам; поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; испытаний стандартных образцов в целях утверждения типа, обеспечения выпуска и качества серийно

выпускаемых стандартных образцов состава газовых смесей на вторичных и рабочих эталонах, функционирующих на предприятиях-изготовителях стандартных образцов; аттестации методик (методов) измерений, контроль точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами; проведения межлабораторных сравнительных испытаний; высокоточных измерений в научных исследованиях, промышленности, экологии, медицине и т. п.

**Область применения:** газовая, химическая, нефтеперерабатывающая, приборостроительная и другие отрасли промышленности, экологический мониторинг, здравоохранение, научные исследования.

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** молярная доля сероводорода, %

Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь определяемого компонента – сероводорода (H<sub>2</sub>S) и газа-разбавителя – азота (N<sub>2</sub>), находящуюся в баллоне под давлением. Газовая смесь находится под давлением от 4 МПа до 11 МПа в алюминиевом баллоне по ТУ 25–29.12-003-20810646-2022 вместимостью от 4 до 10 дм<sup>3</sup>, снабженном этикеткой. Баллон оборудован вентилем из нержавеющей стали ВС 16. Исходные вещества для приготовления СО – сероводород (H<sub>2</sub>S) и азот (N<sub>2</sub>) – проходят входной контроль на эталонных установках ГЭТ 154.

### ГСО 12367–2023

#### СО СОСТАВА МЕЗИТИЛЕНА (Мзт-ВНИИМ)

**СО предназначен** для хранения и передачи единицы массовой доли компонента от ГЭТ 208 вторичным и разрядным рабочим эталонам; поверки, калибровки и/или установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики газовых хроматографов и других средств измерений; испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; испытаний стандартных образцов, в том числе в целях утверждения типа; валидации, аттестации методик (методов) измерений, разработки и аттестации референтных методик измерений; контроля точности результатов измерений массовой доли мезитилена в воздушных средах и других объектах контроля, в т. ч. продукции химической и нефтехимической промышленности; межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний и других видов метрологических работ.

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

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля мезитилена, % (wB – массовая доля мезитилена)

Стандартный образец (далее – СО) представляет собой чистое органическое вещество – мезитилен, расфасованное по (2,0 ± 0,2) см<sup>3</sup> в ампулу из светлого стекла номинальным объемом 5 см<sup>3</sup>, снабженную этикеткой.

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля мезитилена, % (wB – массовая доля мезитилена)

Стандартный образец (далее – СО) представляет собой чистое органическое вещество – мезитилен, расфасованное по (2,0 ± 0,2) см<sup>3</sup> в ампулу из светлого стекла номинальным объемом 5 см<sup>3</sup>, снабженную этикеткой.

### ГСО 12368–2023

#### СО СОСТАВА м-КСИЛОЛА (мКс-ВНИИМ)

**СО предназначен** для хранения и передачи единицы массовой доли компонента от ГЭТ 208 вторичным и разрядным рабочим эталонам; поверки, калибровки и/или установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики газовых хроматографов и других средств измерений; испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; испытаний стандартных образцов, в том числе в целях утверждения типа; валидации, аттестации методик (методов) измерений, разработки и аттестации референтных методик измерений; контроля точности результатов измерений массовой доли м-ксилола в воздушных средах и других

объектах контроля, в т. ч. продукции химической и нефтехимической промышленности; межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний и других видов метрологических работ.

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

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля м-ксилола, % СО представляет собой чистое органическое вещество – м-ксилол, расфасованное по  $(2,0 \pm 0,2)$  см<sup>3</sup> в ампулу из светлого стекла номинальным объемом 5 см<sup>3</sup>, снабженную этикеткой.

### ГСО 12369-2023

#### СО СОСТАВА о-КСИЛОЛА (оКс-ВНИИМ)

**СО предназначен** для хранения и передачи единицы массовой доли компонента от ГЭТ 208 вторичным и разрядным рабочим эталонам; поверки, калибровки и/или установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики газовых хроматографов и других средств измерений; испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; испытаний стандартных образцов, в том числе в целях утверждения типа; валидации, аттестации методик (методов) измерений, разработки и аттестации референтных методик измерений; контроля точности результатов измерений массовой доли о-ксилола в воздушных средах и других объектах контроля, в т. ч. продукции химической и нефтехимической промышленности; межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний и других видов метрологических работ.

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

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля о-ксилола, % (wB – массовая доля о-ксилола)

СО представляет собой чистое органическое вещество – о-ксилол, расфасованное по  $(2,0 \pm 0,2)$  см<sup>3</sup> в ампулу из светлого стекла номинальным объемом 5 см<sup>3</sup>, снабженную этикеткой.

### ГСО 12370-2023

#### СО СОСТАВА п-КСИЛОЛА (пКс-ВНИИМ)

**СО предназначен** для хранения и передачи единицы массовой доли компонента от ГЭТ 208 вторичным и разрядным рабочим эталонам; поверки, калибровки и/или установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики газовых хроматографов и других средств измерений; испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; испытаний стандартных образцов, в том числе в целях утверждения типа; валидации, аттестации методик (методов) измерений, разработки и аттестации референтных методик измерений; контроля точности результатов измерений массовой доли п-ксилола в воздушных средах и других объектах контроля, в т. ч. продукции химической и нефтехимической промышленности; межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний и других видов метрологических работ.

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

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля п-ксилола, % (wB – массовая доля п-ксилола)

СО представляет собой чистое органическое вещество – п-ксилол, расфасованное по  $(2,0 \pm 0,2)$  см<sup>3</sup> в ампулу из светлого стекла номинальным объемом 5 см<sup>3</sup>, снабженную этикеткой.

### ГСО 12371-2023

#### СО СОСТАВА ТОЛУОЛА (Тл-ВНИИМ)

**СО предназначен** для хранения и передачи единицы массовой доли компонента от ГЭТ 208 вторичным и разрядным рабочим эталонам; поверки, калибровки и/или установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики газовых хроматографов и других средств измерений; испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; валидации, аттестации методик (методов) измерений, разработки и аттестации референтных методик измерений; контроля точности результатов измерений массовой доли толуола в воздушных средах и других объектах контроля, в т. ч. продукции химической и нефтехимической промышленности; межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний и других видов метрологических работ.

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

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля толуола, % (wB – массовая доля толуола)

СО представляет собой чистое органическое вещество – толуол, расфасованное по  $(2,0 \pm 0,2)$  см<sup>3</sup> в ампулу из светлого стекла номинальным объемом 5 см<sup>3</sup>, снабженную этикеткой.

### ГСО 12372-2023

#### СО СОСТАВА ЭТИЛБЕНЗОЛА (ЭтБ-ВНИИМ)

**СО предназначен** для хранения и передачи единицы массовой доли компонента от ГЭТ 208 вторичным и разрядным рабочим эталонам; поверки, калибровки и/или установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики газовых хроматографов и других средств измерений; испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; испытаний стандартных образцов, в том числе в целях утверждения типа; валидации, аттестации методик (методов) измерений, разработки и аттестации референтных методик измерений; контроля точности результатов измерений массовой доли этилбензола в воздушных средах и других объектах контроля, в т. ч. продукции химической и нефтехимической промышленности; межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний и других видов метрологических работ.

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

**Способ аттестации:** использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО:** массовая доля этилбензола, % СО представляет собой чистое органическое вещество – этилбензол, расфасованное по  $(2,0 \pm 0,2)$  см<sup>3</sup> в ампулу из светлого стекла номинальным объемом 5 см<sup>3</sup>, снабженную этикеткой.

# 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. Аффилиация авторов. Ф.И.О. (полное), ученое звание, должность, организация(-и), адрес организации(-й) (требуется указать все места работы автора, в которых выполнялись исследования (постоянное место, место выполнения проекта и др.)), ORCID, электронная почта, телефон, почтовый адрес для отправки авторского экземпляра. Приводится на русском и английском языках.

### **Правила рецензирования статьи**

В журнале «Эталон. Стандартные образцы» принято «двойное слепое» (рецензент и автор не знают имен друг друга) рецензирование статей. Рецензент на основании анализа статьи принимает решение рекомендовать статью к публикации (без доработки или с доработкой) или статью отклонить. В случае несогласия автора статьи с замечаниями рецензента его мотивированное заявление рассматривается редакционной коллегией.

### **Политика редакции**

Политика редакционной коллегии журнала базируется на современных юридических требованиях в отношении клеветы, авторского права, законности и плагиата, поддерживает Кодекс этики научных публикаций, сформулированный Комитетом по этике научных публикаций, и строится с учетом этических норм работы редакторов и издателей, закрепленных в Кодексе поведения и руководящих принципах наилучшей практики для редактора журнала и Кодексе поведения для издателя журнала, разработанных Комитетом по публикационной этике (COPE).

Допускается свободное воспроизведение материалов журнала в личных целях и свободное использование в информационных, научных, учебных и культурных целях в соответствии со ст. 1273 и 1274 гл. 70 ч. IV Гражданского кодекса РФ и лицензией Creative Commons CC BY 4.0. Иные виды использования возможны только после заключения соответствующих письменных соглашений с правообладателем.

Электронные версии статей размещаются на сайтах: журнала «Эталон. Стандартные образцы», Российской государственной библиотеки, Научной электронной библиотеки eLIBRARY.RU, электронной библиотеки «КиберЛенинка».

Журнал распространяется платно по подписке в редакции или через подписные агентства.

Технический секретарь: Тараева Наталия Сергеевна, тел.: +7 (343) 350-72-42,

e-mail: taraeva@uniim.ru, uniim@uniim.ru

www.rmjournal.ru

© «Эталон. Стандартные образцы», 2023

# INFORMATION FOR AUTHORS

In order to improve the quality of manuscripts published in the journal and their compliance to the international requirements set for scientific publications, the editorial board of the journal asks the authors to observe the rules provided below.

The journal «Measurement standards. Reference materials» publishes editorials and original articles, analytical, scientific and research, scientific and methodological materials, as well as materials intended for consultation and information; translations of published articles from foreign journals (with the consent of the right holder for the translation and publication); reviews; commentaries and event reports.

Submission of a paper that has been previously published or submitted for publication to other journals is not permitted.

Monitoring of unauthorized citations is provided by «Anti-plagiarism» service.

The journal gives preference to the articles with potentially high impact factor and/or containing significant advances in the indicated areas of science.

## Conditions for paper publication

- the paper submitted for publication must not have been previously published, must be relevant, have a new element, a problem statement, description of main results of the study, obtained by the author, conclusions;
- the paper submitted for publication must comply with the rules of formatting given below or on the website of the journal;
- there is no publication or royalty fee;
- papers containing results of thesis works are published on a priority basis.

## Paper submission rules

- the paper is submitted to the editorial office of the journal to the address: for Chief Editor «UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology», 4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg, 620075, the Russian Federation, or for Executive Secretary by e-mail: taraeva@uniim.ru;
- the paper is submitted in paper form and on electronic media (via e-mail or on disc) Microsoft Word format. The paper version must fully match the electronic version;
- the text of the paper must be proofread thoroughly and signed by the author(s) who is(are) responsible for the scientific and theoretical level of the material being published;
- upon submission of the paper to the editorial staff, the author accepts provisions of the license contract posted on the website of the journal.

## Paper formatting rules

The following points should be taken into consideration when typing the paper:

1. Font – Times New Roman, 12-point font size, line spacing – single line, indenting – justified; all margins – 20 mm each, page numbering is required. The paper shouldn't exceed the volume of 20 A4 pages (if the paper exceeds this limit, the editorial staff has the right to divide the paper for publication in two issues).

2. The title of the paper should be short (not more than 10 words) and informative and should cover the paper contents, the subject-matter and results of the conducted scientific study. The title is to be provided in Russian and English.

3. Affiliation of authors. Full name of the author; full name of the organization (abbreviation for the organization), town/city, the Russian Federation; ORCID; e-mail.

4. The order in which authors are mentioned depends directly on their contribution to the performed work. The first to be indicated is the author who has made the largest contribution. When making a list of authors, it is necessary to comply with ethical standards pertaining to co-authorship norms established by COPE (the Committee on Publication Ethics, <http://publicationethics.org>) (see Chapter 4).

5. The Abstract in English (hereinafter referred to as Abstract) informs the reader about main provisions of the article. The abstract states briefly the input data, the aim, methods, results, conclusions and the field of application for the results of the whole work. The Abstract consists of 200–250 words. It consists of 4 distinct parts: *Introduction; materials and methods; results; Discussion and Conclusions*.

6. Keywords (8–12 words/phrases) constitute the searchcase of a scientific paper. For this reason, they should reflect basic statements, achievements, results and terminology of the study. They are to be provided in Russian and English.

7. Acknowledgements. This section should contain a reference to people who helped the author to prepare the present paper, 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

