

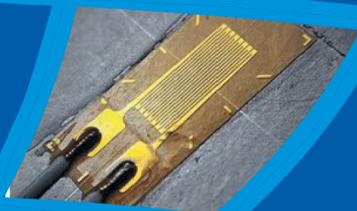
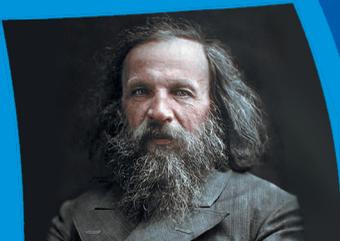
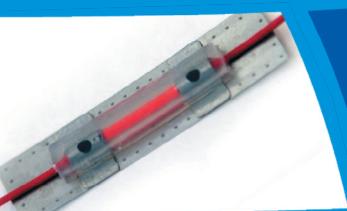
ISSN 2687-0886

ЭТАЛОНЫ СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Том
Vol. **20**

№**1**

2024



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

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

Сясько Владимир Александрович
д-р техн. наук, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», 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 29.03.2024.
Дата выхода в свет 31.03.2024.
Формат 60×90 1/8. Печать офсетная.
Бумага ВХИ. Усл. печ. л. 16,88.
Тираж 200 экз. Заказ № 63.

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: 29.03.2024.

Date of publication: 31.03.2024.

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

Royal paper. Conventional printed sheets 16,88.

Number of copies 200. Order No 63.

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

- Л. А. Трибушевская,
В. В. Митрофанов, Л. Е. Осипов **7** Применение установок с балками равного сопротивления изгибу в качестве рабочих эталонов деформации
-
- А. А. Демьянов **17** Комплексы ГЭТ 17/1-КВИ и ГЭТ 17/2-КВН из состава Государственного первичного эталона единиц динамической и кинематической вязкости жидкости ГЭТ 17-2018

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

- И. Ю. Ткаченко, А. Ю. Михеева,
И. Э. Ушал, А. Ю. Иванова,
А. Г. Будко, С. Г. Харитонов,
И. Б. Максакова, С. В. Спирин,
А. И. Крылов **31** Комплекс стандартных образцов для поверки и калибровки универсальных хроматографических приборов
-
- А. Н. Паньков, И. Н. Зырянова,
О. Н. Кремлева, Е. М. Володина,
Д. П. Фокина, В. В. Сулова **47** Потребность и потенциал импортозамещения стандартных образцов в Российской Федерации: анализ данных Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

- А. С. Сергеева **59** Актуальные вопросы определения содержания жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье (обзор)
-
- А. А. Спиридонова,
В. Н. Кудияров, Р. С. Лаптев **85** К вопросу о построении калибровочной кривой с помощью спектрометра эмиссионного тлеющего разряда для измерений содержания водорода в сплавах циркония
-
- А. Н. Новиков, С. В. Пузанков,
М. В. Окрепилов **93** Исследование точностных характеристик математической модели прогнозирования изменения погрешности рабочего эталона



РЕЕСТР УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ, ПРЕДСТАВЛЕННЫХ В ФЕДЕРАЛЬНОМ ИНФОРМАЦИОННОМ ФОНДЕ

В. В. Сулова

105 Сведения о новых типах стандартных образцов

В. В. Сулова

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



MEASUREMENT STANDARDS

L. A. Tribushevskaya,
V. V. Mitrofanov, L. E. Osipov **7** **Application of Installations with Uniform-Strength Beams as Working Deformation Standards**

A. A. Demyanov **17** **Complexes GET 17/1-KVI and GET 17/2-KVN from GET 17-2018 State Primary Standard of Dynamic and Kinematic Liquid Viscosities**

REFERENCE MATERIALS

I. Yu. Tkachenko, A. Yu. Mikheeva,
I. E. Ushal, A. Yu. Ivanova,
A. G. Budko, S. G. Kharitonov,
I. B. Maksakova, S. V. Spirin,
A. I. Krylov **31** **A Set of Reference Materials for Verification and Calibration of Universal Chromatographic Instruments**

A. N. Pankov, I. N. Zyryanova,
O. N. Kremleva, E. M. Volodina,
D. P. Fokina, V. V. Suslova **47** **The Need and Potential for Import Substitution of Reference Materials in the Russian Federation: Analysis of Data from the Federal Information Fund for Ensuring the Uniformity of Measurements**

MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

A. S. Sergeeva **59** **Current Issues in Determining Fat Content in Food Products and Food Raw Materials (Review)**

A. A. Spiridonova, V. N. Kudiiarov,
R. S. Laptev **85** **On the Construction of a Calibration Curve Using a Glow Discharge Emission Spectrometer for Measuring the Hydrogen Content in Zirconium Alloys**

A. N. Novikov, S. V. Puzankov,
M. V. Okrepilov **93** **Study of the Accuracy Characteristics of the Mathematical Model for Predicting Changes in the Error of the Working Measurement Standard**



ASPECTS OF MAINTAINING THE STATE REGISTER OF TYPE APPROVED REFERENCE MATERIALS

V. V. Suslova

105 Data on new Reference Materials Approved

V. V. Suslova

120 Data on Type Approved Reference Materials the Validity Period
of Which Has Been Extended



ЭТАЛОНЫ

Обзорная статья
УДК 535.241:69.058.2:621.9.011
<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-1-7-15>



Применение установок с балками равного сопротивления изгибу в качестве рабочих эталонов деформации

Л. А. Трибушевская, В. В. Митрофанов, Л. Е. Осипов 

УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», г. Екатеринбург, Россия
✉ form233@uniim.ru

Аннотация: Рассмотрены способ получения однородной деформации по длине рабочего участка балки равного сопротивления изгибу и возможность ее применения в составе рабочего эталона деформации. Изложены результаты анализа модели изгиба и конструкции балки равного сопротивления. В фокусе внимания – параметры, входящие в уравнение измерений и связанные с методическими факторами, а также оказывающие влияние на результат измерений относительной деформации. Предметами исследования являются наличие сил контактного трения, неоднородность свойств материала, особый характер приложения нагрузки (изгиб, кручение, наличие остаточных напряжений в теле, геометрические параметры градуировочной балки, ориентация первичных преобразователей на балке, приложение изгибающей нагрузки, измерение прогиба и смещения нейтрального слоя). Установлены преимущества и недостатки применения балки равного сопротивления изгибу для определения характеристик первичных преобразователей деформации при испытаниях, калибровке и поверке. Экспериментально выявлено отклонение сигналов первичных преобразователей, расположенных вне осевого сечения, при ориентации вдоль оси балки и вдоль силовых линий, сходящихся в точке приложения нагрузки. Погрешность, обусловленная ориентацией первичных преобразователей на балке в зависимости от угла между боковыми гранями, может составлять от 0,15 до 0,23 %. Исследование пополнит теоретическую базу знаний о возможности использования консольной балки равного сопротивления как несущего элемента в градуировочных установках. Выводы могут быть полезны для проведения испытаний, калибровки и поверки первичных преобразователей деформации.

Ключевые слова: балка равного сопротивления изгибу, измерение деформации, метрология

Ссылка при цитировании: Трибушевская Л. А., Митрофанов В. В., Осипов Л. Е. Применение установок с балками равного сопротивления изгибу в качестве рабочих эталонов деформации // Эталоны. Стандартные образцы. 2024. Т. 20, № 1. С. 7–15. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-1-7-15>.

Статья поступила в редакцию 28.12.2023; одобрена после рецензирования 10.02.2024; принята к публикации 25.03.2024.

MEASUREMENT STANDARDS

Review article

Application of Installations with Uniform-Strength Beams as Working Deformation Standards

Lydia A. Tribushevskaja, Vladimir V. Mitrofanov, Leonid E. Osipov 

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

✉ form233@uniim.ru

Abstract: A method for obtaining homogeneous deformation along the length of the measuring section of a uniform-strength beam and the possibility of its application as part of a working deformation standard are considered. The results of the analysis of the bending model and the design of a uniform-strength beam are presented. In the focus of attention are the parameters included in the measurement equation and related to methodological factors, as well as influencing the result of relative deformation measurements. The subjects of research are the presence of contact friction forces, heterogeneity of material properties, the special nature of the load application (bending, torsion, the presence of residual stresses in the body, geometrical parameters of the calibration beam, orientation of primary transducers on the beam, application of bending load, measurement of deflection and displacement of the neutral layer). The advantages and disadvantages of using a uniform-strength beam for determining the characteristics of primary strain transducers during testing, calibration, and verification were established. The deviation of signals of primary transducers located outside the axial cross-section when oriented along the beam axis and along the force lines converging at the point of load application was experimentally revealed. The error due to the orientation of the primary transducers on the beam depending on the angle between the lateral faces can range from 0.15 to 0.23 %. The study adds to the theoretical knowledge base on the possibility of using a cantilever uniform-strength beam as a load-bearing element in calibration installations. The conclusions may be useful for testing, calibrating, and verifying primary strain transducers.

Keywords: uniform-strength beam, strain gauges, metrology

For citation: Tribushevskaja L. A., Mitrofanov V. V., Osipov L. E. Application of installations with uniform-strength beams as working deformation standards. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2024;20(1):7–15. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-1-7-15>.

The article was submitted 28.12.2023; approved after reviewing 10.02.2024; accepted for publication 25.03.2024.

Введение

Контроль параметров работы и состояния деталей и узлов машин, инфраструктурных объектов и сооружений, например – мостов, тоннелей, трубопроводов, а также гражданских и промышленных зданий важен для обеспечения безопасности и надежности производственной и социальной инфраструктуры. Один из основных параметров, подлежащих определению, – механическое напряжение, значения которого принято определять путем измерения механических деформаций [1]. Гетерогенность объектов измерений обуславливает совершенно различные требования к средствам измерений деформации и, соответственно, методам измерений в зависимости от особенностей конструкций, условий их эксплуатации, размеров и материалов, из которых они изготовлены, и других характеристик.

Создание средств измерений не решает в целом проблему обеспечения достоверности результатов измерений деформаций/напряжений, следовательно, не гарантирует надежность и качество производимых изделий и объектов. Исследование метрологических характеристик средств и методик измерений невозможно без эталонов и методов, позволяющих воспроизводить единицу величины в условиях ее дальнейшего измерения. Например, средства измерений деформации полного поля (тензорезисторы, оптоволоконные датчики, измерители и т. д.), особенностью градуировки которых является использование стандартного образца материала в виде артефакта или средства сравнения, обладающего установленным механическими свойствами [2]. Известные классические кинематические схемы градуировочных установок выполнены по принципу чистого

изгиба балки постоянного сечения или равного сопротивления. Установки с балками постоянного сечения имеют широкое распространение как в качестве испытательных, так и эталонных [3, 4, 5, 6]. Дополнительно требования к ним можно найти в стандартах ASTM E251 92(2009), AIA/NAS942 1964, BS6888:1988.

Что касается балок равного сопротивления (БРС), то в данной области исследований на данный момент очевидно недостаточно информации и глубины проработки. Несмотря на кажущийся элементарный конструктив БРС, существуют (а) сложность создания математических моделей на основании методов компьютерного моделирования и (б) невозможность с высокой точностью определить расчетным методом воспроизводимую деформацию. В работах [6, 7] авторами предложена аналитическая модель измерений, построенная на основании сочетания конечно-элементного анализа и имитационного эксперимента. Исследуемые модели полностью учитывают влияние угла прогиба на результаты расчета деформации и доказывают нелинейную зависимость между прогибом и деформацией. Результаты анализа неопределенности указывают на значимую составляющую, обусловленную несоответствием теоретической модели практическим результатам, и может достигать 6% при прогибе 5000 мкм, что является аргументом в пользу градуировки БРС посредством эталонов.

В данной работе подняты вопросы, касающиеся способа получения однородной деформации по длине рабочего участка балки равного сопротивления изгибу и возможности применения в качестве рабочих эталонов деформации. Соответственно, сформулированы цели исследования:

- провести анализ модели изгиба и конструкции балки равного сопротивления;
- определить основные причины неравномерности деформационного поля балки переменного сечения при определении характеристик первичных преобразователей деформации при испытаниях, калибровке и поверке;
- экспериментально исследовать и доказательно обосновать влияние угла между боковыми гранями БРС при ориентации первичных преобразователей вдоль оси балки и вдоль силовых линий.

Материалы и методы исследования

Предметом исследования является балка прямоугольного сечения с консольным нагружением, момент инерции сечения которой пропорционален изгибающему моменту (удалению от точки приложения силы) при постоянной по длине толщине. Тогда рабочая область

балки представляет собой треугольник с вершиной в точке приложения силы (рис. 1).

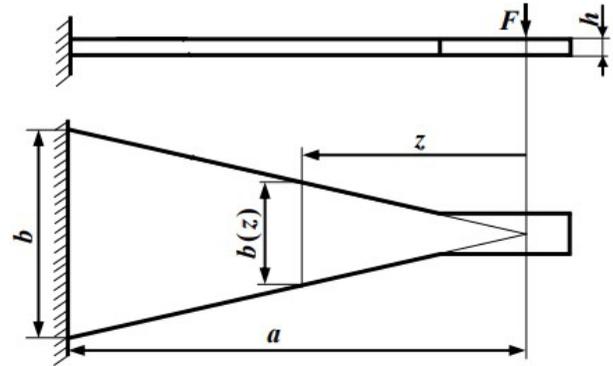


Рис. 1. Принципиальная схема БРС:

z – расстояние от точки приложения нагрузки до искомого сечения, мм; a – расстояние от заделки до точки приложения нагрузки, мм; b – ширина широкого края балки, мм; h – толщина балки, мм; F – нагрузка, Н

Fig. 1. Schematic diagram of the coupling system:

z – the distance from the point of load application to the desired section, mm; a – the distance from the rigid fixing to the point of load application, mm; b – the width of the wide edge of the beam, mm; h – beam thickness, mm; F – force, N

Балки равного сопротивления изгибу благодаря простоте кинематической схемы, отсутствию сложных опор трения-качения и небольшим размерам могут быть размещены в камерах, воспроизводящих специальные условия эксплуатации, для исследований средств измерений в условиях, отличных от нормальных. К преимуществам БРС можно также отнести высокие показатели надежности и, соответственно, возможность применения БРС в стендах на испытания на цикловую усталость, а относительная дешевизна их изготовления делает их доступными в качестве средств входного контроля на предприятиях.

Конструкции рассматриваемых в данной статье БРС соответствуют применяемым на практике (жесткая заделка широкого края балки, нагружение посредством микровинта или грузами известной массы, толщина балок от 2 до 6 мм, угол между боковыми гранями от 15° до 25°).

В основу уравнения измерений положена теория изгиба балки Эйлера-Бернулли [8, 9]. Согласно данной теории, принимаются допущения:

- деформация сдвига слоев относительно друг друга не учитывается (сечения балки, плоские и нормальные к оси до деформации, остаются после деформации плоскими и нормальными к изогнутой оси балки);
- балка предполагается нерастяжимой (перемещение и деформации предполагаются малыми);

– размеры сечения балки предполагаются малыми по сравнению с радиусом кривизны балки;

– материал рассматривается как линейно упругий согласно закону Гука.

Из этого следует, что деформация ε_z распределена по высоте сечения по линейному закону. В соответствии с законом Гука, механическое напряжение σ также распределено по линейному закону, где коэффициент пропорциональности E – модуль Юнга (модуль упругости). В сечении балки возникает изгибающий момент M . На сечение действует распределенная нагрузка F .

В общем виде для случая изгиба используются выражения:

– деформации:

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E}, \quad (1)$$

– закона Гука:

$$\sigma = \frac{M}{W}, \quad (2)$$

– изгибающего момента силы:

$$M = F \cdot z, \quad (3)$$

– момента сопротивления:

$$W = \frac{b(z) \cdot h^2}{6}. \quad (4)$$

После подстановки в выражение (1) получим зависимость деформации от нагрузки:

$$\varepsilon = \frac{6 \cdot a \cdot F}{b \cdot h^2 \cdot E}, \quad (5)$$

где ε – деформация балки, млн^{-1} ; σ – нормальное механическое напряжение, Н/м^2 ; M – изгибающий момент силы, $\text{Н} \cdot \text{м}$; W – момент сопротивления, м^3 ; F – нагрузка, Н ; z – расстояние от точки приложения нагрузки до искомого сечения, мм ; a – расстояние от заделки до точки приложения нагрузки, мм ; b – ширина широкого края балки, мм ; h – толщина балки, мм ; E – модуль упругости I рода, Н/мм^2 .

На практике для определения расчетного значения деформации используется значение прогиба балки. Так по результатам анализа тонких балок с переменным поперечным сечением при больших нелинейных упругих деформациях выведена функция зависимости деформации от прогиба балки [10, 11, 12]:

$$\varepsilon = \frac{h}{a^2} \omega, \quad (6)$$

где ε – деформация балки, млн^{-1} ; ω – прогиб балки в точке приложения нагрузки, мм .

Анализу и экспериментальным исследованиям подлежали как параметры, которые входят в уравнение измерения, так и параметры, связанные с методическими факторами и оказывающие влияние на результат измерений относительной деформации.

Результаты исследования

Так как первичные преобразователи являются изделиями разовой установки (рис. 2), они характеризуются выборочным средним значением характеристики (например, чувствительности) и средним квадратическим отклонением, которые определяются по выборке из партии. Это формирует требование к соответствию площади градуировочной балки суммарной площади выборки первичных преобразователей с учетом необходимой дополнительной площади для их монтажа с целью минимизации влияния факторов окружающей среды и установки в условиях воспроизводимости. По площади контакта первичного преобразователя с градуировочной балкой происходит усреднение измеряемой деформации. Поэтому при разработке эталонной установки необходимо на этапе конструирования определиться с требуемыми размерами рабочей зоны и обеспечением равномерности деформационного поля в пределах этой зоны.

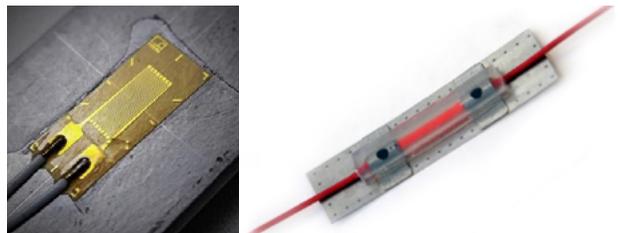


Рис. 2. Общий вид первичных преобразователей деформации

Fig. 2. General view of primary strain transducers

Основные причины неравномерности деформационного поля балки

Неравномерность деформационного поля – важная характеристика эталонной установки. Рассмотрим детально основные причины неравномерности деформационного поля балки.

Неоднородность свойств материала и наличие остаточных напряжений в теле. Неравномерность деформационного поля обусловлена процессом изготовления исходного проката, используемого для градуировочной балки. При упругопластическом деформировании поликристаллических материалов вследствие структурной неоднородности, обусловленной различной

ориентацией отдельных зерен и технологической обработкой, возникает неоднородность деформации поликристалла. Остаточные напряжения в упругих телах появляются по разным причинам, среди которых – механическая обработка или пластическая деформация в одной какой-либо части тела, холодная обработка материала прокаткой или протяжкой, нагрев при неравномерном охлаждении, закаливании [13]. Практически независимо от вида нагружения, для одного и того же материала характер неоднородности при статическом и длительном статическом нагружении сохраняется. Внутризеренная неоднородность порождает неравномерность макродеформации на отдельных малых участках деформируемого образца [14].

Наличие сил контактного трения. Данная причина на неравномерности деформационного поля связана с процессом механической обработки при изготовлении градуировочной балки. Широко распространен способ изготовления деталей путем обработки металлов давлением. Любой процесс листовой и объемной штамповки сопровождается неравномерностью деформации. Пластическая деформация влияет на циклическую прочность как на микроуровне, изменяя плотность и структуру дефектов кристаллической решетки, так и на макроуровне, когда в силу неравномерности деформации в объеме штампуемой заготовки возникают и остаются остаточные микродеформации решетки. Кроме того, контакт инструмента с заготовкой изменяет характер поверхностных микронеровностей и состояние приповерхностных слоев материала балки [15].

Особый характер приложения нагрузки (изгиб, кручение). Высокие требования к нагружающему стенду, его кинематике и геометрии обусловлены высокими требованиями к неравномерности деформационного поля. Отклонение от теоретической модели является причиной возникновения сложного вида деформации вместо ожидаемого изгиба и, как следствие, – несоответствия теоретического уравнения деформации практическому результату [6, 7].

Геометрические параметры градуировочной балки. Непараллельность и неплоскостность граней градуировочной балки являются источниками расхождений в значениях моментов инерции в сечениях балки по длине балки и, как следствие, неравномерного деформационного поля. Данный влияющий фактор обусловлен тем, что геометрические параметры входят в уравнение измерения.

Ориентация первичных преобразователей на балке. Заданное значение деформации воспроизводится вдоль продольной оси балки. Имеет место также и поперечная

деформация, обусловленная эффектом Пуассона и другими факторами. В связи с этим ориентация первичных преобразователей на балке является одним из ответственных моментов при монтаже, а допускаемые отклонения от заданного направления нормируются в технической документации. Для оценки влияния отклонения оси преобразователя от установленного направления и определения условий ориентации на балке применялась концепция силовых линий. Силовые линии (СЛ) – траектории передачи нагрузки от точки к точке в объеме детали, их совокупность есть силовой поток. Силовые линии напряжений непрерывны и не обрываются в какой-либо точке. Факт их разрыва означал бы начало разрушения материала [16]. Число силовых линий одинаково в любом сечении детали. Плотность силового потока и число силовых линий на единицу площади поперечного сечения определяет напряжение. Применение концепции силовых линий в описании формальных полей напряжений и деформаций поверхности БРС позволило предположить некорректность общепринятой схемы монтажа преобразователей, а именно – параллельно оси балки – и подтвердить данное предположение путем эксперимента (рис. 3). Рассмотрим вариант расположения силовых линий главных напряжений по всему рабочему полю балки. На краях изгибаемой пластины трапецевидной формы векторы напряжений типа «растяжение – сжатие» могут быть направлены только параллельно краям.

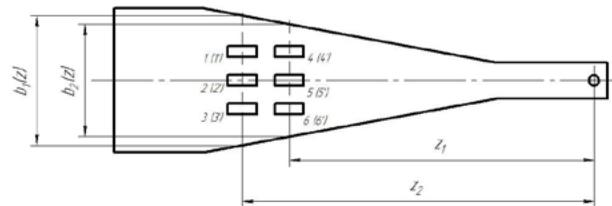


Рис. 3. Схема монтажа первичных преобразователей деформации по инструкции предприятия:

z_1, z_2 – расстояние от точки приложения нагрузки до искомого сечения, мм;

$b_1(z), b_2(z)$ – ширина относительно широкого края балки от точки приложения нагрузки до искомого сечения, мм; $1(1') \dots n(n')$ – номер преобразователя деформации при растяжении (сжатии')

Fig. 3. Installation scheme of primary strain transducers according to the company's instructions:

z_1, z_2 – the distance from the point of the load application to the desired section, mm;

$b_1(z), b_2(z)$ – the width of the relatively wide edge of the beam from the point of the load application to the desired section, mm; $1(1') \dots n(n')$ – number of tensile (compression') strain transducer

То есть силовые линии в рабочей зоне должны быть прямолинейны, эквидистантны и сходиться в точке приложения изгибающей силы. Из этого следует, что в любом поперечном сечении балки векторы нормальных напряжений и деформаций (растяжение – сжатие) не перпендикулярны плоскости этих сечений и, следовательно, в них возникают тангенциальные напряжения, что приводит к ужесточению требований к точности ориентации осей чувствительности преобразователей деформации.

График зависимости отклонения выходных сигналов первичных преобразователей от деформации представлен на рис. 4.

График показывает, что разность выходных сигналов преобразователей достигает 120 мкОм/Ом при значениях деформации 1 000 млн⁻¹. Разница значений сигналов преобразователей правой и левой частей балки обусловлена разностью координат положения по оси балки. К тому же использовались преобразователи с базой 5 и 7 мм, соответственно отмечена различная степень усреднения измеряемой деформации. Таким образом, погрешность, обусловленная ориентацией первичных преобразователей на балке в зависимости от угла между боковыми гранями, может составлять от 0,15 до 0,23 %, а среднее квадратическое отклонение не превышает 0,7 %.

Результаты экспериментальных исследований показали отклонение сигналов первичных преобразователей, расположенных вне осевого сечения при ориентации вдоль оси балки и вдоль силовых линий, сходящихся

в точке приложения нагрузки. Следовательно, предусмотренное в локальной поверочной схеме минимальное значение предела допускаемых доверительных границ погрешности градуировки рабочего эталона в соответствии с МИ 223092 составляет 1,5 %.

Также необходимо отметить, что механизм силового воздействия, или передачи нагрузки БРС, является дополнительным источником погрешности в части определения корректной разметки БРС.

Приложение изгибающей нагрузки. Для изгиба БРС применяются микровинт (перемещение подвижного штока воспроизводит необходимый прогиб балки), кулачковый механизм и прямое нагружение грузами на подвесе. Следует отметить, что последний способ нагружения БРС находит самое широкое применение: он удобен при размещении БРС в климатических камерах, не требует в своем составе сложных механизмов, обеспечивающих воспроизведение прогиба с высокой точностью, а прикладываемая нагрузка остается независимой от температуры окружающего воздуха. При проектировании БРС необходимо выбрать оптимальное соотношение «масса груза – толщина балки – воспроизводимая деформация». Для малогабаритных балок, нагружаемых вручную, небольшие значения толщины являются причиной существенных значений прогиба при нагружении и, соответственно, приводят к невозможности оценить с высокой точностью длину плеча изгибающей силы. По результатам расчета для деформации 3 000 млн⁻¹ для БРС толщиной 2 мм и длиной 30 мм изменение расстояния

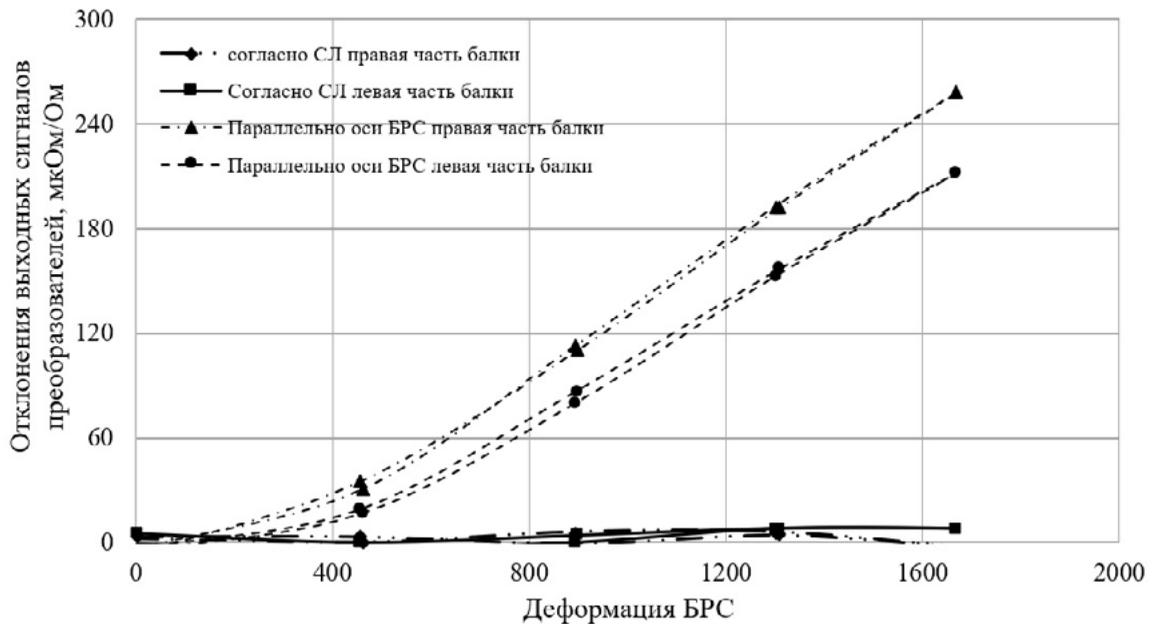


Рис. 4. Отклонения от сигналов преобразователей, расположенных по оси балки

Fig. 4. Deviations from the signals of transducers located along the beam axis

до точки приложения нагрузки, обусловленное изгибом балки, составит 0,074 мм (при пересчете в единицы деформации составит 0,25%). Это расстояние должно учитываться при вычислении поправки в величину изгибающего момента по всей длине балки с учетом составляющей горизонтальной проекции ширины балки, обусловленной эффектом Пуассона. Такой способ оценки деформации – посредством использования грузов известной массы – рассмотрен в [17]. Стоит отметить, что экспериментальные результаты согласуются с результатами моделирования, а максимальная погрешность измерения деформации составила 7,4%.

Измерение прогиба. Метод оценки деформации посредством измерения прогиба балки является приоритетным, однако конец фактической балки равного сопротивления имеет конструктивное расширение для обеспечения нагружения, и прогиб расширенной области меньше расчетного прогиба. К тому же изгиб балки приводит к смещению точки измерения прогиба, что вносит ошибки в результат измерений. Таким образом, положение измерения прогиба оказывает существенное влияние на результат расчета деформации. Авторы статьи [6] определили оптимальное положение измерения прогиба согласно результатам численного моделирования. Оптимальное положение находилось на стыке эффективной рабочей зоны и зоны расширения балки.

Смещение нейтрального слоя. Значительный изгиб балки также становится причиной смещения нейтрального слоя, так как приложенная сила не перпендикулярна касательной к балке и может быть разложена на две взаимно перпендикулярные составляющие. Составляющая, перпендикулярная плоскости сечения, создает в сечении балки дополнительное растяжение и соответствующее нормальное напряжение. Поперечное сечение находится в плоскости, перпендикулярной нейтральной оси балки, т. к. в соответствии с принципом минимума потенциальной энергии момент сопротивления сечения должен иметь минимальное значение. Тогда распределение напряжений в балке происходит не по линейному закону, а по гиперболическому, и, поскольку сумма нормальных усилий, распределенных по поперечному сечению, равняется нулю, можно заключить, что нейтральная ось перемещается от центра тяжести по направлению к центру кривизны оси балки. В итоге это приводит к неравенству по модулю значений деформации растяжения – сжатия на поверхности балки.

Заключение

В рамках данной работы экспериментально исследованы способы получения однородной деформации

по длине рабочего участка и возможности применения балок равного сопротивления изгибу в качестве рабочих эталонов деформации. По итогам представлены следующие данные:

- результаты анализа модели изгиба и конструкции балки равного сопротивления изгибу;
- параметры, входящие в уравнение измерения и связанные с методическими факторами, а также оказывающие влияние на результат измерений деформации;
- рассмотрены основные причины неравномерности деформационного поля балки переменного сечения при определении характеристик первичных преобразователей деформации;
- отклонения сигналов первичных преобразователей, расположенных вне осевого сечения при ориентации вдоль оси балки и вдоль силовых линий, сходящихся в точке приложения нагрузки по результатам эксперимента. Погрешность, обусловленная ориентацией первичных преобразователей на балке в зависимости от угла между боковыми гранями, может составлять от 0,15 до 0,23%.

Дополнительно можно сделать вывод о том, что установление метрологических характеристик БРС с помощью компаратора с установленными характеристиками на балках чистого изгиба позволяет (а) выявить разницу деформации верхних и нижних волокон, (б) определить отклонения при ориентации первичных преобразователей для реальной разметки балки, (в) определить поправки для каждой ступени нагружения.

Полученные результаты могут быть использованы для накопления и расширения теоретической базы знаний о возможности использования консольной балки равного сопротивления как несущего элемента в градуировочных установках. Помимо прочего, эти данные могут быть полезны при определении технических и метрологических характеристик первичных преобразователей деформации при испытаниях, калибровке и поверке.

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: Автор заявляет об отсутствии конфликта интересов.

Conflict of interests: The author declares no conflict of interest.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Development of a novel adaptive range strain sensor for structural crack monitoring / Z. Jia [et al.] // *Journal of Marine Science and Engineering*. 2022. Vol. 10. P. 1710. <https://doi.org/10.3390/jmse10111710>
2. Chen G., Liu H., Gao R. Calibration technology of optical fiber strain sensor // *Journal of Shanghai Jiaotong University (Science)*. 2022. Vol. 28. P. 551–559. <https://doi.org/10.1007/s12204-022-2406-9>
3. Применение оптоволоконных технологий при создании встроенных систем самодиагностики авиационных конструкций / А. Н. Серьезнов [и др.] // *Системы анализа и обработки данных*. 2016. Т. 64, № 3. С. 95–105.
4. Zubin D. Theoretical design of calibration beams for strain gauge factor measuring apparatus // *Strain*. 1998. Vol. 34. P. 99–107. <https://doi.org/10.1111/j.1475-1305.1998.tb01092.x>
5. Standard stand for determining the metrological characteristics of resistance strain gages / V. S. Volobuev [et al.] // *Measurement Techniques*. 2000. Vol. 43. P. 1052–1056. <https://doi.org/10.1023/A:1010939718310>
6. Calibration model optimization for strain metrology of equal strength beams using deflection measurements / Y. Yan [et al.] // *Sensors*. 2023. Vol. 23, № 6. P. 3059. <https://doi.org/10.3390/s23063059>
7. Research on a precision calibration model of a flexible strain sensor based on a variable section cantilever beam / Q. Wang [et al.] // *Sensors*. 2023. Vol. 23. P. 4778. <https://doi.org/10.3390/s23104778>
8. Анализ и проектирование конструкций. В 2 т. Т. 7. Ч. 1 / Г. Сендечки, А. Викарио мл., Р. Толанд и др. ; ред. К. Чамис ; Перевод В. В. Васильева ; под ред. Ю. М. Тарнопольского. 1978. 344 с.
9. Манжосов В. К. Лабораторный практикум по сопротивлению материалов. Ульяновск: УлГТУ, 2016. 59 с.
10. Zheng W.-H., Dan D.-H., Cheng W. Calibration of 0.1 μe -level resolution FBG sensor by the equal strength beam // *Journal of Optoelectronics Laser*. 2017. Vol. 28, № 4. P. 365–370. <https://doi.org/10.16136/j.joel.2017.04.0245>
11. Oore S., Oore M. Uniform strength for large deflections of cantilever beams under end point load // *Structural and Multidisciplinary Optimization*. 2009. Vol. 38. P. 499–510. <https://doi.org/10.1007/s00158-008-0291-y>
12. Research on a precision calibration model of a flexible strain sensor based on a variable section cantilever beam / J. Cui [et al.] // *Sensors*. 2023. Vol. 23. P. 4778. <https://doi.org/10.3390/s23104778>
13. Тимошенко С. П. Прочность и колебания элементов конструкций. М.: Наука, 1975. 704 с.
14. Романов А. Н. Разрушение при малоцикловом нагружении. М.: Наука, 1988. 280 с.
15. Пачурин В. Г., Галкин В. В., Пачурин Г. В. Оценка деформационной неоднородности в раскатанных изделиях с клиновым профилем // *Фундаментальные исследования*. 2014. № 11, Ч. 4. С. 765–773.
16. Орлов П. И. Основы конструирования. Справочно-методическое пособие в 3-х книгах. Кн. 1. Изд. 2-е, перераб. и доп. М.: Машиностроение, 1977. 623 с.
17. Tu Y., Gong H., Chen J., Jin Y. Simulation and experimental investigations on the strain measurement of the uniform strength beam using a FBG sensor // *Journal of Physics Conference Series*. 2011. Vol. 276, № 1. P. 012145. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/276/1/012145>

REFERENCES

1. Jia Z., Ma G., Su X., Li Y., Xing C., Ye S. et al. Development of a novel adaptive range strain sensor for structural crack monitoring. *Journal of Marine Science and Engineering*. 2022;10:1710. <https://doi.org/10.3390/jmse10111710>
2. Chen G., Liu H., Gao R. Calibration Technology of optical fiber strain sensor. *Journal of Shanghai Jiaotong University (Science)*. 2022;28:551–559. <https://doi.org/10.1007/s12204-022-2406-9>
3. Serious A. N., Kuznetsov A. B., Lukyanov A. V., Bragin A. A. Application of fiber-optic technologies in the creation of embedded self-diagnosis systems for aircraft structures. *Analysis and data processing systems*. 2016;64(3):95–105. (In Russ.).
4. Zubin D. Theoretical design of calibration beams for strain gauge factor measuring apparatus. *Strain*. 1998;34:99–107.
5. Volobuev V. S., Klokov N. P., Kosov L. I., Kamkova V. D., Minakov V. P., Tikhomirov V. I. Standard stand for determining the metrological characteristics of resistance strain gages. *Measurement Techniques*. 2000;43:1052–1056. <https://doi.org/10.1023/A:1010939718310>
6. Yan Y., Wu Z., Cui J., Chen K., Tang Y., Yang N. Calibration model optimization for strain metrology of equal strength beams using deflection measurements. *Sensors*. 2023;23:3059. <https://doi.org/10.3390/s23063059>
7. Wang Q., Cui J., Tang Y., Pang L., Chen K., Zhang B. Research on a precision calibration model of a flexible strain sensor based on a variable section cantilever beam. *Sensors*. 2023;23:4778. <https://doi.org/10.3390/s23104778>
8. Sendetski G., Vikario A. ml., Toland R. Analysis and design of structures. In 8 vol. of vol. 7. Is. 7. New York: London; 1978. 300 p. (In Russ.).
9. Manzhosov V. K. Laboratory workshop on the resistance of materials. Ulyanovsk: UIGTU; 2016. 59 p. (In Russ.).
10. Zheng W., Dan D., Cheng W. Calibration of 0.1 μe -level resolution FBG sensor by the equal strength beam. *Journal of Optoelectronics Laser*. 2017;28(4):365–370. <https://doi.org/10.16136/j.joel.2017.04.0245>
11. Oore S., Oore M. Uniform strength for large deflections of cantilever beams under end point load. *Structural and Multidisciplinary Optimization*. 2009;38:499–510. <https://doi.org/10.1007/s00158-008-0291-y>

12. Cui J., Tang Y., Pang L., Chen K., Zhang B. Research on a Precision Calibration Model of a Flexible Strain Sensor Based on a Variable Section Cantilever Beam. *Sensors*. 2023;23:4778. <https://doi.org/10.3390/s23104778>
13. Timoshenko S. P. Strength and vibrations of structural elements. Moscow: Nauka; 1975. 704 p. (In Russ.).
14. Romanov A. N. Destruction under low-cycle loading. Moscow: Nauka; 1988. 280 p. (In Russ.).
15. Pachurin V. G., Galkin V. V., Pachurin G. V. Assessment of deformation heterogeneity in rolled products with a wedge profile. *Fundamental research*. 2014;11(4):765–773. (In Russ.).
16. Orlov P. I. Fundamentals of design. A reference manual in 3 books. Book 1. 2nd ed. Moscow: Mashinostroenie; 1977. 623 p. (In Russ.).
17. Tu Y., Gong H., Chen J., Jin Y. Simulation and experimental investigations on the strain measurement of the uniform strength beam using a FBG sensor. *Journal of Physics Conference Series*. 2011;276(1):012145.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

ASTM E251 92 Standard test methods for performance characteristics of metallic bonded resistance strain gages. 2009. Available at: <https://www.astm.org/e0251-92r09.html> [Accessed 13 September 2023].

AIA/NAS – NAS942 Strain gages, bonded resistance. 2021. Available at: <https://standards.globalspec.com/std/9987360/NAS942> [Accessed 13 September 2023].

BS6888:1988 Methods for calibration of bonded electrical resistance strain gauges. Available at: <https://standards.globalspec.com/std/879593/BS%206888> [Accessed 13 September 2023].

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Трибушевская Лидия Александровна – и. о. заведующего лабораторией метрологии силы, массы и линейно-угловых величин УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» 620075, Россия, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, д. 4
e-mail: form233@uniim.ru
Researcher ID: ABI-7037-2020

Митрофанов Владимир Витальевич – инженер лаборатории метрологии силы, массы и линейно-угловых величин УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» 620075, Россия, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, д. 4
e-mail: form233@uniim.ru

Осипов Леонид Евгеньевич – инженер лаборатории метрологии силы, массы и линейно-угловых величин УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» 620075, Россия, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, д. 4
e-mail: osipovle@uniim.ru
ResearcherID: ABB-6879-2020
<https://orcid.org/0000-0003-1106-8038>

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Lydia A. Tribushevskaya – Acting Head of the laboratory of metrology of force, mass and linear-angular magnitudes, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology 4 Krasnoarmeyskaya str., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: form233@uniim.ru
Researcher ID: ABI-7037-2020

Vladimir V. Mitrofanov – Engineer of the laboratory of metrology of force, mass and linear-angular magnitudes, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology 4 Krasnoarmeyskaya str., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: form233@uniim.ru

Leonid E. Osipov – Engineer of the laboratory of metrology of force, mass and linear-angular magnitudes, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology 4 Krasnoarmeyskaya str., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: osipovle@uniim.ru
ResearcherID: ABB-6879-2020
<https://orcid.org/0000-0003-1106-8038>

ЭТАЛОНЫ

Обзорная статья
УДК 53.089.68
<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-1-17-30>



Комплексы ГЭТ 17/1–КВИ и ГЭТ 17/2–КВН из состава Государственного первичного эталона единиц динамической и кинематической вязкости жидкости ГЭТ 17–2018

А. А. Демьянов  

ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия
 A.A.demyanov@vniim.ru

Аннотация: Вязкость – важнейшее свойство жидких сред, определяющее их качество, а также возможности их переработки и транспортировки. Измерения вязкости выполняются во многих отраслях промышленности для управления технологическими процессами, в которых вязкость является одним из контролируемых параметров конечного продукта. Точность измерений вязкости важна также в медицине и биологии, для организации исследований новых материалов.

Настоящая статья в жанре обзора поднимает вопросы измерения вязкости жидкости капиллярным методом, раскрывает факторы и причины, обосновывающие становление капиллярного метода как основного метода высокоточных измерений, который нашел применение во многих странах.

Автор приводит описание двух эталонных комплексов из состава Государственного первичного эталона единиц динамической и кинематической вязкости жидкости ГЭТ 17–2018. Первого – ЭК ГЭТ 17/1-КВИ, предназначенного для воспроизведения, хранения и передачи единицы кинематической вязкости в диапазоне значений температуры от 20 до 40 °С. Второго – ЭК ГЭТ 17/2-КВН, предназначенного для воспроизведения, хранения и передачи единицы кинематической вязкости в диапазонах значений температуры от –40 до +20 °С и от 40 до 150 °С. В фокусе внимания – принцип работы и основные метрологические характеристики данных эталонных комплексов, а также результаты международных ключевых сличений с их участием.

В перспективе материалы исследования могут оказать влияние при определении вектора развития средств и методов измерения вязкости жидкости.

Ключевые слова: воспроизведение единицы, капиллярный метод, кинематическая вязкость, метод Step Up, сличения, эталон

Ссылка при цитировании: Демьянов А. А. Комплексы ГЭТ 17/1–КВИ и ГЭТ 17/2–КВН из состава Государственного первичного эталона единиц динамической и кинематической вязкости жидкости ГЭТ 17–2018 // Эталоны. Стандартные образцы. 2024. Т. 20, № 1. С. 17–30. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-1-17-30>.

Статья поступила в редакцию 17.01.2024; одобрена после рецензирования 26.02.2024; принята к публикации 25.03.2024.

MEASUREMENT STANDARDS

Review article

Complexes GET 17/1–KVI and GET 17/2–KVN from GET 17–2018 State Primary Standard of Dynamic and Kinematic Liquid Viscosities

Aleksey A. Demyanov  

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

 A.A.demyanov@vniim.ru

Abstract: Viscosity is the most important property of liquid medium, determining the quality, as well as the possibility of their processing and transportation. Viscosity measurements are performed in many industries to control technological processes in which viscosity is one of the controlled parameters of the final product. Accuracy of viscosity measurements is also necessary in medicine and biology to organize research for new materials.

This review article raises issues of measuring liquid viscosity using the capillary method, reveals the factors and reasons justifying the emergence of the capillary method as the main method of high-precision measurements used in many countries.

The author describes two standard complexes from GET 17–2018 State Primary Standard of Dynamic and Kinematic Liquid Viscosities. The first is EK GET 17/1-KVI designed for reproducing, storing, and transmitting a unit of kinematic viscosity in the temperature range from 20 to 40 °C. The second is EK GET 17/2-KVN designed for reproducing, storing, and transmitting a unit of kinematic viscosity in the temperature ranges from –40 to +20 °C and from 40 to 150 °C. The focus is on the operating principle and main metrological characteristics of these reference complexes, as well as the results of international key comparisons involving them.

In the future, the research materials may influence the development vector of means and methods for measuring liquid viscosity.

Keywords: reproduction of unit, capillary method, kinematic viscosity, Step Up method, comparisons, standard

For citation: Demyanov A. A. Complexes GET 17/1–KVI and GET 17/2–KVN from GET 17–2018 State Primary Standard of Dynamic and Kinematic Liquid Viscosities. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2024;20(1):17–30. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-1-17-30>

The article was submitted 17.01.2024; approved after reviewing 26.02.2024; accepted for publication 25.03.2024.

Введение

Эмпирическая база

Вязкость – физическая характеристика, которая описывает сопротивление жидкости или газа потоку. Она играет важную роль в различных производственных сферах, таких как нефтяная [1–4] и газовая [5–7] промышленность, химическая индустрия, пищевая промышленность [8], медицина [9–11] и технологии покрытий. Вязкость является ключевым свойством жидких сред, определяющим их качество, возможность переработки и транспортировки [12–15]. Средства измерений вязкости используются для контроля вязкости, например, следующим образом:

- в нефтяной промышленности – для наблюдения за ухудшением состояния моторного масла [16];
- в фармацевтике – для обеспечения смешиваемости лекарств и крови [17];
- в области биомедицинской диагностики – для анализа биологических жидкостей (в частности – слюны и мочи) [18–20];
- в пищевой промышленности рисоводы применяют экспресс-анализ вязкости в качестве показателя качества риса; кривые вязкости пригодны также для прогнозирования сенсорных свойств образца риса или технологических свойств риса при использовании в качестве ингредиента [21].

Номенклатура средств измерений

Наиболее распространенные приборы для определения динамической и кинематической вязкости – вискозиметры – как правило, подразделяют на четыре типа:

- 1) вискозиметры с капиллярной трубкой [22–24];
- 2) с падающим шариком [25–26];
- 3) ротационные [27–28];
- 4) вибрационные [29].

Чашечные [30] и аэрогидродинамические [31] вискозиметры упомянем в числе прочих.

Капиллярные вискозиметры и вискозиметры с падающим шариком оценивают вязкость путем измерения времени движения жидкости или падающего объекта. Принцип работы ротационных и вибрационных вискозиметров основан на измерении приложенного усилия при различных скоростях сдвига. Обычно вискозиметры обладают высокой точностью измерений вязкости, но для получения надежных и точных результатов им требуется большой объем образца.

По сведениям ФГИС «Аршин»¹, в настоящее время в Российской Федерации зарегистрировано около 250 утвержденных типов средств измерений вязкости. Номенклатура этих средств измерений разнообразна: капиллярные вискозиметры, применяемые в лабораториях контроля качества продукции; ротационные лабораторные и поточные приборы, шариковые и колебательные, используемые для контроля вязкости в потоках транспортируемой по трубопроводам жидкости. Диапазоны измерений вязкости указанных приборов лежат в пределах от 1,0 до $1 \cdot 10^9$ мПа·с и более – для динамической вязкости; от 0,2 до $1 \cdot 10^5$ мм²/с – для вязкости кинематической.

ГЭТ 17-2018: этапы формирования

Единство измерений вязкости обеспечивается в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений вязкости жидкости², утвержденной приказом Росстандарта № 2622³.

¹ Утвержденные типы средств измерений // Федер. информац. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4> (дата обращения: 17.10.2023).

² ГОСТ 8.025–96 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений вязкости жидкостей = State system for ensuring the uniformity of measurements. State verification schedule for means measuring viscosity of liquids. М. : ИПК Издательство стандартов, 1997. 8 с.

³ Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений вязкости жидкостей : Приказ от 05 ноября 2019 г. № 2622 // Федер. информац. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://www.rst.gov.ru/portal/gost/home/activity/documents/orders#/order/126301> (дата обращения: 17.10.2023).

Во главе поверочной схемы стоит Государственный первичный эталон единиц динамической и кинематической вязкости жидкости (ГЭТ 17–2018)⁴, от которого размер единицы вязкости передается рабочим эталонам 1-го и 2-го разрядов и далее от них – средствами измерений.

Разработка ГЭТ 17–2018 (до 2018 г. исходное наименование «ГЭТ 17») в период с 1938 по 1946 гг. началась с исследования классических методов измерения вязкости, а именно:

- капиллярного метода;
- метода падающего (катящегося) шара – метода Стокса;
- ротационного метода;
- вибрационного, или колебательного, метода;
- условного метода.

В результате проведенных коллективом Всесоюзного научно-исследовательского института метрологии (ныне ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева») исследований была обоснована целесообразность принятия капиллярного метода для создания Государственного первичного эталона (ГПЭ). По сравнению с другими методами капиллярный метод показал более высокую точность измерений вязкости жидкостей и применимость в широком диапазоне значений температуры [32–34].

За основу ГПЭ взяты вискозиметры капиллярные стеклянные эталонные со свободным истечением, или как они еще называются – вискозиметры с «висячим уровнем». Данный тип приборов калибруют по методу Step up [35], который представляет собой последовательную ступенчатую калибровку каждой группы вискозиметров путем определения постоянной C с использованием градуировочных жидкостей. Для калибровки первой и второй групп вискозиметров в качестве градуировочной жидкости используют свежеперегнанную дважды дистиллированную воду, вязкость которой принимают за опорное значение в соответствии с ГОСТ 21727–76⁵. Большое преимущество вискозиметров капиллярных стеклянных эталонных в том, что они отличаются простотой конструкции, относительно дешевы и требуют малого количества исследуемой жидкости, что позволяет ее лучше термостатировать.

⁴ ГЭТ 17–2018 Государственный первичный эталон единиц динамической и кинематической вязкости жидкости / Институт-хранитель ВНИИМ ИМ. Д. И. Менделеева // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/947620> (дата обращения: 17.10.2023).

⁵ ГОСТ 21727–76 Вода. Вязкость при температуре 20 °С = Water. Viscosity of water at 20 °С. М. : Издательство стандартов, 1976. 3 с.

До 2019 г. метрологическое обеспечение средств измерений для исследования вязких, вязкоупругих и вязкоупругих пластичных сред располагало стандартными образцами вязкости жидкости, аттестованными в диапазоне значений температуры от 20 до 100 °С.

В результате выполнения комплекса научно-исследовательских работ, проведенных при совершенствовании ГЭТ 17–96, его функциональные возможности позволили воспроизводить единицу кинематической вязкости в диапазоне значений температуры от –40 до +150 °С, а также в области избыточных давлений до 4 МПа, со средним квадратическим отклонением (СКО) результата измерений, не превышающим $1,5 \cdot 10^{-4}$, и неисключенной систематической погрешностью (НСП), не превышающей $2,2 \cdot 10^{-3}$, в области нормальных значений давления и температуры от 20 до 100 °С и с СКО результата измерений, не превышающим $7 \cdot 10^{-4}$, и НСП, не превышающей $4,4 \cdot 10^{-3}$, в области избыточных значений давления до 4 МПа, значений температуры от –40 до +20 °С и от 40 до 150 °С [36–37].

Актуальность

В мировой метрологии не ослабевает интерес к расширению функциональных возможностей средств измерений вязкости жидкости. В последние 10 лет значительно расширился спектр средств измерений (СИ), позволяющих проводить измерения динамической и кинематической вязкости жидкости в широком диапазоне значений температуры. Все эти СИ требуют соответствующих средств поверки – стандартных образцов, аттестованные значения вязкости которых прослеживаются к соответствующему ГПЭ.

В Российской Федерации период с 2015 по 2019 гг. проведены работы по очередному совершенствованию ГЭТ 17–96 во исполнение требований Распоряжения Правительства РФ № 737-р⁶. В частности, пункт 3 раздела III указанного распоряжения констатировал, что Российская Федерация отставала от уровня передовых государств (а) по ряду областей измерений (в том числе, измерений вязкости) и (б) по периодичности обновления национальных эталонов.

Указанные выше факты предопределили актуальность данной статьи и данных исследований, направленных на подтверждение полученных

при совершенствовании ГЭТ 17–2018 обновленного ГЭТ 17/1–КВИ и разработанного ГЭТ 17/2–КВН. Цель работы – на основе литературных данных и результатов ключевых сличений провести анализ капиллярного метода измерений вязкости и обосновать полученные в ходе совершенствования ГЭТ 17–2018 метрологические характеристики ЭК ГЭТ 17/2–КВН.

Полученные выводы предоставят возможности для изучения системы концепций, установления причины появления капиллярного метода в качестве основного метода и формулирования плана дальнейшего совершенствования системы обеспечения единства измерений вязкости жидкостей в Российской Федерации.

Материалы и методы

Состав, принцип действия, метрологические характеристики ГЭТ 17–2018

Усовершенствованный ГЭТ 17–2018, возглавляющий актуализированную ГПЭ, представляет собой сложный комплекс аппаратуры, реализующей следующие методы воспроизведения единицы вязкости:

- капиллярный: единица кинематической вязкости в диапазоне значений температуры от –40 до +150 °С;
- вибрационный: единица динамической вязкости в потоке жидкости;
- метод падающего (катящегося) шара: единицы динамической и кинематической вязкости при избыточных значениях давления.

Пересчет значений динамической и кинематической вязкости производится с применением значений плотности исследуемой жидкости при заданных значениях температуры и давления. Значения плотности определяются с применением ГЭТ 18–2014⁷, рабочих эталонов единицы плотности и высокоточных средств измерений.

На основе анализа существующих методов измерений вязкости и исходя из измерительных возможностей для обеспечения воспроизведения единицы вязкости в диапазоне значений температуры от –40 до +150 °С выбран капиллярный метод. Данный метод наиболее оптимальный и научно обоснованный, обладает высокой точностью и большим диапазоном воспроизведения единицы вязкости, а также широкими возможностями по установке и поддержанию температурных условий измерений [38–40].

⁶ 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/> (дата обращения: 17.10.2023).

⁷ ГЭТ 18–2014 Государственный первичный эталон единицы плотности / Институт-хранитель ВНИИМ им. Д. И. Менделеева // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397864> (дата обращения: 17.10.2023).

В качестве эталонного метода воспроизведения единицы в диапазоне значений температуры от -40 до $+150$ °C выбран, как ранее отмечалось, капиллярный метод, реализованный с помощью набора вискозиметров стеклянных капиллярных эталонных. Таким образом, в состав эталона вошли два комплекса на основе капиллярного метода измерений:

комплекс 1: эталонный комплекс ГЭТ 17/1–КВИ, предназначенный для воспроизведения, хранения и передачи единицы кинематической вязкости жидкости в диапазоне значений температуры от 20 до 40 °C. В основу комплекса легли стеклянные капиллярные вискозиметры из состава ГЭТ 17–96;

комплекс 2: эталонный комплекс ГЭТ 17/2–КВН, предназначенный для воспроизведения, хранения и передачи единицы кинематической вязкости жидкости в диапазоне значений температуры от -40 до $+20$ °C и от 40 до 150 °C. В состав комплекса вошли вискозиметры Master-Ubbelohde (производитель PSL Rheotek, Великобритания).

Методика исследования

Методика исследования вискозиметров стеклянных капиллярных эталонных Master-Ubbelohde заключалась в проведении процедуры калибровки, при которой производилось определение постоянной каждого вискозиметра.

Перед проведением процедуры калибровки выполнялись следующие операции:

- 1) внешний осмотр;
- 2) промывка и сушка вискозиметров;
- 3) приготовление градуировочных жидкостей;
- 4) заполнение ванны вискозиметрической бани термостатирующей жидкостью;
- 5) термостатирование.

При внешнем осмотре устанавливалось соответствие следующим требованиям:

- вискозиметры должны быть изготовлены из бесцветного стекла;
- трубки вискозиметра должны быть параллельны между собой;
- кольцевые риски должны быть нанесены в плоскости перпендикулярной оси трубки;
- на вискозиметре должен быть нанесен его номер и диаметр капилляра.

Промывка и сушка вискозиметров проводилась в следующем порядке:

- 1) вискозиметры, не загрязненные материалом градуировочной жидкости, промывали горячей водой; вискозиметры, загрязненные материалом градуировочной

жидкости, сначала тщательно промывали бензином или другим подходящим растворителем, затем не менее чем десятью порциями горячей воды и заполняли хромовой смесью не менее чем на шесть часов;

2) вискозиметры заливали не менее чем на два часа хромовой смесью;

3) по истечении минимум двух часов удаляли хромовую смесь из вискозиметра;

4) вискозиметры промывали неоднократно горячей водой, затем дистиллированной водой;

5) вискозиметры сушили в сушильном шкафу при температуре не более 100 °C.

На первом этапе исследования метрологических характеристик эталонного комплекса заключались в определении постоянных вискозиметров.

Постоянные вискозиметров эталонных первых двух групп согласно схеме на рис. 1 определяли также по значению вязкости эталонной жидкости (воды).

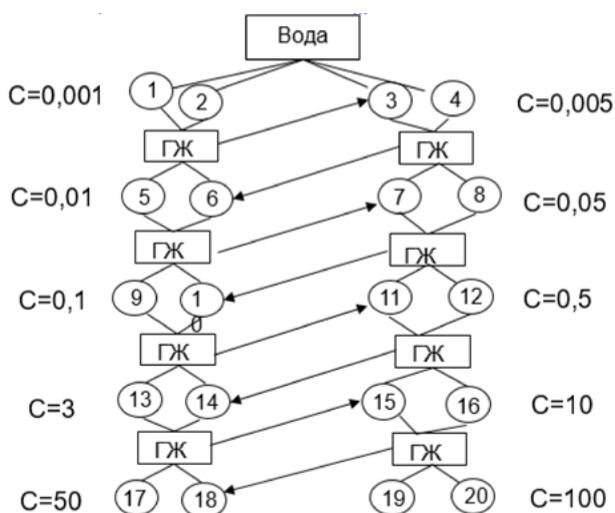


Рис. 1. Схема определения постоянных C вискозиметров
Fig.1. Scheme for determining constant C of viscometers

Определение постоянных всех остальных групп вискозиметров эталонных производилось методом Step up («ступенчатая калибровка») при помощи градуировочных жидкостей таким образом, что два вискозиметра одной группы, постоянные которых уже определены, и два вискозиметра последующей группы заполняли одной к той же градуировочной жидкостью. Измерения времени истечения производили при одной и той же температуре с отклонением не более $\pm 0,005$ °C по всей длине вискозиметров.

Точное значение вязкости градуировочной жидкости не играло роли, так как значения постоянных рассчитывали по соотношению времен истечения, следующих

из уравнения (1), и с учетом схемы калибровки, изображенной на рис. 1.

$$C_i = \frac{1}{3 \cdot N} \sum_{l=1}^L \sum_{i=1}^N \frac{C_{i-1} \cdot t_i}{t_{ip}}, \quad (1)$$

где N – число измерений;

C_i – постоянная i -го вискозиметра;

L – число вискозиметров;

t_i – среднее значение времени течения жидкости в i -ом вискозиметре.

Значение постоянной C вискозиметров вычисляли как среднее арифметическое C_1 и C_2

$$C_1 = \frac{V_1}{\tau_1} \cdot \frac{g_H}{g_{\text{МИ}}}, \quad (2)$$

$$C_2 = \frac{V_2}{\tau_2} \cdot \frac{g_H}{g_{\text{МИ}}}, \quad (3)$$

где C_1 и C_2 – значения постоянных вискозиметра, определенные по двум градуировочным жидкостям, мм²/с²;

g_H – нормальное ускорение свободного падения, равное 9,80665 м/с²;

$g_{\text{МИ}}$ – ускорение свободного падения в месте проведения калибровки вискозиметра, равное 9,81867 м/с² для ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»;

ν_i – значение кинематической вязкости i -ой градуировочной жидкости, мм²/с;

τ_i – среднее арифметическое измеренное значение времени истечения i -ой градуировочной жидкости, предложенное в [41].

Значение постоянной C вискозиметра округляли до пяти значащих цифр.

Основные метрологические характеристики эталонных комплексов ГЭТ 17/1–КВИ и ГЭТ 17/2–КВН из состава ГЭТ 17–2018, полученные по результатам совершенствования Государственного первичного эталона единицы кинематической вязкости жидкости ГЭТ 17–96, приведены в табл. 1.

Ключевые сличения национальных эталонов вязкости жидкости

В 2018 г. ВНИИМ им. Д. И. Менделеева принял участие в Международных сличениях национальных эталонов вязкости жидкости CIPM Key Comparison of Viscosity CCM.V-K4:2018⁸. Сличения проходили с 8 января по 30 апреля 2018 г. с участием 12 лабораторий, описанных в табл. 2.

⁸CIPM Key Comparison of Viscosity CCM.V-K4:2018 // Интернет-платформа CIPM MRA [сайт]. URL: <https://www.bipm.org/kcdb/comparison?id=1866> (дата обращения: 17.10.2023).

CIPM Key Comparison of Viscosity CCM.V-K4:2018 // Интернет-платформа CIPM MRA [сайт]. URL: <https://www.bipm.org/kcdb/comparison?id=1867> (дата обращения: 17.10.2023).

Таблица 1. Метрологические характеристики эталонных комплексов ГЭТ 17/1–КВИ и ГЭТ 17/2–КВН из состава ГЭТ 17–2018

Table 1. Metrological characteristics of the reference complexes GET 17/1–KVI and GET 17/2–KVN from GET 17–2018

Наименование метрологической характеристики	Значение
<i>ЭК ГЭТ 17/1–КВИ</i>	
Диапазон значений единицы кинематической вязкости жидкости, мм ² /с	от $4,0 \cdot 10^{-1}$ до $1,0 \cdot 10^5$
Относительное среднее квадратическое отклонение результата измерений (S_o) при 10 независимых измерениях, не превышает	$1,5 \cdot 10^{-4}$
Неисключенная систематическая погрешность (Θ_o), не превышает	$2,0 \cdot 10^{-3}$
Относительная стандартная неопределенность, оцененная по типу A , u_A , не превышает	$1,5 \cdot 10^{-4}$
Относительная стандартная неопределенность, оцененная по типу B , u_B , не превышает	$8,4 \cdot 10^{-4}$
Относительная суммарная стандартная неопределенность, u_R , не превышает	$8,5 \cdot 10^{-4}$
Относительная расширенная неопределенность при коэффициенте охвата, $k=2$ ($P=0,95$), U_R , не превышает	$1,7 \cdot 10^{-3}$

Окончание табл. 1
End of Table 1

Наименование метрологической характеристики	Значение
<i>ЭК ГЭТ 17/2–КВН</i>	
Диапазон значений единицы кинематической вязкости жидкости, мм ² /с	от $4,0 \cdot 10^{-1}$ до $1,0 \cdot 10^5$
Относительное среднее квадратическое отклонение результата измерений (S_o) при 10 независимых измерениях, не превышает	$1,5 \cdot 10^{-4}$
Неисключенная систематическая погрешность (Θ_o), не превышает	$2,2 \cdot 10^{-3}$
Относительная стандартная неопределенность, оценённая по типу A , u_A , не превышает	$1,5 \cdot 10^{-4}$
Относительная стандартная неопределенность, оцененная по типу B , u_B , не превышает	$9,7 \cdot 10^{-4}$
Относительная суммарная стандартная неопределенность, u_R , не превышает	$9,8 \cdot 10^{-4}$
Относительная расширенная неопределенность при коэффициенте охвата, $k=2$ ($P=0,95$), U_R , не превышает	$2,0 \cdot 10^{-3}$

Таблица 2. Участники Международных сличений национальных эталонов вязкости жидкости CIPM
Key Comparison of Viscosity CCM.V-K4:2018

Table 2. Participants in the International Comparison of National Liquid Viscosity Standards CIPM Key Comparison of Viscosity CCM.V-K4:2018

№	Участник сличения	Оборудование
1	ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»	ГЭТ 17/2–КВН из состава ГЭТ 17–2018 (новый комплекс)
2	Centro Nacional de Metrología (CENAM)	вискозиметры капиллярные стеклянные Ubbelohde с длиной капилляра 90 мм
3	Central Office of Measures (GUM)	вискозиметры капиллярные стеклянные Ubbelohde с длиной капилляра 5 мм
4	Instituto Nacional de Metrología (INMETRO)	вискозиметры капиллярные стеклянные Ubbelohde с длиной капилляра 90 мм
5	National Institute of Metrology (NIM)	вискозиметры капиллярные стеклянные Ubbelohde с длиной капилляра 300 мм
6	National Metrology Institute of Japan / National Institute of advanced Industrial Science and Technology (NMIJ/AIST)	вискозиметры капиллярные стеклянные U-tube с длиной капилляра 400 мм
7	Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB)	вискозиметры капиллярные стеклянные Ubbelohde с длиной капилляра 90 мм
8	Slovenský metrologický ústav (SMU)	вискозиметры капиллярные стеклянные Ubbelohde с длиной капилляра 500 мм
9	VSL Dutch Metrology Institute (VSL)	вискозиметры капиллярные стеклянные Ostwald с длиной капилляра 200 мм

Окончание табл. 2
End of Table 2

№	Участник сличения	Оборудование
10	Instituto Português da Qualidade Instituto Português da Qualidade (IPQ)	вискозиметры капиллярные стеклянные Ubbelohde с длиной капилляра 90 мм
11	National Institute for Standard (NIS)	вискозиметры капиллярные стеклянные Ubbelohde с длиной капилляра 250 мм
12	Saudi Standards, Metrology and Quality Org. (SASO, NMMC)	вискозиметры капиллярные стеклянные Ubbelohde с длиной капилляра 90 мм

Примечание. Участники сличений 1–9 – национальные метрологические институты, поддерживающие независимую шкалу вискозиметрии. Участники 10 и 12 – не поддерживающие независимую шкалу вискозиметрии.

Цель ключевых сличений заключалась в установлении опорного значения вязкости образцов жидкости по значениям, материализованным в эталонах участников этих сличений. Сличения проводились с использованием стандартных ньютоновских жидкостей (жидкость А и жидкость В) в диапазоне значений температуры от 10 до 100 °С и диапазоне значений вязкости от 10 мм²/с до 10 000 мм²/с. Ниже квалифицированы материалы, использованные для сличений.

Жидкость А

Кинематическая вязкость, мм ² /с	Температура, °С
170	20
65	40
10	100

Жидкость В

Кинематическая вязкость, мм ² /с	Температура, °С
10 000	10
4 600	20
120	100

Результаты и обсуждение

Содержание отчета

По итогам Международных ключевых сличений CIPM Key Comparison of Viscosity CCM.V-K4:2018 в 2023 г. получен отчет В, составленный по результатам, представленным каждым из 12 участников, для стандартной жидкости А (рис. 2) и стандартной жидкости В (рис. 3).

Рис. 2. Отклонения результатов для стандартной жидкости А (графическое увеличение):

ось X – участник сличений; ось Y – размах отклонения; расширенная неопределенность эталонного значения выражена в виде расстояния между красными линиями

Fig. 2. Deviations of standard liquid A (graphic enlargement): X axis – comparison participant; Y axis – deviation range; the expanded uncertainty of the reference value is expressed as the distance between the red lines

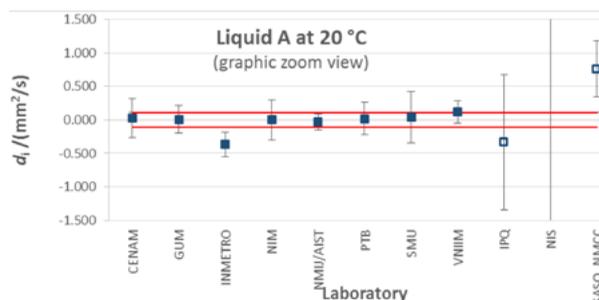


Рис. 2.1. Отклонения результатов от значения вязкости стандартной жидкости А при 20 °С

Fig. 2.1. Deviations of results from the viscosity value of standard liquid A at 20 °C

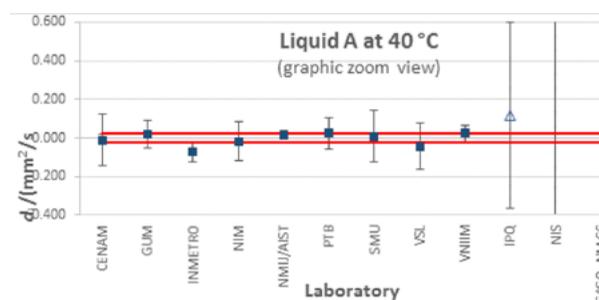


Рис. 2.2. Отклонения результатов от значения вязкости стандартной жидкости А при 40 °С

Fig. 2.2. Deviations of results from the viscosity value of standard liquid A at 40 °C

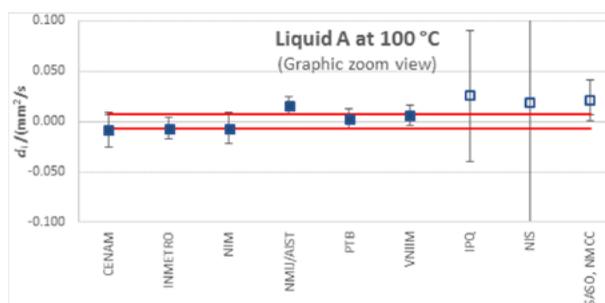


Рис. 2.3. Отклонения результатов от значения вязкости стандартной жидкости А при 100 °С

Fig. 2.3. Deviations of results from the viscosity value of standard liquid A at 100 °C

Рис. 3. Отклонения результатов для стандартной жидкости В (графическое увеличение): ось Х – наименование участника сличений; ось Y – размах отклонения; расширенная неопределенность эталонного значения выражена в виде расстояния между красными линиями

Fig. 3. Deviations of standard liquid B (graphic enlargement): X axis – participant in comparisons; Y axis – deviation range; the expanded uncertainty of the reference value is expressed as the distance between the red lines

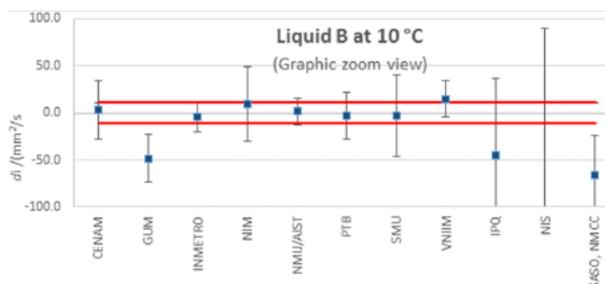


Рис. 3.1 Отклонения результатов от значения вязкости стандартной жидкости В при 10 °С

Fig. 3.1. Deviations of results from the viscosity value of standard liquid B at 10 °C

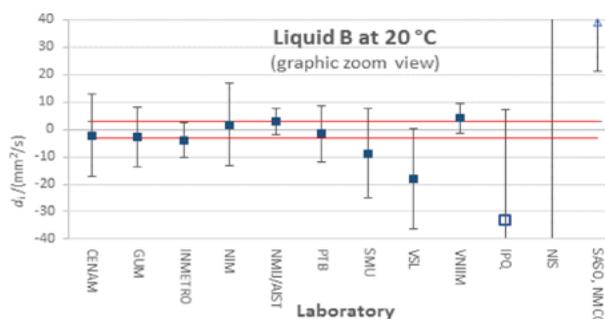


Рис. 3.2. Отклонения результатов от значения вязкости стандартной жидкости В при 20 °С

Fig. 3.2. Deviations of results from the viscosity value of standard liquid B at 20 °C

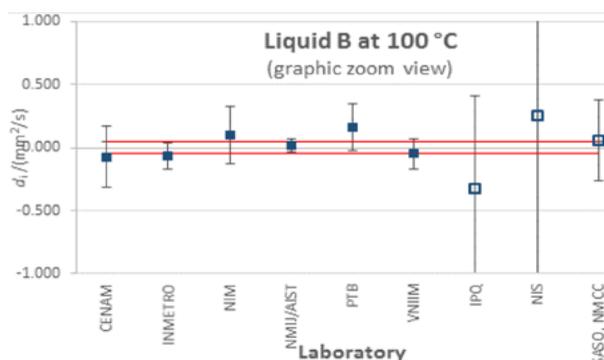


Рис. 3.3. Отклонения результатов от значения вязкости стандартной жидкости В при 100 °С

Fig. 3.3. Deviations of results from the viscosity value of standard liquid B at 100 °C

Выводы отчета

Основной целью проведения Международных ключевых сличений CIPM Key Comparison of Viscosity CCM.V-K4:2018 являлось сравнение измерительных возможностей национальных эталонов государств с применением критерия *En* при 10 °С, 20 °С, 40 °С и 100 °С с использованием двух различных образцов вязкости жидкости.

Как видно из представленных в настоящей статье материалов, большинство национальных метрологических институтов – участников сличений – показало хорошую эквивалентность возможностей при измерении вязкости в широком диапазоне значений (от 10 мм²/с до 10 000 мм²/с) при значениях температуры 10 °С, 20 °С, 40 °С и 100 °С.

Результаты ключевых сличений подтвердили метрологические характеристики разработанного и введенного в состав ГЭТ 17–2018 эталонного комплекса ГЭТ 17/2–КВН. Однако при пересчете значений постоянных вискозиметров с применением принятого в стандарте ISO 3666⁹ значения кинематической вязкости воды, равного 1,0034 мм²/с, результаты, полученные ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», могут быть улучшены. Таким образом, необходима актуализация морально устаревшего ГОСТ 21727–76.

Заключение

В рамках практической значимости полученных результатов можно утверждать, что комплексы ЭК ГЭТ 17/1–КВИ и ЭК ГЭТ 17/2–КВН из состава ГЭТ 17–2018 признаны соответствующими требованиям, обеспечивающим воспроизведение, хранение и передачу единицы

⁹ ISO/TR3666:1998 Viscosity of water // ISO [website]. URL: <https://www.iso.org/standard/28607.html> (Accessed: 17.10.2023).

кинематической вязкости в диапазоне значений температуры от -40 °C до $+150$ °C, а их метрологические характеристики подтверждены результатами ключевых сличений.

Теоретическая значимость полученных результатов заключается в актуализации теоретико-методологического подхода к процедуре определения постоянных С вискозиметров капиллярных стеклянных эталонных из состава ГЭТ 17–2018 с целью повысить точность воспроизведения и передачи единицы кинематической вязкости жидкости. Приведенный в статье анализ и представленное обоснование создают основу для формулирования плана дальнейшего совершенствования системы обеспечения единства измерений вязкости жидкостей в Российской Федерации.

Благодарности: Статья подготовлена во исполнение следующих документов: 1) Соглашения о предоставлении субсидий на возмещение затрат, связанных с осуществлением мероприятий в области обеспечения единства измерений № 172-11-008 от 07.06.2017; 2) Дополнительного соглашения № 172–11–008/2 от 03.04.2018; 3) Дополнительного соглашения 172–11–008/3 от 21.06.2018; 4) Дополнительного соглашения № 172–11–008/4 от 03.10.2018 по Приложению № 4 «Разработка, совершенствование и содержание Государственных первичных эталонов единиц величин, а также разработка и совершенствование

Государственных референтных методик (методов) измерений».

Автор выражает глубокую признательность д-ру техн. наук, старшему научному сотруднику Владимиру Шалвовичу Сулаберидзе за советы и ценные замечания при подготовке статьи.

Автор благодарит рецензентов за экспертное мнение и конструктивный подход.

Acknowledgments: The article was prepared in pursuance of the following documents: 1) Agreement on the provision of subsidies for reimbursement of costs associated with the implementation of measures in the field of ensuring the uniformity of measurements No. 172-11-008 dated 07.06.2017; 2) Additional agreement No. 172–11–008/2 dated 03.04.2018; 3) Additional agreement 172–11–008/3 dated 21.06.2018. 5) Additional agreement No. 172–11–008/4 dated 03.10.2018 on Appendix No. 4 «Development, improvement and maintenance of State primary standards of units of quantities, as well as development and improvement of State reference measurement procedures (methods)».

The author expresses their gratitude to Vladimir Sh. Sulaberidze, Dr. Sci. (Eng.), Senior Researcher, for advice and valuable comments during the preparation of the article.

Конфликт интересов: Автор заявляет об отсутствии конфликта интересов.

Conflict of interests: The author declares no conflict of interest.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Elucidating the impact of ultrasonic treatment on bituminous oil properties: A comprehensive study of viscosity modification / A. R. Galimzyanova [et al.] // *Geoenergy Science and Engineering*. 2024. Vol. 233. P. 212487. <https://doi.org/10.1016/j.geoen.2023.212487>
2. Development of compositional-based models for prediction of heavy crude oil viscosity: Application in reservoir simulations / Z. Liu [et al.] // *Journal of Molecular Liquids*. 2023. Vol. 389. P. 122918. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2023.122918>
3. Multiple machine learning models in estimating viscosity of crude oil: Comparisons and optimization for reservoir simulation / P. Sun [et al.] // *Journal of Molecular Liquids*. 2023. Vol. 384. P. 122251. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2023.122251>
4. Barateiro C. E. R. B., Emerik R. C. S. Liquid hydrocarbon flow meters calibration with high flow and viscosity: Conceptual design of a new facility // *Flow Measurement and Instrumentation*. 2020. Vol. 73. P. 101749. <https://doi.org/10.1016/j.flowmeasinst.2020.101749>
5. A study of kinematic viscosity approach with air as a gas medium for turbine flowmeter calibration / B. Rochmanto [et al.] // *Flow Measurement and Instrumentation*. 2024. Vol. 95. P. 102490. <https://doi.org/10.1016/j.flowmeasinst.2023.102490>
6. Correlations for prediction of hydrogen gas viscosity and density for production, transportation, storage, and utilization applications / C. Wei [et al.] // *International Journal of Hydrogen Energy*. 2023. Vol. 48, Iss. 89. P. 34930–34944. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2023.05.202>
7. Moisseyeva Y., Saitova A., Strokin S. Calculating densities and viscosities of natural gas with a high content of C_{2+} to predict two-phase liquid-gas flow pattern // *Petroleum*. 2023. Vol. 9, Iss. 4. P. 579–591. <https://doi.org/10.1016/j.petlm.2023.01.001>
8. Functionality-driven food product formulation – An illustration on selecting sustainable ingredients building viscosity / A. Lie-Piang [et al.] // *Food Research International*. 2022. Vol. 152. P. 110889. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2021.110889>
9. Blood viscosity and risk of cardiovascular events: the Edinburgh Artery Study / G. D. O. Lowe [et al.] // *British Journal of Hematology*. 1997. Vol. 96. P. 168–173. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2141.1997.8532481.x>
10. Çinar Y., Şenyoğlu A. M., Duman K. Blood viscosity and blood pressure: role of temperature and hyperglycemia // *American Journal of Hypertension*. 2001. Vol. 14, Iss. 5. P. 433–438. [https://doi.org/10.1016/S0895-7061\(00\)01260-7](https://doi.org/10.1016/S0895-7061(00)01260-7)

11. A highly accurate and consistent microfluidic viscometer for continuous blood viscosity measurement / *Y. J. Kang* [et al.] // *Artificial Organs*. 2010. Vol. 34, Iss. 11. P. 944–949. <https://doi.org/10.1111/j.1525-1594.2010.01078.x>
12. *Муратова Е. И., Смолихина П. М.* Реология кондитерских масс : монография. Тамбов : Изд-во ФГБОУ ВПО ТГТУ, 2013. 188 с.
13. Реология : Теория и приложения : пер. с англ. Под ред. Ф. Эйриха ; Под общ. ред. Ю. Н. Работнова и П. А. Ребиндера. М. : Изд-во иностр. лит., 1962. 824 с.
14. *Павловский Н. Н.* Гидравлический справочник. Л. ; М. : ОНТИ НКТП СССР, главная редакция энергетической литературы, 1937. 890 с.
15. *Рыбак Б. М.* Анализ нефти и нефтепродуктов. М. : ГосТехИздат, 1962. 888 с.
16. *Hameed D. K.* Deterioration in physical engine oil properties after different trip length // *Kurdistan Journal of Applied Research*. 2021. Vol. 6, Iss. 1. P. 13–20. <https://doi.org/10.24017/science.2021.1.2>
17. *Akyazi T., Basabe-Desmots L., Benito-Lopez F.* Review on microfluidic paper-based analytical devices towards commercialization // *Analytica Chimica Acta*. 2017. № 1001. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2017.11.010>
18. From Newtonian to non-Newtonian fluid: insight into the impact of rheological characteristics on mineral deposition in urine collection and transportation / *Z. Yan* [et al.] // *Sci Total Environment*. 2022. Vol. 823. P. 153532. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.153532>
19. Rheological study of cowpea puree 'adowè' and the influence of saliva on the puree viscosity / *E. Teko* [et al.] // *International Journal of Food Science & Technology*. 2022. Vol. 57, Iss. 5. P. 3098–3105. <https://doi.org/10.1111/ijfs.15640>
20. A rapid label-free disposable electrochemical salivary point-of-care sensor for SARS-CoV-2 detection and quantification / *N. Farsaeivahid* [et al.] // *Sensors*. 2023. Vol. 23, Iss. 1. P. 433. <https://doi.org/10.3390/s23010433>
21. Viscosity of rice flour: a rheological and biological study / *M. A. Fitzgerald* [et al.] // *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 2003. Vol. 51, Iss. 8. P. 2295–2299. <https://doi.org/10.1021/jf020574i>
22. *Миргородская А. В.* История развития капиллярного метода измерений кинематической вязкости: от вискозиметра Ломоносова до информационно-измерительной системы // *Измерительная техника*. 2023. № 8. С. 53–59. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2023-8-53-59>
23. *McKinnell R.* Cone-Plate Viscometer // *Analytical Chemistry*. 1956. Vol. 28, Iss. 11. P. 1710–1714. <https://doi.org/10.1021/ac60119a021>
24. *Lee E., Kim B., Choi S.* Hand-held, automatic capillary viscometer for analysis of Newtonian and non-Newtonian fluids // *Sensors and Actuators A: Physical*. Vol. 313. P. 112176. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2020.112176>
25. Development of an improved falling ball viscometer for high-pressure measurements with supercritical CO₂ / *B. Calvignac* [et al.] // *The Journal of Supercritical Fluids*. 2010. Vol. 55, Iss. 1. P. 96–106. <https://doi.org/10.1016/j.supflu.2010.07.012>
26. New design of the falling-body rheoviscometer for high and extra-high viscous liquid measurements. viscosity of vacuum oils / *D. Sagdeev* [et al.] // *Journal of Chemical & Engineering Data*. 2020. Vol. 65, Iss. 4. P. 1773–1786. <https://doi.org/10.1021/acs.jced.9b01071>
27. Evaluation of the metrological performance of two kinds of rotational viscometers by means of viscosity reference materials / *C. S. C. de Castro* [et al.] // *Journal of Petroleum Science and Engineering*. 2016. Vol. 138. P. 292–297. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2015.12.003>
28. Investigation of rheological properties of blended cement pastes using rotational viscometer and dynamic shear rheometer / *Y. J. Kim* [et al.] // *Advances in Materials Science and Engineering*. 2018. Vol. 17. P. 1–6. <https://doi.org/10.1155/2018/6303681>
29. *Yabuno H.* Review of applications of self-excited oscillations to highly sensitive vibrational sensors ZAMM // *Journal of Applied Mathematics and Mechanics*. 2021. Vol. 101, Iss. 7. Special Issue: 4th International Conference on Vibro-Impact Systems (ICoVIS2018). <https://doi.org/10.1002/zamm.201900009>
30. *The Rheology Handbook* // *Pigment & Resin Technology*. 2009. Vol. 38, № 5. <https://doi.org/10.1108/prt.2009.12938eac.006>
31. *Гребенникова Н. М.* Аэрогидродинамический метод и устройство контроля вязкости жидких веществ : спец. 05.11.13 «Приборы и методы контроля природной среды, веществ, материалов и изделий» : дисс. канд. техн. наук / Н. М. Гребенникова ; Тамб. гос. техн. ун-т. Тамбов, 2008. 16 с. Место защиты: Тамб. гос. техн. ун-т. URL: <https://viewer.rsl.ru/ru/rsl01003459748?page=1&rotate=0&theme=white> (дата обращения: 17.10.2023).
32. *Демьянов А. А., Цурко А. А.* Государственный первичный эталон единицы кинематической вязкости жидкости в диапазоне от $4 \cdot 10^{-7} \div 1 \cdot 10^{-1} \text{ м}^2/\text{с}$ (ГЭТ 17–96). В кн.: Российская метрологическая энциклопедия. Т. 1. СПб. : Гуманистика, 2015. С. 380–382.
33. *Степанов Л. П.* Измерение вязкости жидкостей. М. : [б. и.], 1966. 43 с.
34. *Демьянов А. А., Неклюдова А. А.* Государственный первичный эталон единицы кинематической вязкости жидкости ГЭТ 17–96 // *Материалы 28 симпозиума по реологии*, Москва, 28 сентября – 02 октября 2016 г. М. : Институт нефтехимического синтеза им. А. В. Топчиева РАН, 2016. С. 74–75.
35. *Marvin R. S.* The Accuracy Measurements Viscosity Liquids // *Journal of research of the National Bureau of Standards – A. Physics and Chemistry*. 1975. Vol. 75A, № 6. P. 535–540. <https://doi.org/10.6028/jres.075A.041>
36. *Цурко А. А., Демьянов А. А.* Состояние метрологического обеспечения измерений вязкости нефтепродуктов // *Измерительная техника*. 2014. № 4. С. 65–66. <https://doi.org/10.1007/s11018-014-0479-z>

37. История создания и модернизация государственных первичных эталонов единиц динамической, кинематической вязкости жидкости и плотности / К. В. Чекирда [и др.] // Измерительная техника. 2022. № 7. С. 24–29. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-7-24-29>
38. *Klingenberg G., Bauer H.* CCM.V-K1 intercomparison in capillary viscometry / Published under licence by IOP Publishing Ltd // *Metrologia*. 2004. Vol. 41, № 1A. P. 07001. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/41/1A/07001>
39. *Maggi C. P., Trowbridge D., Zubler M. T.* Final report on CCM.V-K2 comparison / Published under licence by IOP Publishing Ltd // *Metrologia*. 2009. Vol. 46. № 1A. P. 07003. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/46/1A/07003>
40. CCM.V-K3: CCM Key Comparison of Viscosity / *Y. Fujita [et al.]* // *Metrologia*. 2018. Vol. 55. № 1A. P. 07010. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/55/1A/07010>
41. *Неклюдова А. А., Сулаберидзе В. Ш.* Научно-методические основы метрологического обеспечения современных методов измерений вязкости жидких сред: монография. СПб. : Издательско-полиграфическая компания КОСТА, 2023. 232 с.

REFERENCE

1. Galimzyanova A. R., Gataullin R. N., Stepanova Yu. S., Marfin E. A., Khelkhal M. A., Vakhin A. V. Elucidating the impact of ultrasonic treatment on bituminous oil properties: A comprehensive study of viscosity modification. *Geoenergy Science and Engineering*. 2024;233:212487. <https://doi.org/10.1016/j.geoen.2023.212487>
2. Liu Z., Zhaob X., Tianc Y., Tanb J. Development of compositional-based models for prediction of heavy crude oil viscosity: Application in reservoir simulations. *Journal of Molecular Liquids*. 2023;389:122918. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2023.122918>
3. Sun P., Huo S., He T. Multiple machine learning models in estimating viscosity of crude oil: Comparisons and optimization for reservoir simulation. *Journal of Molecular Liquids*. 2023;384:122251. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2023.122251>
4. Barateiro C. E. R. B., Emerik R. C. S. Liquid hydrocarbon flow meters calibration with high flow and viscosity: Conceptual design of a new facility. *Flow Measurement and Instrumentation*. 2020;73:101749. <https://doi.org/10.1016/j.flowmeasinst.2020.101749>
5. Rochmanto B., Setiaprada H., Haryono I., Yubaidah S. A study of kinematic viscosity approach with air as a gas medium for turbine flowmeter calibration. *Flow Measurement and Instrumentation*. 2024;95:102490. <https://doi.org/10.1016/j.flowmeasinst.2023.102490>
6. Wei C., Raad S. M. J., Leonenko Y., Hassanzadeh H. Correlations for prediction of hydrogen gas viscosity and density for production, transportation, storage, and utilization applications. *International Journal of Hydrogen Energy*. 2023;48(89):34930–34944. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2023.05.202>
7. Moissejeva Y., Saitova A., Strokin S. Calculating densities and viscosities of natural gas with a high content of C₂₊ to predict two-phase liquid-gas flow pattern. *Petroleum*. 2023;9(4):579–591. <https://doi.org/10.1016/j.petlm.2023.01.001>
8. Lie-Piang A., Căcilie Möllera A., Köllmanna N., Garreb A., Booma R., van der Padta A. Functionality-driven food product formulation – An illustration on selecting sustainable ingredients building viscosity. *Food Research International*. 2022;152:110889. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2021.110889>
9. Lowe G. D. O., Lee A. J., Rumley A., Price J. F., Fowkes F. G. R. Blood viscosity and risk of cardiovascular events: the Edinburgh Artery Study. *British Journal of Hematology*. 1997;96:168–173. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2141.1997.8532481.x>
10. Çinar Y., Şenyoğ A. M., Duman K. Blood viscosity and blood pressure: role of temperature and hyperglycemia. *American Journal of Hypertension*. 2001;14(5):433–438. [https://doi.org/10.1016/S0895-7061\(00\)01260-7](https://doi.org/10.1016/S0895-7061(00)01260-7)
11. Kang Y. J., Yoon S. Y., Lee K.-H., Yang S. A Highly Accurate and Consistent Microfluidic Viscometer for Continuous Blood Viscosity Measurement. *Artificial Organs*. 2010;34(11):944–949. <https://doi.org/10.1111/j.1525-1594.2010.01078.x>
12. Muratova E. I., Smolikhina P. M. Rheology of confectionery masses: monograph. Tambov: FGBOU VPO TGTU; 2013. 188 p. (In Russ.).
13. Eirich F. R. Rheology. Theory and applications. Vol. 1. New York: Acad. Press; 1956. [Russ. ed.: Rheology: Theory and applications: Eirich F., Worknov Yu. N., Rebinder P. A. (eds.). Moscow: Izdatel'stvo inostrannoi literatury; 1962. 824 p. (In Russ.).]
14. Pavlovsky N. N. Hydraulic handbook. Leningrad, Moscow: ONTI NKTP SSSR, glavnaia redaktsiia energeticheskoi literatury; 1937. 890 p. (In Russ.).
15. Rybak B. M. Analysis of oil and petroleum products. Moscow: Gostekhizdat; 1962. 888 p. (In Russ.).
16. Hameed D. K. Deterioration in physical engine oil properties after different trip length. *Kurdistan Journal of Applied Research*. 2021;6(1):13–20. <https://doi.org/10.24017/science.2021.1.2>
17. Akyazi T., Basabe-Desmonts L., Benito-Lopez F. Review on microfluidic paper-based analytical devices towards commercialization. *Analytica Chimica Acta*. 2017;1001. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2017.11.010>
18. Yan Z., Li Z., Cheng S., Wang X., Zhang L., Zheng L. et al. From Newtonian to non-Newtonian fluid: insight into the impact of rheological characteristics on mineral deposition in urine collection and transportation. *Sci Total Environment*. 2022;823:153532. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.153532>
19. Teko E., Ako K., Yousefi A., Muniolo C. D., Osseyi E. Rheological study of cowpea puree 'adowè' and the influence of saliva on the puree viscosity. *International Journal of Food Science & Technology*. 2022;57(5):3098–3105. <https://doi.org/10.1111/ijfs.15640>
20. Farsaeivahid N., Grenier C., Nazarian S., Wang M. L. A rapid label-free disposable electrochemical salivary point-of-care sensor for SARS-CoV-2 detection and quantification. *Sensors*. 2023;23(1):433. <https://doi.org/10.3390/s23010433>

21. Fitzgerald M. A., Martin M., Ward R. M., Park W. D., Shead H. J. Viscosity of rice flour: A rheological and biological study. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 2003;51(8):2295–2299. <https://doi.org/10.1021/jf020574i>
22. Mirgorodskaya A. V. The history of the development of the capillary method of measuring kinematic viscosity: from the Lomonosov viscometer to the information measuring system. *Measuring equipment*. 2023;8:53–59. (In Russ.). <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2023-8-53-59>
23. McKennell R. Cone-Plate Viscometer. *Analytical Chemistry*. 1956;28(11):1710–1714. <https://doi.org/10.1021/ac60119a021>
24. Lee E., Kim B., Choi S. Hand-held, automatic capillary viscometer for analysis of Newtonian and non-Newtonian fluids. *Sensors and Actuators A: Physical*. 2020;313:112176. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2020.112176>
25. Calvignac B., Rodier E., Letourneau J.-J., Vitoux P., Aymonier C., Fages J. Development of an improved falling ball viscometer for high-pressure measurements with supercritical CO₂. *The Journal of Supercritical Fluids*. 2010;55(1):96–106. <https://doi.org/10.1016/j.supflu.2010.07.012>
26. Sagdeev D. I., Gabitov I. R., Khairutdinov V. F., Fomina M. G., Alyaev V. A., Sal'manov R. S. et al. New design of the falling-body rheoviscometer for high and extra-high viscous liquid measurements. viscosity of vacuum oils. *Journal of Chemical & Engineering Data*. 2020;65(4):1773–1786. <https://doi.org/10.1021/acs.jced.9b01071>
27. de Castro C. S. C., do Espírito Santo Filho D. M., Siqueira J. R. R., Barbosa A. P. F., da Costa Rodrigues C. R., Cabral Jr. M. L. et al. Evaluation of the metrological performance of two kinds of rotational viscometers by means of viscosity reference materials. *Journal of Petroleum Science and Engineering*. 2016;138:292–297. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2015.12.003>
28. Kim Y. J., Cho B.-Y., Lee S.-J., Hu J., Wilde J. W. Investigation of rheological properties of blended cement pastes using rotational viscometer and dynamic shear rheometer. *Advances in Materials Science and Engineering*. 2018;17:1–6. <https://doi.org/10.1155/2018/6303681>
29. Yabuno H. Review of applications of self-excited oscillations to highly sensitive vibrational sensors ZAMM. *Journal of Applied Mathematics and Mechanics*. 2021;101(7). Special Issue: 4th International Conference on Vibro-Impact Systems (ICoVIS2018). <https://doi.org/10.1002/zamm.201900009>
30. The Rheology Handbook. *Pigment & Resin Technology*. 2009;38(5). <https://doi.org/10.1108/prt.2009.12938eac.006>
31. Grebennikova N. M. Aerohydrodynamic method and device for controlling the viscosity of liquid substances. PhD (Eng.).sci.diss., Tambov State Technical University. Tambov: TGTU; 2008. 16 p. Available at: <https://viewer.rsl.ru/ru/rsl01003459748?page=1&rotate=0&theme=white> [Accessed: 17 October 2023]. (In Russ.).
32. Demyanov A. A., Tsurko A. A. The state primary standard for the unit of kinematic viscosity of a liquid in the range from $4 \cdot 10^{-7} \div 1 \cdot 10^{-1} \text{ m}^2/\text{c}$ (GET 17–96). In: Russian Metrological Encyclopedia. Saint Petersburg: Humanistics; 2015:1:380–382. (In Russ.).
33. Stepanov L. P. Measurement of viscosity of liquids. Moscow: 1966. 43 p. (In Russ.).
34. Demyanov A. A., Neklyudova A. A. The state primary standard of the unit of kinematic viscosity of a liquid GET 17–96. In: *Proceedings of the 28th Symposium on Rheology*, September 28 – October 02 2016, Moscow. Moscow: Topchiev Institute of Petrochemical Synthesis of the Russian Academy of Sciences; 2016. P. 74–75. (In Russ.).
35. Marvin R. S. The accuracy measurements viscosity liquids. *Journal of research of the national bureau of standards – A. Physics and chemistry*. 1975;75A(6):535–540. <https://doi.org/10.6028/jres.075A.041>
36. Tsurko A. A., Demyanov A. A. The state of metrological support for measuring the viscosity of petroleum products. *Measuring equipment*. 2014;4:65–66. (In Russ.). <https://doi.org/10.1007/s11018-014-0479-z>
37. Chekirda K. V., Demyanov A. A., Neklyudova A. A., Domostroevo A. V., Sulaberidze V. S. The history of creation and modernization of the state primary standards of units of dynamic, kinematic viscosity of liquid and density. *Izmeritel'naya Tekhnika*. 2022;(7):24–29. (In Russ.). <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-7-24-29>
38. Klingenberg G., Bauer H. CCM.V-K1 intercomparison in capillary viscometry. Published under licence by IOP Publishing Ltd. *Metrologia*. 2004;41(1A):07001. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/41/1A/07001>
39. Maggi C. P., Trowbridge D., Zubler M. T. Final report on CCM.V-K2 comparison/ Published under licence by IOP Publishing Ltd. *Metrologia*. 2009;46(1) A:07003. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/46/1A/07003>
40. Fujita Y., Zubler T., Mastropiero J., Trujillo S., Gekiel I., Malta D. et al. CCM.V-K3: CCM Key Comparison of Viscosity. *Metrologia*. 2018;55(1A):07010. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/55/1A/07010>
41. Neklyudova A. A., Sulaberidze V. Sh. Scientific and methodological foundations of metrological support for modern methods of measuring viscosity of liquid media: monograph. Saint Petersburg: Izdatel'sko-poligraficheskaja kompanijaCOSTA; 2023. 232 p. (In Russ.).

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

CIPM Key Comparison of Viscosity CCM.V-K4. A:2018 // CIPM MRA [website].
URL: <https://www.bipm.org/kcdb/comparison?id=1866> (Accessed: 17.10.2023).

CIPM Key Comparison of Viscosity CCM.V-K4.B:2018 // CIPM MRA [website].
URL: <https://www.bipm.org/kcdb/comparison?id=1867> (Accessed: 17.10.2023).

ISO/TR3666:1998 Viscosity of water // ISO [website]. URL: <https://www.iso.org/standard/28607.html> (Accessed: 17.10.2023).

ГОСТ 8.025–96 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений вязкости жидкостей = State system for ensuring the uniformity of measurements. State verification schedule for means measuring viscosity of liquids. М. : ИПК Издательство стандартов, 1997. 8 с.

ГОСТ 21727–76 Вода. Вязкость при температуре 20 °С = Water. Viscosity of water at 20 °C. М. : Издательство стандартов, 1976. 3 с.

ГЭТ 18–2014 Государственный первичный эталон единицы плотности / институт-хранитель ВНИИМ им. Д. И. Менделеева // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397864> (дата обращения: 17.10.2023).

ГЭТ 17–2018 Государственный первичный эталон единиц динамической и кинематической вязкости жидкости / институт-хранитель ВНИИМ им. Д. И. Менделеева // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/947620> (дата обращения: 17.10.2023).

Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений вязкости жидкостей : Приказ от 05 ноября 2019 г. № 2622 // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://www.rst.gov.ru/portal/gost/home/activity/documents/orders#/order/126301> (дата обращения: 17.10.2023).

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: официальный сайт. URL: <https://www.garant.ru/products/ipo/prime/doc/71563952/>

Сведения о результатах поверки средств измерений // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/cm/results> (дата обращения: 17.10.2023).

Утвержденные типы средств измерений // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4> (дата обращения: 17.10.2023).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРЕ

Демьянов Алексей Алексеевич – руководитель научно-исследовательской лаборатории госэталонов в области измерений плотности и вязкости жидкости ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19
e-mail: A.A.demyanov@vniim.ru
<https://orcid.org/0000-0001-7160-7078>
ResearcherID: O-3983–2018

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Aleksey A. Demyanov – Head of Density and Viscosity Laboratory, D. I. Mendeleev Institute for Metrology (VNIIM)
19 Moskovsky ave., Saint Petersburg, 190005, Russia
e-mail: A.A.demyanov@vniim.ru
<https://orcid.org/0000-0001-7160-7078>
ResearcherID: O-3983–2018

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Научная статья

УДК 53.089.68

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-1-31-46>



Комплекс стандартных образцов для поверки и калибровки универсальных хроматографических приборов

И. Ю. Ткаченко  , А. Ю. Михеева , И. Э. Ушал, А. Ю. Иванова, А. Г. Будко , С. Г. Харитонов,
И. Б. Максакова, С. В. Спирин, А. И. Крылов

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

Аннотация: Стандартные образцы, аттестованные с применением Государственных первичных эталонов, составляют основу обеспечения метрологической прослеживаемости к соответствующим единицам величин. В настоящей работе представлены результаты разработки серии новых стандартных образцов состава чистых органических веществ, предназначенных, в первую очередь, для поверки хроматографического оборудования с различными типами детектирования.

Разработанные стандартные образцы обеспечивают прослеживаемость результатов поверки (калибровки) эталонов и средств измерений, а также результатов измерений в различных сферах государственного регулирования обеспечения единства измерений. Аттестованные значения стандартных образцов установлены косвенным методом – методом массового баланса. Метрологическая прослеживаемость аттестованных значений обеспечена прямыми измерениями на Государственном первичном эталоне ГЭТ 208. Стандартные образцы представляют собой чистые вещества, расфасованные в стеклянные ампулы (н-додекан, н-гептан, н-гексадекан, бензол) или флаконы (гексахлорбензол, линдан, резерпин, кофеин, глюкоза, сахароза, антрацен). Массовая доля основного компонента стандартного образца находится в диапазоне от 98,00 до 99,99%, относительная расширенная неопределенность (при $k = 2$, $P = 0,95$) не превышает 0,5%. Срок годности стандартных образцов установлен методом ускоренного старения и составляет 3 года при соблюдении условий хранения.

Статья представляет интерес для отраслевых специалистов – метрологов, химиков, экологов, контролирующих технологические процессы в различных сферах деятельности, включая пищевую и химическую промышленность, охрану окружающей среды и научные исследования. Описанные стандартные образцы коммерчески доступны для всех заинтересованных лиц.

Настоящая работа может дать эмпирический материал для исследований в области серийного производства стандартных образцов, которые могут быть использованы в качестве основы при аттестации других веществ – однотипных органических веществ.

Ключевые слова: стандартный образец, Государственный первичный эталон, метрологическая прослеживаемость, гексахлорбензол, н-додекан, н-гептан, н-гексадекан, бензол, линдан, резерпин, кофеин, глюкоза, сахароза, антрацен

Принятые сокращения: АХ – аттестованная характеристика; ВЭЖХ – высокоэффективная жидкостная хроматография; ВЭЖХ-УФДМ/СР – высокоэффективная жидкостная хроматография с ультрафиолетовым детектором на основе диодной матрицы с флуориметрическим детектором; ГПЭ – Государственный первичный эталон; ГХ – газовая хроматография; ГХ/МС – газовая хроматография с масс-спектрометрическим детектированием; ИСП-МС – масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой; МБ – массовый баланс; МС – масс-спектрометрия;

НМИ – национальный метрологический институт; НС – нелетучие соединения; ОК – основной компонент; ПИД – пламенно-ионизационный детектор; РС – родственные соединения; ТГА – термогравиметрия; ЛОС – летучие органические соединения; СИ – средство измерений; СО – стандартный образец; НД – нормативный документ; КККВ – Консультативный комитет по количеству вещества; МБМВ – Международное бюро мер и весов; БДКС – база данных ключевых сличений международных и национальных эталонов; CRM – certified reference material; SRM – Standard reference material (Certified Reference Material NIST); NMI – National Metrological Institute, RM – reference material.

Ссылка при цитировании: Комплекс стандартных образцов для поверки и калибровки универсальных хроматографических приборов / И. Ю. Ткаченко [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2024. Т. 20, № 1. С. 31–46. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-1-31-46>.

Статья поступила в редакцию 15.09.2023; одобрена после рецензирования 29.01.2024; принята к публикации 25.03.2024.

REFERENCE MATERIALS

Research Article

A Set of Reference Materials for Verification and Calibration of Universal Chromatographic Instruments

Irina Yu. Tkachenko  , Alena Yu. Mikheeva , Inna E. Ushal, Anna Yu. Ivanova, Alexandra G. Budko , Sergey G. Kharitonov, Irina B. Maksakova, Sergey V. Spirin, Anatoly I. Krylov

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

 i.y.tkachenko@vniim.ru

Abstract: Reference materials certified using State primary standards form the basis for ensuring metrological traceability to the corresponding measurement units. The article presents the results of the development of a series of new reference materials for the composition of pure organic substances, intended primarily for calibrating chromatographic equipment with various types of detection.

The developed reference materials ensure traceability of the results of verification (calibration) of standards and measuring instruments, as well as measurement results in various areas of state regulation to ensure the uniformity of measurements. Certified values of reference materials were established by an indirect method – the mass balance method. Metrological traceability of certified values is ensured by direct measurements on the State Primary Standard GET 208. Reference materials are pure substances packaged in glass ampoules (n-dodecane, n-heptane, n-hexadecane, benzene) or vials (hexachlorobenzene, lindane, reserpine, caffeine, glucose, sucrose, anthracene). The mass fraction of the main component of the reference material is in the range from 98.00 to 99.99%, the relative expanded uncertainty (at $k=2$, $P=0.95$) does not exceed 0.5%. The shelf life of reference materials is established by the accelerated aging method and is 3 years under recommended storage conditions.

The article is of interest to industry specialists – metrologists, chemists, ecologists who control technological processes in various fields of activity, including the food and chemical industries, environmental protection, and scientific research. The described reference materials are commercially available to all interested parties.

This study can provide empirical material for research in the field of serial production of reference materials, which can be used as a basis for the certification of other substances – similar organic substances.

Keywords: reference material, State Primary Standard, metrological traceability, hexachlorobenzene, n-dodecane, n-heptane, n-hexadecane, lindane, benzene, reserpine, caffeine, glucose, sucrose, anthracene

Abbreviations used: HPLC – high performance liquid chromatography; HPLC-UVD, FD – high performance liquid chromatography with an ultraviolet detector with a fluorimetric detector; SPS – State Primary Standard; GC – gas chromatography; GC/MS – gas chromatography with mass spectrometric detection; ICP-MS – inductively coupled plasma mass spectrometry; VOC – volatile organic compounds; MB – mass balance; MS – mass spectrometry; NMI – national metrological institute; NVC – non-volatile compound; MC – main component; FID – flame ionization detector; RC – related compound; TGA – thermogravimetric analysis; MI – measuring instrument; RM – reference material; ND – normative document; CCQM – Consultative Committee for Amount of Substance; BIPM – International Bureau of Weights and Measures; CRM – certified reference material; SRM – Standard reference material (Certified Reference Material NIST).

For citation: Tkachenko I. Yu., Mikheeva A. Yu., Ushal I. E., Ivanova A. Yu., Budko A. G., Kharitonov S. G., Maksakova I. B., Spirin S. V., Krylov A. I. A set of reference materials for verification and calibration of universal chromatographic instruments. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2024;20(1):31–46. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-1-31-46>.

The article was submitted 15.09.2023; approved after reviewing 29.01.2024; accepted for publication 25.03.2024.

Введение

Создание в Российской Федерации комплекса Государственных первичных эталонов в области измерений количества вещества (далее – ГПЭ) предопределило перспективу расширения линейки стандартных образцов, обеспечивающих метрологическую прослеживаемость к ГПЭ соответствующих единиц величин. Воспроизводимые на ГПЭ величины «массовая и/или молярная доля чистого вещества» неразрывно связаны с основной величиной – «количество вещества» (выражается в единице SI¹ «моль»), позволяющей подтверждать однородность измеряемых величин. Таким образом, определение с помощью ГПЭ чистоты вещества является неотъемлемой частью операций по материализации соответствующей единицы величины, а сами чистые вещества – первое и ключевое звено в цепочке метрологической прослеживаемости к основной единице SI – молю [1]. Другими словами, в физико-химических (в первую очередь – химико-аналитических) измерениях охарактеризованное «на чистоту» вещество становится общим вектором (общей величиной) в тензорной системе связанных с ним величин следующих уровней: «массовая или молярная концентрация (доля) вещества в объекте» [2].

Государственную поверочную схему для СИ содержания органических компонентов в жидких и твердых

веществах и материалах (приказ Росстандарта № 988²) возглавляет ГЭТ 208-2024 (далее – ГЭТ 208³, эталон). Средством передачи единиц величин от ГЭТ 208 и, соответственно, средством, демонстрирующим метрологическую прослеживаемость к эталону, являются аттестованные с применением ГЭТ 208 стандартные образцы (далее – СО).

Авторами статьи был проведен анализ представленных в ФИФ ОЕИ⁴ методик поверки универсальных приборов, реализующих методы газовой и жидкостной хроматографии с различного типа детекторами и получивших широкое распространение в российских аналитических лабораториях и центрах. По результатам анализа

² Об утверждении государственной поверочной схемы 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 208–2019: Приказ Росстандарта Российской Федерации № 988 от 10 июня 2021 г. Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии РОССТАНДАРТ : официальный сайт. URL: <https://www.rst.gov.ru/portal/gost/home/activity/documents/orders/#/order/251309> (дата обращения: 21.01.2023).

³ ГЭТ 208-2024 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии / институт-хранитель ВНИИМ им. Д. И. Менделеева // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2019. URL: https://oei-analitika.ru/kurilka/order_info.php?order_id=521366&ysclid=lsvm19j7bu421572 (дата обращения: 21.02.2024).

⁴ ФИФ ОЕИ – Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry>

¹ SI (англ. International System of Units; фр. *Système international d'unités*) – Международная система единиц. См. [2] Международный словарь по метрологии: основные и общие понятия и соответствующие термины = *International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM)* / Пер. с англ. и фр. 2-е изд., испр. СПб.: НПО «Профессионал», 2010. 82 с.

установлено, что подавляющее большинство средств поверки представляют собой чистые органические вещества в статусе реактивов различной квалификации («ч.», «х. ч.», «ч. д. а.», «для хроматографии») или коммерчески доступные СО состава чистых органических веществ, имеющие определенные ограничения.

Краткий обзор СО, зарегистрированных в ФИФ ОЕИ, представлен в табл. 1. Аналогичные зарубежные сертифицированные СО (CRM) не всегда коммерчески доступны, не внесены в Методики поверки СИ.

Таким образом, для обеспечения выполнения требований постановления Правительства РФ № 311⁵ был сформирован перечень СО состава чистых органических веществ, приоритетных для разработки.

⁵ Об утверждении Положения о признании результатов калибровки при поверке средств измерений в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений : Постановление Правительства Российской Федерации от 2 апреля 2015 г. № 311 // портал ГАРАНТ.РУ : официальный сайт. URL: <https://base.garant.ru/70945668/?ysclid=lt8hl7e41b682779448>

Таблица 1. СО, зарегистрированные в ФИФ ОЕИ
Table 1. Reference materials registered in the FIF EUM

Компонент	Номер стандартного образца по реестру СО	Ограничения
Гексадекан	ГСО 7289–96	АХ – молярная доля компонента ¹⁾
	ГСО 4256–88	Срок действия типа истек (Украина)
Бензол	ГСО 7141–95	АХ – молярная доля компонента ¹⁾
	ГСО 2914–84	Срок действия типа истек (Украина)
Гептан	ГСО 2584–83	АХ – молярная доля компонента ¹⁾ Срок действия типа истек (Украина)
н-Додекан	ГСО 4254–88	Срок действия типа истек (Украина)
Антрацен	ГСО 8749–2006	АХ – массовая концентрация компонента ¹⁾ Срок действия типа истек
	ГСО 6425–92	Срок действия типа истек
	ГСО 5377÷5379–90	
Кофеин	ГСО 11872–2022 ²⁾	Границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения СО (при $P = 0,95$) $\pm 1,0\%$
Резерпин	отсутствуют	
Глюкоза	ГСО 11506–2020	Единичный ввоз (SRM 917с) Срок действия типа истек
	ГСО 11683–2021	АХ – молярная концентрация компонента ¹⁾
	ГСО 7484–98	Срок действия типа истек
	ГСО 9053–2008	
Сахароза	ГСО 11886–2022 ³⁾	Границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения СО (при $P = 0,95$) $\pm 0,9\%$
гамма-Гексахлорциклогексан	ГСО 12031–2022 ²⁾	Границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения СО (при $P = 0,95$) $\pm 2,0\%$
	ГСО 8890–2007	Не обеспечен прослеживаемостью к соответствующей единице величины
	ГСО 7889–2001	Срок действия типа истек
	ГСО 5430÷5431–90	

Окончание табл. 1
End of Table 1

Компонент	Номер стандартного образа по реестру СО	Ограничения
Гексахлорбензол	ГСО 9106–2008	Не обеспечен прослеживаемостью к соответствующей единице величины
	ГСО 7495–98, ГСО 5213–90	Срок действия типа истек

Примечания:

¹⁾ описание типа не демонстрирует прослеживаемость к единице величины, реализуемой на ГПЭ соответствующей единицы величины;

²⁾ передача компетенции ГВЭТ 1–208 в соответствующей области оценки чистоты органических веществ;

³⁾ обеспечивает прослеживаемость к единице величины «массовая доля компонента», воспроизводимой Государственным первичным эталоном единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176.

Целью настоящего исследования являлось создание новых типов СО, прослеживаемых к ГЭТ 208, с аттестованными значениями массовой доли основного компонента в чистых веществах: гексахлорбензоле, н-додекане, н-гептане, н-гексадекане, гексахлорциклогексане, бензоле, резерпине, кофеине, глюкозе, сахарозе и антрацене.

В рамках данного исследования авторы сформулировали следующие задачи:

- обосновать выбор вещества-кандидата на роль СО;
- проанализировать способы оценки чистоты исследуемых органических веществ;
- выбрать оптимальные аналитические процедуры для определения примесных компонентов в чистых веществах, разработать соответствующие методики измерений, используя оборудование, включенное в состав ГЭТ 208;

– выполнить измерения массовой доли основного компонента в чистых веществах, провести испытания однородности и стабильности материала СО, составить бюджет неопределенности аттестованных значений СО и воспроизвести таким образом единицу величины «массовая доля компонента» для каждого из перечисленных выше чистых веществ.

Материалы и методы

Материалы

В качестве материалов для изготовления СО были использованы коммерчески доступные чистые органические вещества отечественного и зарубежного производства, приведенные в табл. 2.

Выбор веществ-кандидатов СО был сделан в пользу реактивов, обладающих максимальной чистотой,

Таблица 2. Характеристики выбранных материалов – коммерческих продуктов

Table 2. Description of selected materials – commercial products

Вещество	Производитель или нормативный документ	Заявленное значение чистоты вещества, %	Данные о точности	Метод определения чистоты вещества
Гексадекан	ГОСТ 12525	99,0	не заявлены	МБ ¹⁾
Бензол эталонный	СТП ТУ КОМП 3-138-09	99,93	не заявлены	МБ ¹⁾
Гептан нормальный эталонный	ГОСТ 25828	не нормируется	не заявлены	нет данных
н-Додекан	Acros Organics (Бельгия)	99	не заявлены	МБ ¹⁾
Антрацен	Sigma-Aldrich, 10580	99,9	не заявлены	МБ ¹⁾
Кофеин	Sigma-Aldrich, C0750	100	не заявлены	МБ ¹⁾
Резерпин	Sigma-Aldrich, 83580	99,8	не заявлены	МБ ¹⁾

Окончание табл. 2
End of Table 2

Вещество	Производитель или нормативный документ	Заявленное значение чистоты вещества, %	Данные о точности	Метод определения чистоты вещества
Глюкоза	Китай	не нормируется	не заявлены	нет данных
Сахароза	ГОСТ 5833	не нормируется	не заявлены	нет данных
гамма-Гексахлорциклогексан	Supelco, PNR1244	99,6	$\pm 0,2\%$ (при $k=2$)	МБ ¹⁾
Гексахлорбензол	ООО «Резерв», Россия	99,0	не заявлены	нет данных

Примечание:

¹⁾ оценка чистоты вещества методом МБ «100% минус сумма примесей»; в сумму примесей включены только родственные соединения.

заявленной производителем. Данные о допустимой погрешности (расширенной неопределенности) значения массовой доли ОК в паспортах (сертификатах) или нормативных документах на выпуск, в основном, отсутствовали.

Оборудование

Все исследования были проведены на комплексе аналитического оборудования, входящего в состав ГЭТ 208 [3]. Детальная информация об аналитических методах и средствах измерений приведена в табл. 3.

Методы и процедура исследований Алгоритм

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

Таблица 3. Перечень применяемого аналитического оборудования из состава ГЭТ 208
Table 3. The list of used analytical equipment as included in the GET 208

№	Компонент	Метод измерений / оборудование ¹⁾ в составе ГЭТ 208-2019			
		РС	ЛОС	НС	вода
1	Гексахлорбензол	Метод ГХ–МС / прибор Agilent 7890B/5977B (Agilent Technologies, США), прибор Agilent 7000DGC/MS TripleQuad (Agilent Technologies, США)		Метод ТГА / прибор NETZCH Jupiter 449 F5 (NETZSCH-Geratebau GmbH, Германия)	Метод кулонометрического титрования по К. Фишеру / прибор Mettler Toledo C30 (Mettler Toledo, Швейцария)
2	Линдан				
3	н-Гексадекан				
4	н-Додекан				
5	Бензол				
6	н-Гептан	Метод ГХ / прибор Agilent 7890A/Agilent 5975C (Agilent Technologies, США)	Метод ИСП–МС / прибор Agilent Triple Quad 8800 (Agilent Technologies, США)	Гравиметрический метод / весы GH-252 (A&D Company Ltd., Япония)	Метод кулонометрического титрования по К. Фишеру / прибор Mettler Toledo C30 (Mettler Toledo, Швейцария)

Окончание табл. 3
End of Table 3

№	Компонент	Метод измерений / оборудование ¹⁾ в составе ГЭТ 208-2019			
		РС	ЛОС	НС	вода
7	Глюкоза	Метод ВЭЖХ-УФДМ/СР / прибор Agilent 1200 (Agilent Technologies, США)	Метод ГХ / прибор Agilent 7890В/5977В (Agilent Technologies, США) с термодесор-бером Markes TD100-хr (Markes International, Великобритания)	Гравиметрический метод / весы GH-252 (A&D Company Ltd., Япония)	Метод кулонометрического титрования по К. Фишеру / прибор Mettler Toledo С30 с сушильной печью D0308 (Mettler Toledo, Швейцария)
8	Сахароза		Метод ГХ-ПВД / прибор «Кристалл 5000» («Хроматэк», Россия)		
9	Антрацен			Метод ТГА / прибор NETZCH Jupiter 449 F5 (NETZSCH-Geratebau GmbH, Германия)	
10	Резерпин				
11	Кофеин				

Примечание:

¹⁾ в скобках указан производитель оборудования.

рекомендациям IUPAC⁶. 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:

группа 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;

группа 2: примеси воды, свободной и кристаллогидратной;

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

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

Альтернатива МБ – метод количественного ядерного магнитного резонанса (qNMR). ЯМР-спектроскопия достаточно давно зарекомендовала себя как ведущий метод качественного структурного анализа органических молекул. Однако 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.

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.

⁶ IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) – Международный союз теоретической и прикладной химии : официальный сайт. URL: <https://bigenc.ru/c/mezhdunarodnyi-soiuz-teoreticheskoi-i-prikladnoi-khimii-b25010>

Метод

Входящее в состав ГЭТ 208 оборудование в полной мере позволяет реализовать метод МБ [3].

Этап 1. В ходе первого этапа работы для каждого вещества были проведены теоретические исследования с целью установления перечня вероятных примесей с учетом технологических схем получения исследуемых веществ и изучения предложенных ранее подходов к оценке их чистоты ГОСТ 12525–85, ГОСТ 25828–83, ГОСТ 5833–75, ГОСТ 6038–79, [4–10] и др.

Этап 2. На втором этапе были выполнены экспериментальные исследования: определены оптимальные аналитические методы, разработаны процедуры измерений примесных компонентов, на основе чего с учетом требований ГОСТ 8.563-2009 разработаны методики характеристики чистых органических веществ.

Для каждого вещества проводили идентификацию основного компонента и определяли содержание примесей РС, ЛОС, НС и воды.

Изготовление СО

Чистые вещества, находящиеся при комнатной температуре в жидком агрегатном состоянии (н-додекан, н-гептан, н-гексадекан, бензол), были расфасованы по 1,5–3 см³ в токе аргона в стеклянные ампулы номинальной вместимостью 5 см³. Вещества, находящиеся при комнатной температуре в твердом агрегатном состоянии, были расфасованы по 50 мг (линдан), 100 мг (гексахлорбензол, резерпин, кофеин, антрацен) и 2 г (глюкоза, сахароза) в стеклянные флаконы (виалы) номинальной вместимостью 2 и 4 см³. Ампулы были запаяны с применением автомата шприцевого наполнения и запайки ампул Н101 с использованием кислородно-водородной газовой смеси. Флаконы герметично укупорены инертными септами и крышками с контролем вскрытия или алюминиевыми колпачками «под обжим». Первичная упаковка была этикетирована.

Результаты и обсуждение**Установление метрологических характеристик материала СО**

Аттестованные значения СО были получены по методикам характеристики чистых органических веществ, включенным в комплект документации ГЭТ 208.

Идентификация основного компонента гексахлорбензола, н-додекана, н-гептана, н-гексадекана, гексахлорциклогексана, бензола, кофеина и антрацена выполнена методом ГХ–МС с использованием библиотек масс-спектров электронной ионизации NIST 14 и привлечением информации

по параметрам удерживания (хроматографические индексы удерживания).

Подтверждение подлинности сахарозы и глюкозы выполнено с применением метода ГХ–МС с предварительным получением триметилсилильных производных соответствующих веществ по процедуре, приведенной в [10]. Идентификацию зарегистрированных хроматографических пиков проводили с использованием электронной библиотеки масс-спектров NIST 17. В качестве критерия идентификации принимали совпадение масс-спектра аттестуемого вещества с библиотечным масс-спектром, если степень совпадения составляла не менее 75%. Подлинность глюкозы дополнительно подтверждена с использованием реакции с реактивом Фелинга.

Идентификация резерпина проведена с применением метода ВЭЖХ–УФДМ/СР путем сравнения экспериментальных УФ-спектров (спектральных свойств) аттестуемого образца с литературными. В качестве критерия идентификации ОК принимали совпадение спектральных отношений (волновых чисел), полученных из экспериментальных данных и литературных спектров, а также самих спектров.

Значение массовой доли основного компонента w_B , %, для каждого чистого вещества рассчитывали по формулам общего вида

$$w_B = 100 - \sum w_n, \quad (1)$$

где w_n – массовая доля примесного компонента (суммы компонентов) n -ой группы примесей, %;

n – количество групп примесей (3 или 4);

$$\sum w_n = w_{PC} + w_{ЛОС} + w_{НС} + w_{H_2O}, \quad (2)$$

где w_{PC} – массовая доля РС (суммарно), %;

$w_{ЛОС}$ – массовая доля ЛОС (суммарно), %;

$w_{НС}$ – массовая доля НС, %;

w_{H_2O} – массовая доля воды, %.

Результаты измерений содержания примесных компонентов (суммарно) в чистых веществах обобщены в табл. 4. Предел количественного определения примесей устанавливали для каждого вещества индивидуально с учетом его специфики и экономической целесообразности при серийном производстве СО (стоимость и доступность материала СО).

Модель измерений законченного процесса характеристики для оценивания неопределенности учитывала все факторы, которые могут внести существенный вклад в неопределенность аттестованного СО. Поэтому

Таблица 4. Результаты измерений содержания примесных компонентов чистых органических веществ
Table 4. The measurement results of the content of impurity components

Компонент	Массовая доля примеси РС, %	Массовая доля примеси ЛОС, %	Массовая доля воды, %	Массовая доля примеси НС, %	Массовая доля компонента, %
Антрацен	0,294 ± 0,083	< 0,004	0,0009 ± 0,0002	0,007 ± 0,001	99,70 ± 0,11
Кофеин	< 0,001	< 0,004	< 0,05	0	99,97 ± 0,03
Резерпин	0,282 ± 0,064	0,017 ± 0,006	< 0,05	0	99,70 ± 0,14
Глюкоза	0,21 ± 0,06	< 0,001	0,097 ± 0,002	< 0,005	99,69 ± 0,10
Сахароза	< 0,02	< 0,001	< 0,01	< 0,005	99,98 ± 0,02
н-Гексадекан	1,10 ± 0,10		< 0,01	< 0,0005	98,89 ± 0,10
Бензол	0,0135 ± 0,0034		0,0095 ± 0,0014	< 0,0005	99,68 ± 0,02
н-Гептан	0,786 ± 0,012		0,0022 ± 0,0002	< 0,0035	99,21 ± 0,05
н-Додекан	0,986 ± 0,150		0,0048 ± 0,0007	< 0,0005	99,01 ± 0,31
Гексахлор-бензол	1,177 ± 0,228		< 0,010	< 0,005	98,82 ± 0,26
Линдан	1,952 ± 0,210		< 0,010	< 0,005	98,05 ± 0,29

с учетом требований РМГ 93–2015, ГОСТ 8.315-2019, ГОСТ ISO Guide 35–2015 для установления суммарной стандартной неопределенности аттестованного значения экспериментальных партий СО были оценены и учтены возможные вклады от неоднородности и нестабильности СО.

В качестве компонентов-индикаторов при исследовании однородности и стабильности СО были выбраны примеси РС (сумма РС или индивидуальные РС, обнаруженные в материале СО в макроколичестве). Измерения содержания примесей РС выполняли по методикам характеристики чистых веществ.

Исследование долговременной стабильности СО выполнено методом ускоренного старения. Учитывая рекомендованный диапазон температур хранения СО, исследование изохронной стабильности проводили при опорной температуре +2 °С (для додекана, гексадекана и бензола), +4 °С (для линдана, гексахлорбензола, гептана, сахарозы и глюкозы), –10 °С (для антрацена), –18 °С (для кофеина и резерпина) и температуре испытаний +44 °С (для додекана, гексадекана, линдана и гексахлорбензола), +45 °С (для бензола, гептана, антрацена, кофеина и резерпина), +50 °С (для сахарозы и глюкозы). Продолжительность исследования стабильности τ (в сут.) оценивали по формуле

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

где T – предполагаемый срок годности экземпляра СО; t_0, t_1 – температура хранения материала СО и температура хранения СО при ускоренном старении.

При фиксированных значениях температуры хранения и исходя из предполагаемого срока годности СО не менее трех лет продолжительность исследования стабильности τ составила 14 суток (для кофеина и резерпина), 24 дня (для антрацена), 45 суток (для сахарозы и глюкозы), 56 суток (для бензола), 60 суток (для додекана и гексадекана), 64 дня (для гептана), 68 суток (для линдана и гексахлорбензола).

Расчет стандартной неопределенности от нестабильности СО выполнен по формулам, приведенным в РМГ 93–2015.

Статистически значимого изменения за период исследования стабильности не обнаружено. По результатам исследований сделан вывод о стабильности СО при выбранных температурах хранения и транспортирования и установлен срок годности СО – 3 года.

Расчет бюджета неопределенности аттестованных характеристик СО проводили по формуле общего вида

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

где $u_c(w_B)$ – суммарная стандартная неопределенность, %;

u_{char} – стандартная неопределенность характеристики СО (определение аттестованного значения), %;

u_h – стандартная неопределенность от неоднородности СО, %;

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

Расширенную неопределенность U (при $k = 2$, $P = 0,95$), %, вычисляли по формуле

$$U = k \cdot u_c(w_B). \quad (5)$$

Результаты расчетов для экспериментальных партий СО обобщены в табл. 5.

В результате проведенных исследований были аттестованы СО состава чистых органических веществ. Данные о метрологических характеристиках утвержденных типов СО обобщены в табл. 6. Принятые алгоритмы расчета суммарной стандартной неопределенности аттестуемых значений СО, учитывающие возможные вариации мультипликативного вклада стандартной неопределенности от характеристики материала СО и допускаемых вкладов стандартных неопределенностей от неоднородности и нестабильности СО, позволили создать СО наивысшей точности (по сравнению с традиционными СО). Для достижения этой цели интервал допускаемых

аттестованных значений СО состава сахарозы, гексадекана и линдана был разделен на два поддиапазона с допускаемыми значениями расширенной неопределенности.

Метрологические характеристики разработанных СО сопоставимы с метрологическими характеристиками аналогичных референтных материалов, выпускаемых зарубежными национальными метрологическими институтами и авторитетными производителями других стран (табл. 7).

В соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах разработанные СО выполняют функции эталонов сравнения, обеспечивая метрологическую прослеживаемость к ГЭТ 208.

Заключение

По результатам выполненных исследований разработаны и внесены в реестр утвержденных типов СО ФИФ ОЕИ одиннадцать новых типов стандартных образцов состава чистых органических веществ (н-додекан, н-гептан, н-гексадекан, бензол, гексахлорбензол, линдан, резерпин, кофеин, глюкоза, сахароза, антрацен) с установленной прослеживаемостью аттестованного значения массовой доли основного компонента в чистом веществе к ГЭТ 208.

Таблица 5. Расчет расширенной неопределенности СО

Table 5. Calculation of expanded uncertainty of RMs

Наименование стандартного образца	u_{char} , %	u_h , %	u_{stab} , %	$u_c(w_B)$, %	$U^{(1)}$ (при $k=2, P=0,95$), %
СО состава антрацена	0,050	0,013	0,010	0,053	0,11
СО состава кофеина	0,014	0,001	0,001	0,014	0,03
СО состава резерпина	0,043	0,021	0,014	0,050	0,10
СО состава глюкозы	0,031	0,007	0,007	0,034	0,07
СО состава сахарозы	0,009	–	–	0,009	0,02
СО состава н-гексадекана	0,050	–	–	0,050	0,10
СО состава бензола	0,008	0,001	0,001	0,008	0,02
СО состава н-гептана	0,008	0,005	0,005	0,011	0,02
СО состава н-додекана	0,150	0,030	0,020	0,154	0,31
СО состава гексахлорбензола	0,118	0,040	0,030	0,128	0,26
СО состава линдана	0,137	0,02	0,021	0,140	0,28

Примечание :

¹⁾ численно равно границам погрешности аттестованного значения СО $\pm \delta$ (в %) при $P = 0,95$.

Таблица 6. Метрологические характеристики СО по описанию типа СО
Table 6. Metrological characteristics of RMs according to the type description

Наименование стандартного образца	Интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли компонента (w_B), %	Допускаемое значение расширенной неопределенности аттестованного значения U^1 (при $k=2$, $P=0,95$), %
СО состава антрацена	99,00–99,80	$0,36 \cdot (100-w_B)$
СО состава кофеина	99,70–99,96 99,96–99,98	$0,4 \cdot (100-w_B)$ $0,9 \cdot (100-w_B)$
СО состава резерпина	99,3–99,85	$0,46 \cdot (100-w_B)$
СО состава глюкозы	99,50–99,85	$0,10^2$
СО состава сахарозы	98,70–99,95 99,95–99,98	$0,4 \cdot (100-w_B)^2$ $0,9 \cdot (100-w_B)^2$
СО состава н-гексадекана	98,00–99,89	$0,10^2$
СО состава бензола	99,90–99,98	$0,8 \cdot (100-w_B)$
СО состава н-гептана	99,00–99,90	0,02
СО состава н-додекана	98,40–99,70	$0,284 \cdot (100-w_B) + 0,03$
СО состава гексахлорбензола	97,50–99,00 99,00–99,55	$0,2 \cdot (100-w_B) + 0,02$ $0,2 \cdot (100-w_B) + 0,05$
СО состава линдана	96,50–99,00 99,00–99,70	$0,14 \cdot (100-w_B) + 0,02$ $0,12 \cdot (100-w_B) + 0,04$

Примечания:

¹⁾ численно равно границам погрешности аттестованного значения $CO \pm \delta$ (в %) при $P=0,95$;

²⁾ приведены значения относительной расширенной неопределенности.

Таблица 7. Сравнительные характеристики ССО ВНИИМ и референтных материалов зарубежных производителей
Table 7. Comparison characteristics of VNIIM CRMs and foreign reference materials

Чистое вещество	ВНИИМ		Зарубежный производитель	
	Номер СО	Массовая доля основного компонента, %	Номер RM	Массовая доля основного компонента, %
Гексахлорбензол	ГСО 12101–2022	$98,82 \pm 0,26$	DRE-C14160000	$99,90 \pm 0,30$
н-Додекан	ГСО 12133–2023	$99,01 \pm 0,31$	TraceCERT 92064	$99,3 \pm 0,3$
н-Гептан	ГСО 12062–2022	$99,21 \pm 0,05$	PHR1554	$99,5 \pm 0,1$
Бензол	ГСО 11988–2022	$99,68 \pm 0,02$	CRM PHR1310	$99,9 \pm 0,1$
н-Гексадекан	ГСО 11731–2021	$98,89 \pm 0,10$	RM 78293	$99,4 \pm 2,0$
Линдан	ГСО 12102–2022	$98,05 \pm 0,29$	CRM NMIP 1332	$99,7 \pm 0,4$
Глюкоза	ГСО 11989–2022	$99,69 \pm 0,10$	SRM 917c	$99,7 \pm 0,3$
Сахароза	ГСО 12134–2023	$100,00 \pm 0,03$	SRM 917f	$99,7 \pm 0,3$

Окончание табл. 7
End of Table 7

Чистое вещество	ВНИИМ		Зарубежный производитель	
	Номер СО	Массовая доля основного компонента, %	Номер RM	Массовая доля основного компонента, %
Антрацен	ГСО 12059–2022	99,70 ± 0,11	RM DRE-C20520000	99,52 ± 0,71
Кофеин	ГСО 12060–2022	99,97 ± 0,03	TraceCERT 92064	99,9 ± 0,4
Резерпин	ГСО 12061–2022	99,70 ± 0,14	PHR1750	99,2 ± 0,4

Для изготовления СО были использованы коммерчески доступные чистые вещества. Определение массовой доли основного компонента в чистых веществах выполнено косвенным методом массового баланса «100% минус сумма примесей» в соответствии с разработанными методиками характеристики чистых веществ, включенными в комплект эталонной документации ГЭТ 208-2024.

СО представляют собой чистые вещества, расфасованные в стеклянные ампулы (н-додекан, н-гептан, н-гексадекан, бензол) или флаконы (гексахлорбензол, линдан, резерпин, кофеин, глюкоза, сахароза, антрацен). Массовая доля основного компонента СО находится в диапазоне от 98,00 до 99,99%, относительная расширенная неопределенность (при $k=2$, $P=0,95$) не превышает 0,5%. Срок годности СО установлен методом ускоренного старения и составляет 3 года при соблюдении условий хранения. Установлено, что метрологические характеристики СО сопоставимы с метрологическими характеристиками аналогичных СО зарубежного производства. Разработанные СО прошли метрологическую экспертизу и внесены в Реестр утвержденных типов стандартных образцов ФИФ ОЕИ.

Теоретическая значимость полученных результатов состоит в разработке измерительных технологий и нормативных документов, которые необходимы для серийного производства СО и могут быть использованы в качестве основы при аттестации других – однотипных органических веществ.

Практическая значимость выполненных исследований заключается в расширении метрологического сервиса, предоставляемого российским потребителям СО. Описанные в статье СО в настоящий момент коммерчески доступны для всех заинтересованных лиц и практически закрывают потребность в метрологическом обеспечении испытаний и поверки большинства универсальных хроматографических приборов (газовые, жидкостные и газожидкостные хроматографы с разными типами детекторов, анализаторы нефтепродуктов),

используемых в области органического анализа. Кроме того, разработанные СО передают соответствующие единицы величин от ГЭТ 208 вторичным и разрядным рабочим эталонам, а также обеспечивают метрологическую прослеживаемость результатам измерений, получаемым в аналитических лабораториях в различных сферах деятельности, включая пищевую и химическую промышленность, охрану окружающей среды и научные исследования.

Благодарности: Исследование выполнено в рамках научно-исследовательской работы «Разработка стандартных образцов состава органических компонентов в целях комплексного решения задачи обеспечения метрологической прослеживаемости», шифр «Поверка – ГЭТ 208». Все измерения проводились с использованием оборудования ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Авторы выражают благодарность руководству ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» и лично генеральному директору Антону Николаевичу Пронину за постановку данной темы за счет внутренних средств организации.

Acknowledgments: The study was performed as part of the research work «Development of reference materials of the composition of organic components in order to comprehensively solve the problem of ensuring metrological traceability», code «Verification – GET 208». All measurements were carried out using the equipment of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology.

The authors express their gratitude to the management of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology and personally to Anton N. Pronin, General Director of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology, for the statement of this topic at the expense of the organization's internal funds.

Вклад соавторов: Крылов А. И. – руководство научно-исследовательской работой, разработка концепции исследования, проверка и редакция текста статьи; Михеева А. Ю. – курирование исследования, валидация

результатов исследования, осуществление формального анализа, оформление документов по испытаниям СО в целях утверждения типа; Ткаченко И. Ю. – курирование исследований, осуществление формального анализа, организация работ по производству СО, оформление документов по разработке и испытаниям СО в целях утверждения типа, подготовка проекта статьи; Максакова И. Б. – анализ экспериментальных данных, оформление документов по испытаниям СО в целях утверждения типа; Ушал И. Э. – анализ экспериментальных данных, оформление документов по разработке СО; Иванова А. Ю. – проведение исследовательских работ, оформление документов по разработке СО; Будко А. Г. – проведение исследовательских работ, оформление документов по разработке СО; Харитонов С. Г. – проведение исследовательских работ, оформление документов по разработке СО; Спиринов С. В. – проведение исследовательских работ.

Contribution of the authors: Krylov A. I. – management of research work, development of the research concept, revision of the text; Mikheeva A. Yu. – supervision of the study, validation of the study results, implementation of formal analysis, preparation of documents for testing of CRMs for type approval; Tkachenko I. Yu. – supervision of research, implementation of formal analysis, organization of work on the production of reference materials, preparation of documents for the development and testing of CRMs for type approval, preparation of a draft article; Maksakova I. B. – analysis of experimental data, preparation of documents for testing of CRMs for type approval; Ushal I. E. – analysis

of experimental data, preparation of documents for the development of CRMs; Ivanova A. Yu. – research work, preparation of documents for the development of CRMs; Budko A. G. – research work, preparation of documents for the development of CRMs; Kharitonov S. G. – research work, preparation of documents for the development of CRMs; Spirin S. V. – research work.

Конфликт интересов: Материал статьи подготовлен на основе доклада, представленного на II Всероссийской конференции участников Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов (ГССО) (г. Москва, 14 апреля 2022 г.). Материал статьи допущен к публикации после доработки тезисов доклада, оформления статьи и проведения процедуры рецензирования.

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

Conflict of interest: The material of the article was prepared on the basis of a report presented at the II All-Russian Conference of Participants of the State Service for Reference Materials of the Composition and Properties of Substances and Materials (GSSO) (Moscow, April 14, 2022). The material of the article was approved for publication after finalizing the abstracts of the report, designing the article, and conducting the review procedure.

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., Будко А. Г., Крылов А. И.* Алгоритм определения чистоты чистых органических веществ фталатов косвенным методом массового баланса // Эталоны. Стандартные образцы. 2022. Т. 18, № 3. С. 41–55. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-3-41-55>
2. Международный словарь по метрологии: основные и общие понятия и соответствующие термины=International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM) / Пер. с англ. и фр. 2-е изд., испр. СПб. : НПО Профессионал, 2010. 82 с.
3. *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. 3–33. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-7-33>
4. *Михеева А. Ю., Крылов А. И., Будко А. Г.* Алгоритм определения чистоты органических веществ, пригодных к выделению или очистке методом перегонки // Эталоны. Стандартные образцы. 2022. Т. 18, № 2. С. 5–18. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-2-5-18>
5. *Pavlovich O. N.* Separation of high-purity phenanthrene and anthracene from the anthracene fraction of coal tar // *Coke and Chemistry*. 2012. Vol. 55, № 6. P. 247–248.
6. Preparation of a reserpine certified reference material for calibration and analysis of liquid chromatography / *J. Zhou [et al.] // Accreditation and Quality Assurance*. 2020. Vol. 25. P. 51–60. <https://doi.org/10.1007/s00769-019-01412-9>
7. *Михеева А. Ю., Крылов А. И., Будко А. Г.* Алгоритм определения чистоты органических веществ, пригодных к выделению или очистке методом перегонки // Эталоны. Стандартные образцы. 2022. Т. 18, № 2. С. 4–18. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-2-5-18>

8. Shehata A. B., Rizk M. S., Rend E. A. Certification of caffeine reference material purity by ultraviolet/visible spectrophotometry and high-performance liquid chromatography with diode-array detection as two independent analytical method // *Journal of Food and Drug Analysis*. 2016. Vol. 24, Iss. 4. P. 703–715. <https://doi.org/10.1016/j.jfda.2016.06.009>
9. Zitko V. Hexachlorobenzene. In: *Persistent Organic Pollutants* // *Persistent Organic Pollutants*: H. Fiedler eds. Springer, Berlin, Heidelberg, 2003. Vol. 30. https://doi.org/10.1007/10751132_5
10. Knapp D. R. *Handbook of analytical derivatization reaction*. A Wiley Interscience publication, 1979. 768 p.

REFERENCES

1. Mikheeva A. Yu., Budko A. G., Krylov A. I. Algorithm for determining the purity of pure organic substances of phthalates by the indirect method of mass balance. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2022;18(3):41–55. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-3-41-55>
2. International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM). Accessed October 20, 2022. https://www.iso.org/sites/JCGM/VIM/JCGM_200e_FILES/MAIN_JCGM_200e/Start_e.htm
3. 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>
4. Mikheeva A. Y., Krylov A. I., Budko A. G. An algorithm for determining the purity of organic substances, suitable for separation or purification by distillation. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2022;18(2):5–18. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-2-5-18>
5. Pavlovich O. N. Separation of high-purity phenanthrene and anthracene from the anthracene fraction of coal tar. *Coke and Chemistry*. 2012;55(6):247–248.
6. Zhou J., Huang Y., Chen L., Xu J., Lin K., Mao Y. et al. Preparation of a reserpine certified reference material for calibration and analysis of liquid chromatography. *Accreditation and Quality Assurance*. 2020;25:51–60. <https://doi.org/10.1007/s00769-019-01412-9>
7. Mikheeva A. Yu., Krylov A. I., Budko A. G. Algorithm for determining the purity of organic substances suitable for isolation or purification by distillation. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2022;18(2):4–18. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-2-5-18>
8. Shehata A. B., Rizk M. S., Rend E. A. Certification of caffeine reference material purity by ultraviolet/visible spectrophotometry and high-performance liquid chromatography with diode-array detection as two independent analytical method. *Journal of Food and Drug Analysis*. 2016;24(4):703–715. <https://doi.org/10.1016/j.jfda.2016.06.009>
9. Zitko V. Hexachlorobenzene. In: Fiedler H. (eds). *Persistent Organic Pollutants. The Handbook of Environmental Chemistry*. Springer; 2003(30). https://doi.org/10.1007/10751132_5
10. Knapp D. R. *Handbook of analytical derivatization reaction*. A Wiley Interscience publication; 1979: 768.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

Certification of Standard Reference Material® 917d D Glucose (Dextrose) // NIST [website]. <https://doi.org/10.6028/NIST.SP.260–232> (дата обращения: 20.03.2023).

Certificate of Analysis SRM 917c D-Glucose // MERCK [website]. <https://www.sigmaaldrich.com/RU/en/product/sial/nist917c>. (Accessed 20 March 2023).

ГОСТ 12525–85 Цетан эталонный. Технические условия = Grade reference cetane. Specifications. М. : Стандартинформ, 2009. 5 с.

ГОСТ 25828–83 Гептан нормальный эталонный = Standard n-heptane. Specifications. Технические условия. М. : Стандартинформ, 2009. 4 с.

ГОСТ 5833–75 Реактивы. Сахароза. Технические условия = Reagents Saccharose. Specifications. М. : Издательство стандартов, 1993. 12 с.

ГОСТ 6038–79 Реактивы. D-глюкоза. Технические условия = Reagents. D-Glucose. Specifications. М. : ИПК Издательство стандартов, 2002. 6 с.

ГОСТ ISO 17511–2011 МГС. Изделия медицинские для диагностики in vitro. Измерение величин в биологических пробах. Метрологическая прослеживаемость значений, приписанных калибраторам и контрольным материалам. М. : Стандартинформ, 2013. 31 с.

ГОСТ ISO Guide 35–2015 Стандартные образцы – Общие и статистические принципы сертификации (аттестации). М. : Стандартинформ, 2017. 65 с.

ГЭТ 208-2024 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-

спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии / институт-хранитель ВНИИМ им. Д. И. Менделеева // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2019.

URL: https://oeianalitika.ru/kurilka/order_info.php?order_id=521366&ysclid=lsvml9j7bu421572

РМГ 93–2015 Государственная система обеспечения единства измерений. Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов. М. : Стандартинформ, 2016. 32.

ФС.2.1.0034.15 Сахароза // Государственная фармакопея Российской Федерации. XIII издание. Том III [Электронный ресурс]. URL: <http://pharmacosropeia.ru/fs-2-1-0034-15-saharoz> (дата обращения: 20.03.2023).

Об утверждении государственной поверочной схемы 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 208–2019: Приказ Росстандарта Российской Федерации № 988 от 10 июня 2021 г. <https://www.rst.gov.ru/portal/gost/home/activity/documents/orders#/order/251309> (дата обращения: 21.01.2023).

Об утверждении 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: Приказ Росстандарта Российской Федерации от 27 декабря 2019 г. № 3390 // Министерство промышленности и торговли Российской Федерации Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии : официальный сайт. URL: <https://www.rst.gov.ru/portal/gost/home/activity/documents/orders#/order/137053> (дата обращения: 21.01.2023).

Об утверждении Положения о признании результатов калибровки при поверке средств измерений в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений : Постановление Правительства Российской Федерации от 2 апреля 2015 г. № 311 // портал ГАРАНТ.РУ : официальный сайт. URL: <https://base.garant.ru/70945668/?ysclid=lt8hl7e41b682779448>

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Ткаченко Ирина Юрьевна – руководитель сектора производства стандартных образцов научно-исследовательского отдела госэталонов в области органического и неорганического анализа

ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19
e-mail: i.y.tkachenko@vniim.ru
<https://orcid.org/0000-0002-4079-6301>

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

190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19
e-mail: may@b10.vniim.ru
<https://orcid.org/0000-0003-1032-5653>
Researcher ID: B-6506–2019

Ушал Инна Эдвардовна – канд. биол. наук, руководитель лаборатории разработки, испытаний и производства стандартных образцов научно-исследовательского отдела госэталонов в области органического и неорганического анализа ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

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

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

190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19
e-mail: a.yu.ivanova@vniim.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Irina Y. Tkachenko – Head of the research department of state standards in the field of organic and inorganic analysis, D. I. Mendeleev Institute for Metrology (VNIIM)

19 Moskovsky ave., Saint Petersburg, 190005, Russia

e-mail: i.y.tkachenko@vniim.ru
<https://orcid.org/0000-0002-4079-6301>

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

19 Moskovskiy ave., Saint Petersburg, 190005, Russia

e-mail: may@b10.vniim.ru
<https://orcid.org/0000-0003-1032-5653>
Researcher ID: B-6506–2019

Inna E. Ushal – Cand. Sci. (Biol.), Head of the laboratory for the development, testing and production of reference materials of the research department of state standards in the field of organic and inorganic analysis, D. I. Mendeleev Institute for Metrology (VNIIM)

19 Moskovsky ave., Saint Petersburg, 190005, Russia
e-mail: i.e.ushal@vniim.ru

Anna Y. Ivanova – Cand. Sci. (Chem.), Senior Researcher of the research department of state standards in the field of organic and inorganic analysis, D. I. Mendeleev Institute for Metrology (VNIIM)

19 Moskovsky ave., Saint Petersburg, 190005, Russia
e-mail: a.yu.ivanova@vniim.ru

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

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

e-mail: aa@b10.vniim.ru

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

Researcher ID: 0-8550–201

Харитонов Сергей Геннадиевич – ведущий инженер научно-исследовательского отдела госэталонов в области органического и неорганического анализа ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

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

e-mail: s. g.kharitonov@vniim.ru

Максакова Ирина Борисовна – руководитель лаборатории неорганического анализа научно-исследовательского отдела госэталонов в области органического и неорганического анализа ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

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

e-mail: i. b.maksakova@vniim.ru

Спирин Сергей Владимирович – и. о. руководителя лаборатории органического анализа научно-исследовательского отдела госэталонов в области органического и неорганического анализа ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

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

e-mail: s. v.spirin@vniim.ru

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

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

e-mail: akrylov@b10.vniim.ru

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

19 Moskovskiy ave., Saint Petersburg, 190005, Russia

e-mail: aa@b10.vniim.ru

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

Researcher ID: 0-8550–2018

Sergey G. Kharitonov – Leading Engineer of the of the research department of state standards in the field of organic and inorganic analysis,, D. I. Mendeleev Institute for Metrology (VNIIM)

19 Moskovsky ave., Saint Petersburg, 190005, Russia

e-mail: s. g.kharitonov@vniim.ru

Irina B. Maksakova – Head of the laboratory of inorganic analysis of the of the research department of state standards in the field of organic and inorganic analysis,, D. I. Mendeleev Institute for Metrology (VNIIM)

19 Moskovsky ave., Saint Petersburg, 190005, Russia

e-mail: i. b.maksakova@vniim.ru

Sergey V. Spirin – Acting Head of the laboratory of organic analysis of the research department of state standards in the field of organic and inorganic analysis, D. I. Mendeleev Institute for Metrology (VNIIM)

19 Moskovsky ave., Saint Petersburg, 190005, Russia

e-mail: s. v.spirin@vniim.ru

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

19 Moskovsky ave., Saint Petersburg, 190005, Russia

e-mail: akrylov@b10.vniim.ru

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Научная статья
УДК 006.027/006.72
<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-1-47-58>



Потребность и потенциал импортозамещения стандартных образцов в Российской Федерации: анализ данных Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений

А. Н. Паньков¹  , И. Н. Зырянова² , О. Н. Кремлева² , Е. М. Володина³,
Д. П. Фокина³, В. В. Сулова²

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

² Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Екатеринбург, Россия
 metron@uniim.ru

³ МИРЭА – Российский технологический университет, г. Москва, Россия

Аннотация: Глубокая интеграция российской экономики в экономику мировую, происшедшая на рубеже XX–XXI веков, не обошла сферу производства стандартных образцов (СО). Отечественные испытательные, поверочные и калибровочные лаборатории часть СО получают из-за рубежа. Насколько велика эта часть – вопрос, крайне актуальный в настоящий момент, когда до предела обострилась глобальная конкуренция национальных хозяйств за право доминировать на собственных рынках, очерченных государственными границами.

Стратегия правительства Российской Федерации, направленная на достижение максимального уровня суверенитета и независимости национальной производственной сферы, разумеется, распространяется и на сферу метрологического обеспечения деятельности хозяйствующих субъектов. Практическая реализация данной стратегии требует комплексного анализа сведений, представленных в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ФИФ ОЕИ), об объемах зарубежных СО, масштабах их применения, глубокого понимания структуры спроса на зарубежные СО внутри страны. Одновременно необходимо сформировать представление о технических возможностях производства отечественных СО.

Данная статья дает ответы к некоторым из заявленных выше задач. Представленные авторами данные могут стать основой для принятия управленческих решений в сфере изготовления и обращения средств метрологического обеспечения производств.

Ключевые слова: стандартный образец утвержденного типа, обеспечение единства измерений, государственное регулирование, импортозамещение, отечественные стандартные образцы, стандартные образцы зарубежного производства, отечественный производитель, поверка средств измерений, Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений

Ссылка при цитировании: Потребность и потенциал импортозамещения стандартных образцов в Российской Федерации: анализ данных Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений / А. Н. Паньков [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2024. Т. 20, № 1. С. 47–58. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-1-47-58>.

Статья поступила в редакцию 23.10.2023; одобрена после рецензирования 01.12.2023; принята к публикации 25.03.2024.

REFERENCE MATERIALS

Research Article

The Need and Potential for Import Substitution of Reference Materials in the Russian Federation: Analysis of Data from the Federal Information Fund for Ensuring the Uniformity of Measurements

Andrey N. Pankov¹  , Irina N. Zyryanova² , Olga N. Kremleva² , Ekaterina M. Volodina³,
Diana P. Fokina³, Victoria V. Suslova²

¹All-Russian Scientific Research Institute of Metrological Service, Moscow, Russia

 apankov@vniims.ru

²UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology, Yekaterinburg, Russia

 metron@uniim.ru

³MIREA – Russian Technology University, Moscow, Russia

Abstract: The deep integration of the Russian economy into the global economy at the turn of the XX–XXI centuries did not bypass the production of reference materials (RM). Domestic testing, verification, and calibration laboratories receive some RMs from abroad. The number of these RMs is an extremely relevant issue at the moment, since the global competition of national economies for the right to dominate their own markets with state-limited borders has intensified.

The strategy of the Russian Federation aimed at achieving the maximum level of sovereignty and independence of the national production sector extends to the sphere of metrological support for the activities of business entities. The practical implementation of this strategy requires a comprehensive analysis of the information presented in the Federal Information Fund for Ensuring the Uniformity of Measurements (FIF EUM) on the number of foreign RMs, the scope of their application, and an understanding of the structure of demand for foreign RMs within the country. At the same time, it is necessary to form an idea of the technical capabilities of producing domestic RMs.

The article provides solutions to most of the problems stated above. The data presented by the authors can be the basis for making management decisions in the field of production and circulation of metrological support equipment for production.

Keywords: certified reference materials, ensuring the uniformity of measurements, state regulation, import substitution, domestic reference materials, foreign reference materials, domestic producer, calibration of measuring instruments, Federal Information Fund for Ensuring the Uniformity of Measurements

For citation: Pankov A. N., Zyryanova I. N., Kremleva O. N., Volodina E. M., Fokina D. P., Suslova V. V. The need and potential for import substitution of reference materials in the Russian Federation: analysis of data from the Federal Information Fund for Ensuring the Uniformity of Measurements. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2024;20(1):47–58. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-1-47-58>.

The article was submitted 23.10.2023; approved after reviewing 01.12.2023; accepted for publication 25.03.2024.

Введение

Стандартные образцы (СО) занимают преимущественную нишу в системе обеспечения единства измерений как эффективное, мобильное и доступное средство «воспроизведения, хранения и передачи характеристик

состава или свойств веществ (материалов)» (ФЗ-102 ст. 8, п. 1). Деятельность испытательных, поверочных и калибровочных лабораторий немыслима без применения СО. Общеизвестно, что некоторая часть СО, применяемых в Российской Федерации (РФ), импортируется

из-за рубежа. Диктат зарубежных поставщиков создает ряд проблем, среди которых – затрудненная логистика, неконтролируемые сроки поставок, высокая стоимость.

Курс Правительства РФ на достижение максимального уровня суверенитета и независимости национальной производственной сферы обострил фокус внимания к средствам метрологического обеспечения производств. СО является наиболее доступным и удобным средством метрологического обеспечения различных отраслей промышленности РФ. Следовательно, для максимально полной независимости в производстве национальных СО необходимо слияние двух факторов – отечественных материалов и оборудования. В связи с этим возникает вопрос о необходимости проведения оценки и определения степени приоритетности импортозамещения СО.

Для полноценной оценки целесообразности и объемов импортозамещения СО в РФ необходимо провести комплексный анализ сведений, представленных в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ФИФ ОЕИ), включая анализ объемов зарубежных СО и их применения, а также структуру спроса и технические возможности отечественного производства. Системный подход к сбору аналитических сведений может включать следующие методы:

- анкетирование потенциальных потребителей СО (испытательных, поверочных и калибровочных лабораторий (центров)) и последующий анализ представленных сведений о применяемых СО;

- анализ данных ФИФ ОЕИ в части сведений о СО, применяемых для поверки средств измерений;

- анализ обеспеченности СО с учетом прогнозируемых потребностей экономики, включая сведения о СО, применяемых согласно требованиям методик поверки СО, технических регламентов, методик измерений, применяемых при оценке соответствия показателей качества и безопасности различных объектов в области технического регулирования.

На основе указанных выше аналитических данных могут быть сформированы потенциальные направления для развития отечественного производства СО, а также разработаны меры поддержки и стимулирования для привлечения инвестиций.

Цель настоящего исследования – провести обобщенный анализ национальной принадлежности номенклатуры СО, применяемых в качестве средства поверки средств измерений, обосновать целесообразность разработки СО для импортозамещения СО зарубежного производства.

В рамках исследования сформулированы следующие задачи: 1) выявить, какова доля зарубежных СО,

зарегистрированных в Реестре утвержденных типов стандартных образцов (Реестр СО); 2) определить степень влияния СО зарубежного производства на объем проводимых поверок средств измерений в РФ.

Материалы и методы

Настоящее исследование проведено по принципу системного анализа, в ходе которого изучено влияние внешней и внутренней конъюнктуры в части СО на функционирование отечественной системы обеспечения единства измерений. Для исследования были использованы данные ФИФ ОЕИ в разделах «Утвержденные типы стандартных образцов» и «Сведения о результатах поверки средств измерений» за период 2018–2023 гг. (в отдельных случаях данные ограничены 2022 г.). Были выбраны СО утвержденного типа зарубежного производства, оценена степень их применения на территории России при проведении поверки СО. Выборку аналитических сведений и последующий анализ осуществляли специалисты УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» и ФГБУ «ВНИИМС», являющихся операторами соответствующих разделов ФИФ ОЕИ.

Результаты и обсуждение

Анализ раздела «Утвержденные типы СО» ФИФ ОЕИ

Первым этапом исследования проведен анализ сведений о номенклатуре СО по данным Реестра СО, на основе которого формируется раздел «Утвержденные типы стандартных образцов» ФИФ ОЕИ.

Общее количество утвержденных типов СО, зарегистрированных в ФИФ ОЕИ, составляет 12 991 тип. Динамика утверждения типов СО с момента начала ведения Реестра СО представлена на рис. 1. Сравнивая показатели утверждения типов СО по годам, можно отметить устойчивый интерес к разработке и созданию новых СО, при этом имеются «взлеты» и «падения» по количеству утверждаемых типов СО в отдельные периоды. Пиковые значения, как правило, связаны с внедрением регулирующих требований в отраслях и/или с внедрением программ по поддержке разработки и создания СО отдельных направлений. Следует отметить: несмотря на экономические спады и подъемы, разработка СО проводится постоянно по приоритетным направлениям в целях метрологического обеспечения основных/базовых потребностей производства.

Специфика применения СО такова, что СО имеют ограниченный срок годности. В этом одно из отличий от средств измерений. Если средство измерений изготовлено и в процессе эксплуатации регулярно проходит поверку – оно применимо без ограничений по сроку

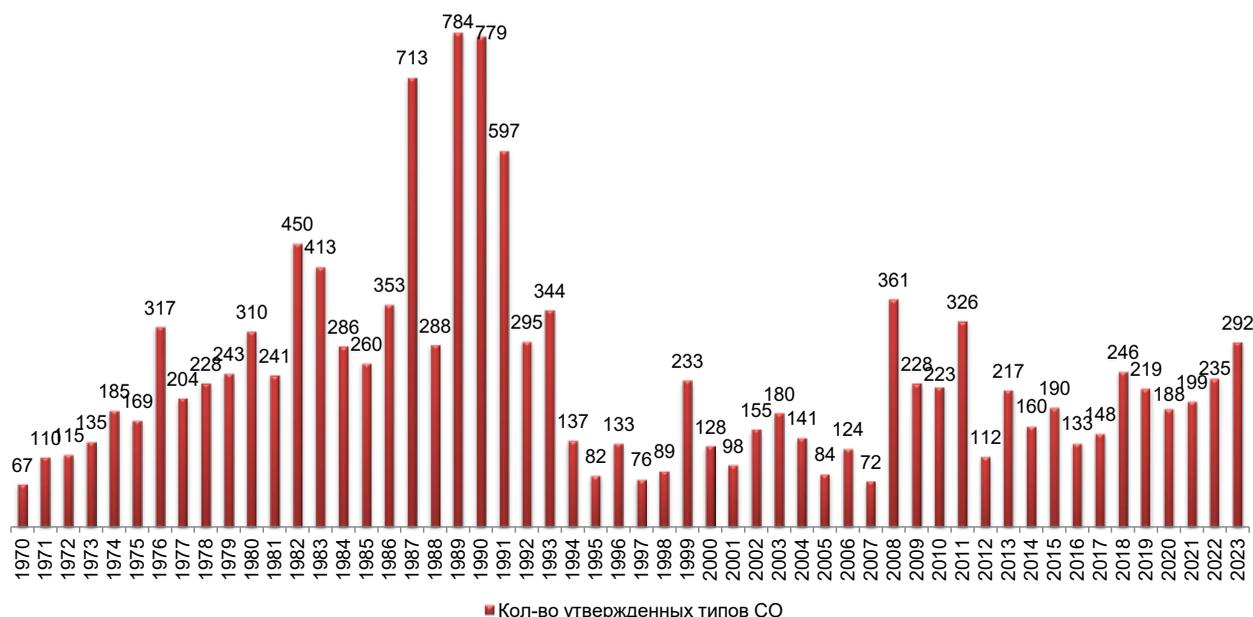


Рис. 1. Динамика создания и утверждения новых типов стандартных образцов. Адаптировано из [1]
 Fig. 1. Dynamics of creation and approval of new types of reference materials. Adapted from [1]

годности (сроку жизни), в том числе – и отсутствие своевременного продления срока действия типа СО (согласно действующему законодательству) не ограничивает его применения в сфере Государственного регулирования обеспечения единства измерений (далее – ГР ОЕИ). В свою очередь, СО ограничен сроком годности и сроком действия типа СО. В случае если производитель СО не представил своевременно СО к внесению изменений в части срока действия типа СО, то СО переводится в категорию «недействующих типов» и его применение в сфере ГР ОЕИ ограничено сроком годности экземпляров последней изготовленной партии в период действия типа СО. Таким образом, для анализа номенклатуры СО становится важным указание о сроке действия типа СО и, соответственно, является ли СО действующим типом или нет.

4513 типов СО – именно такое количество действующих типов СО зарегистрировано в ФИФ ОЕИ, что составляет четверть от общего количества утвержденных типов СО (рис. 2). Данным исследованием к анализу представлены только сведения о действующих типах СО, доступных к применению в сфере ГР ОЕИ.

Сегмент зарубежных СО в структуре действующих утвержденных типов СО

В Реестре СО зарегистрировано 98 типов СО, производителями которых являются зарубежные организации, что составляет 2,2% от общего количества действующих утвержденных типов СО (рис. 3). Часть из них

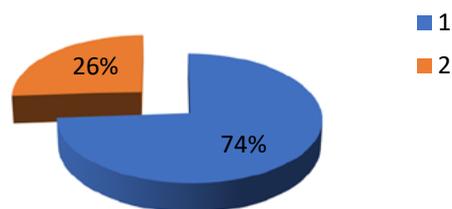


Рис. 2. Доля действующих типов СО в общем количестве СО, зарегистрированных в ФИФ ОЕИ: 1 – СО, срок действия типа которых не продлен; 2 – СО, действующие по сроку действия типа

Fig. 2. The share of existing types of RMs in the total number of RMs registered in the FIF EUM: 1 – RMs, the validity period of which type has not been extended; 2 – RMs valid according to the validity period of the type

обеспечена аналогами полностью российского производства. В табл. 1 представлены страны-производители действующих типов СО.

В последнее время значительно уменьшилось число проектов по созданию СО, производителями которых являются организации других государств. На рис. 4 продемонстрирована динамика роста выпуска СО отечественными производителями по отношению к зарубежным производителям. Также стоит сказать, что решаются не только вопросы импортозамещения, но и создаются принципиально новые СО, подобных которым нет на мировом рынке. В первую очередь это коснулось медицинской, металлургической и нефтедобывающей промышленности.

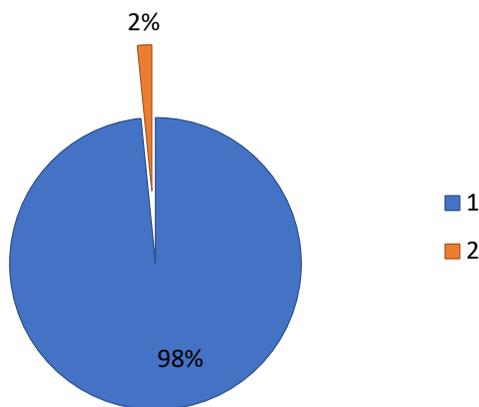


Рис. 3. Соотношение СО зарубежного производства к общему количеству действующих типов СО, зарегистрированных в ФИФ ОЕИ: 1 – СО российского производства; 2 – СО зарубежного производства

Fig. 3. The ratio of foreign-made RMs to the total number of valid types of RMs registered in the FIF EUM: 1 – Russian-made RMs; 2 – foreign-made RMs

Однако, несмотря на проводимые работы и существующие проекты, все еще остро ощущается нехватка СО, и в большинстве случаев для реализации проекта не хватает чаще всего исходных материалов для создания отечественных аналогов, способных заменить зарубежные СО.

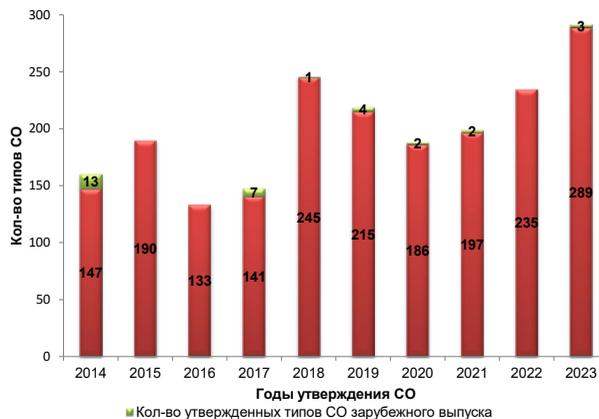


Рис. 4. Сравнительный анализ количества СО утвержденных типов отечественного и зарубежного выпуска

Fig. 4. Comparative analysis of the number of certified reference materials of domestic and foreign production

Отечественные производители утвержденных типов стандартных образцов

Исследование вопроса импортозамещения СО зарубежных производителей невозможно без анализа структуры рынка отечественных производителей СО. Для успешной реализации импортозамещения в стране должно быть достаточное количество отечественных организаций, способных производить СО. Но стоит отметить, что расширение номенклатуры СО, как и любой

Таблица 1. Утвержденные (действующие) типы СО зарубежного производства
Table 1. Approved (valid) types of foreign-made RMs

Страна-производитель СО	Количество утвержденных типов СО, зарегистрированных в ФИФ ОЕИ
Абхазия	0
Казахстан	3
Бельгия	1
Великобритания	13
Германия	29
Канада	2
Китай	3
США	25
Швейцария	2
Франция	1
Польша	1
Украина	21

коммерческой продукции, прежде всего определяется спросом на нее, который зависит преимущественно от востребованности, наличия необходимости ее применения, качества, цены и только затем – от возможностей и желаний производителей. Необходимо учесть, что большинство производителей СО являются субъектами малого и среднего предпринимательства, при этом в крупных организациях производство обычно выделено в отдельное подразделение и не является основным источником дохода. Возникают проблемы с финансированием и планированием. Организации нацелены на создание СО, спрос на которые и их доходность будут сопоставимы с немалыми расходами на производство. Также стоит отметить, что испытательные центры, осуществляющие испытания для подтверждения соответствия требованиям их введения в область государственного регулирования, подвергаются все большей нагрузке. Очевидно, что проблема отсутствия отечественных аналогов не может быть решена только силами производителей. Безусловно требуется государственная поддержка, субсидирование разработки и испытаний СО, финансирование межведомственных программ по разработке СО.

В Реестре СО доступна информация о 245 отечественных производителях, выпускающих в общем 4513 действующих типов СО. Это наглядно иллюстрирует рис. 5, который подтверждает доминирующую долю действующих на рынке отечественных производителей. При построении графика (рис. 5) были использованы

ограничения и организации, имеющие в «портфеле» производимых СО менее 26 типов. Отметим, что большинство производителей СО выпускают крайне малую номенклатуру СО, зачастую – исключительно для собственных нужд.

К системообразующим производителям СО можно уверенно отнести Государственный научный метрологический институт ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» с уральским филиалом УНИИМ (686 действующих типов СО) и ряд коммерческих организаций:

– ЗАО «Институт стандартных образцов» – ведущий производитель СО состава сырья, материалов и отходов металлургического производства;

– ЗАО «Мценскпрокат» – производитель СО состава сплавов для спектрального, химического и рентгеноспектрального анализа;

– ООО «Виктори-Стандарт» – производитель СО состава металлургических сплавов;

– ООО «Нефть-Стандарт» и ООО «ИНТЕГРСО» – производители СО состава и свойств нефти и нефтепродуктов;

– ООО «ЭКРОСХИМ» – производитель СО для метрологического обеспечения анализов объектов окружающей среды, пищевых продуктов и контроля параметров качества нефти и нефтепродуктов;

– ФГУП «Московский эндокринный завод», ООО «Национальный центр стандартных образцов, ФГБУ «Государственный институт лекарственных средств

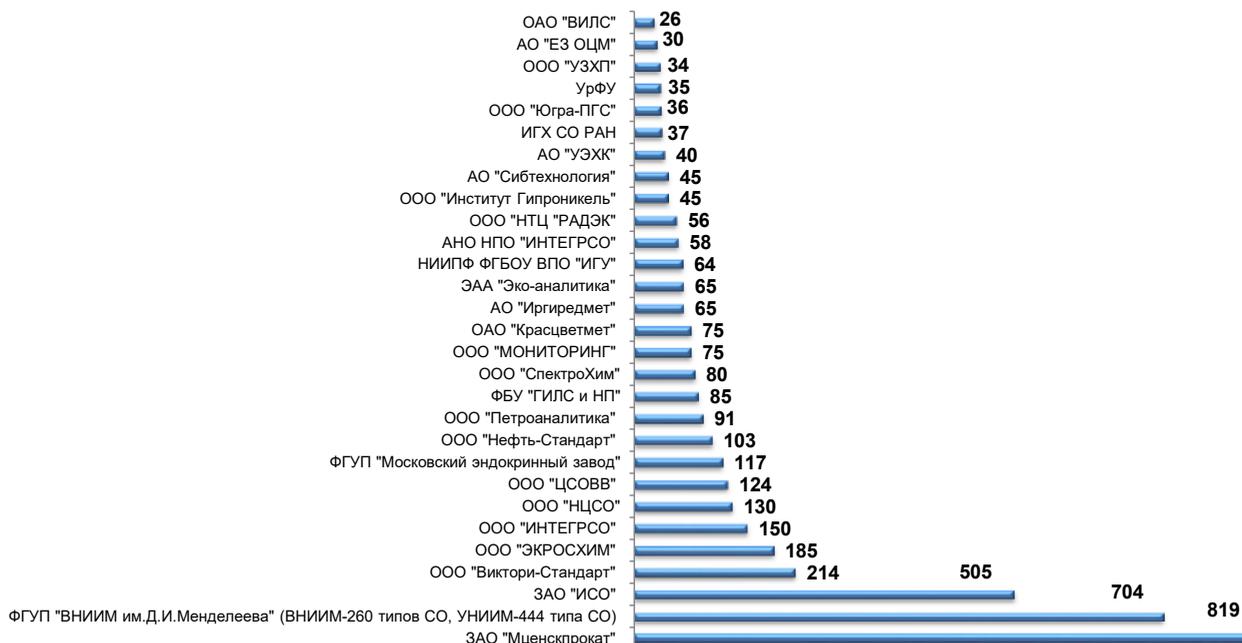


Рис. 5. Перечень отечественных организаций-производителей стандартных образцов утвержденных типов

Fig. 5. The list of domestic organizations producing certified reference materials

и надлежащих практик» – производители СО состава активных фармацевтических субстанций.

Из представленных данных можно сделать вывод, что подавляющее большинство производителей СО, сведения о которых внесены в ФИФ ОЕИ, являются отечественными предприятиями. Это свидетельствует о высоком уровне развития и конкурентоспособности отечественной промышленности в данной области.

Кроме того, следует отметить, что в стране имеется достаточный промышленный потенциал для реализации возможности импортозамещения и производства национальных СО. Это означает, что РФ не только способна удовлетворять собственные потребности в данной сфере, но и в перспективе стать экспортером СО за рубеж. Такой подход позволяет не только обеспечить независимость от импорта, но и способствовать развитию отечественной экономики и созданию новых рабочих мест.

Утвержденные типы стандартных образцов, применяемые при поверке средств измерений

Однако обширность спектра утвержденных типов СО, зарегистрированных в ФИФ ОЕИ, не может быть безапелляционным показателем отсутствия проблем в импортозамещении. Существует вероятность, когда на незначительную долю в 2% СО зарубежного производства может приходиться значительная доля поверок, калибровок или других видов работ, связанных с обеспечением единства измерений.

Наличие в ФИФ ОЕИ сведений о результатах поверки средств измерений позволяет оценить востребованность различных средств поверки, в том числе СО¹. Целесообразно отметить, что до недавнего времени проведение подобных исследований на хорошем качественном уровне было практически невозможно, и это было связано с отсутствием качественных источников первичной информации для анализа. Благодаря проводимой на государственном уровне политике цифровизации

¹ Сведения о результатах поверки в ФИФ ОЕИ наиболее полно отображены с 2020 г. Данные, представленные в ФИФ ОЕИ в период 2018–19 г., могут содержать погрешность.

Таблица 2. Обобщенная статистика по поверкам СО с применением СО отечественного и зарубежного производства по данным ФИФ ОЕИ

Table 2. Generalized statistics on verification of measuring instruments using reference materials of domestic and foreign production according to the FIF EUM

Показатель	Кол-во поверок в шт. с 2018 г. по настоящее время
Поверки с применением СО	10 501 211
Поверки с применением отечественных СО	10 500 823
Поверки с применением СО зарубежного производства	3 888

ситуация со статистическими данными для осуществления анализа существенно изменилась в лучшую сторону

Обобщенная статистика применения СО при поверке приведена в табл. 2 и на рис. 6. Из табл. 2 видно, что на долю СО зарубежного производства приходится менее 0,05% от всех поверок, где в качестве средств поверки используются СО. Данные свидетельствуют о крайне малой востребованности импортных СО при проведении поверок. Возможно, применение СО зарубежного производства требуется в критически важных ситуациях или для обеспечения точности при экспорте продукции или локального производства в РФ, но в целом это не имеет промышленных масштабов в рамках государства. Примеры таких СО приведены в табл. 3. Санкции в отношении РФ усложнили или сделали невозможной покупку зарубежных СО, а сотрудничество с иностранными лабораториями представляется сложной задачей.

Отдельно стоит остановиться на 69 действующих СО, произведенных в государствах, в отношении которых РФ ввела ряд юридических ограничений. Потребуются некоторые временные и финансовые затраты на подбор аналогов среди имеющихся СО отечественного производства либо создание новых национальных СО, а также внесение изменений (при необходимости) в существующие методики поверки средств измерений. Остается некоторая вероятность, что часть поверочных лабораторий в России не сможет в полной мере функционировать из-за отсутствия вышеупомянутых СО.

На рис. 7.1 приведены количественные данные по поверкам с помощью СО из стран, в отношении которых РФ ввела ряд юридических ограничений, среди неподведомственных Росстандарту организаций. Например, в 2022 году состоялась 91 такая поверка, их проводили всего 32 организации из почти 1 800 аккредитованных на право поверки. На рис. 7.2 приведены количественные данные по поверкам с помощью СО производства тех же самых стран среди подведомственных Росстандарту организаций. В 2022 году количество таких поверок составило всего 266 шт.

Таблица 3. Некоторые примеры СО зарубежного производства, используемые при проведении поверки СО
Table 3. Examples of foreign-made RMs used during verification of measuring instruments

Страна-производитель СО	СО зарубежного производства, использованные при проведении поверки средств измерений с 2018 г.
Соединенные Штаты Америки	ГСО 10475–2014 СО дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976b) ГСО 10440–2014 СО дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976b) ГСО 10422–2014 СО состава высоколегированного чугуна (SRM C1290, SRM C1292) ГСО 10083–2012 СО изотопного состава свинца (SRM 981) ГСО 9949–2011 СО состава раствора ионов кадмия (SRM 3108) ГСО 9948–2011 СО состава раствора ионов мышьяка (SRM 3103a) ГСО 9947–2011 СО состава раствора ионов железа (SRM 3126a) ГСО 9944–2011 СО состава раствора ионов ртути (SRM 3133) ГСО 9933–2011 СО магнитного момента никелевой сферы (SRM 772a) ГСО 9886–2011 СО изотопного состава таллия (SRM 997) ГСО 9885–2011 СО изотопного состава карбоната стронция (SRM 987) ГСО 9884–2011 СО состава борной кислоты обогащенной изотопом 10B (SRM 952) ГСО 9457–2009 СО параметров кристаллической решетки монокристаллической рубиновой сферы (SRM 1990) ГСО 9456–2009 СО кремния, легированного бором (SRM 2137) ГСО 9455–2009 СО состава порошков оксидов цинка, титана, хрома, церия (SRM 674b) ГСО 9444–2009 СО удельной намагниченности железо-иттриевого граната (SRM 2853) ГСО 9443–2009 СО диаметра полистиреновых сфер (SRM 1964) ГСО 9442–2009 СО диаметра полистиреновых сфер (SRM 1963a) ГСО 11420–2019 СО дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976c) ГСО 11483–2020 СО дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976c) ГСО 9113–2008 СО состава этилендиаминтетрауксусной кислоты (CRM 502–092)
Германия	ГСО 10178–2013 СО шкалы нанометрового диапазона (CRM BAM–L200) ГСО 10177–2013 СО свинца высокочистого (CRM BAM–Y004) ГСО 9445–2009 СО удельной поверхности, удельного объема пор и диаметра пор цеолита (ERM®-FD107) ГСО 9441–2009 СО состава кремния (BAM–Y003) ГСО 9440–2009 СО состава меди (BAM–Y001) ГСО 10982–2017 СО массовой доли воды (AQUASTAR™ WATER STANDARD OVEN1 % MERCK) ГСО 10981–2017 СО массовой доли воды (AQUASTAR™ WATER STANDARD OIL (15–30 ppm) MERCK) ГСО 10980–2017 СО массовой доли воды (AQUASTAR™ LACTOSE STANDARD5 % MERCK) ГСО 10979–2017 СО массовой доли воды (AQUASTAR™ SODIUM TARTRATE DIHYDRATE MERCK) ГСО 10978–2017 СО массовой доли воды (AQUASTAR™ WATER STANDARD0,1 % MERCK) ГСО 10977–2017 СО массовой доли воды (AQUASTAR™ WATER STANDARD0,01 % MERCK) ГСО 10976–2017 СО массовой доли воды (AQUASTAR™ WATER STANDARD1 % MERCK) ГСО 8413–2003 СО предельной температуры фильтруемости дизельного топлива на холодном фильтре (CRM 01000–309–52) ГСО 8412–2003 СО температуры кристаллизации (замерзания) нефтепродуктов (CRM 01000–860–51) ГСО 8411–2003 СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле (CRM 01000–256–51)

Окончание табл. 3
End of Table 3

Страна-производитель СО	СО зарубежного производства, использованные при проведении поверки средств измерений с 2018 г.
Германия	ГСО 8410–2003 СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле (CRM 01000–170–51) ГСО 7399–97 СО вязкости нефтепродуктов (CVS01000–445) ГСО 7398–97 СО фракционного состава нефти и нефтепродуктов (CRM 1310–010–010301) ГСО 7397–97 СО температуры помутнения нефтепродуктов (CRM 01000–815–51) ГСО 7396–97 СО температуры текучести нефтепродуктов (CRM 01000–852–51) ГСО 7395–97 СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле (CRM 01000–329–51)
Бельгия	ГСО 11263–2018 СО каталитической концентрации альфа-амилазы человека (CRM IRMM–IFCC–456)

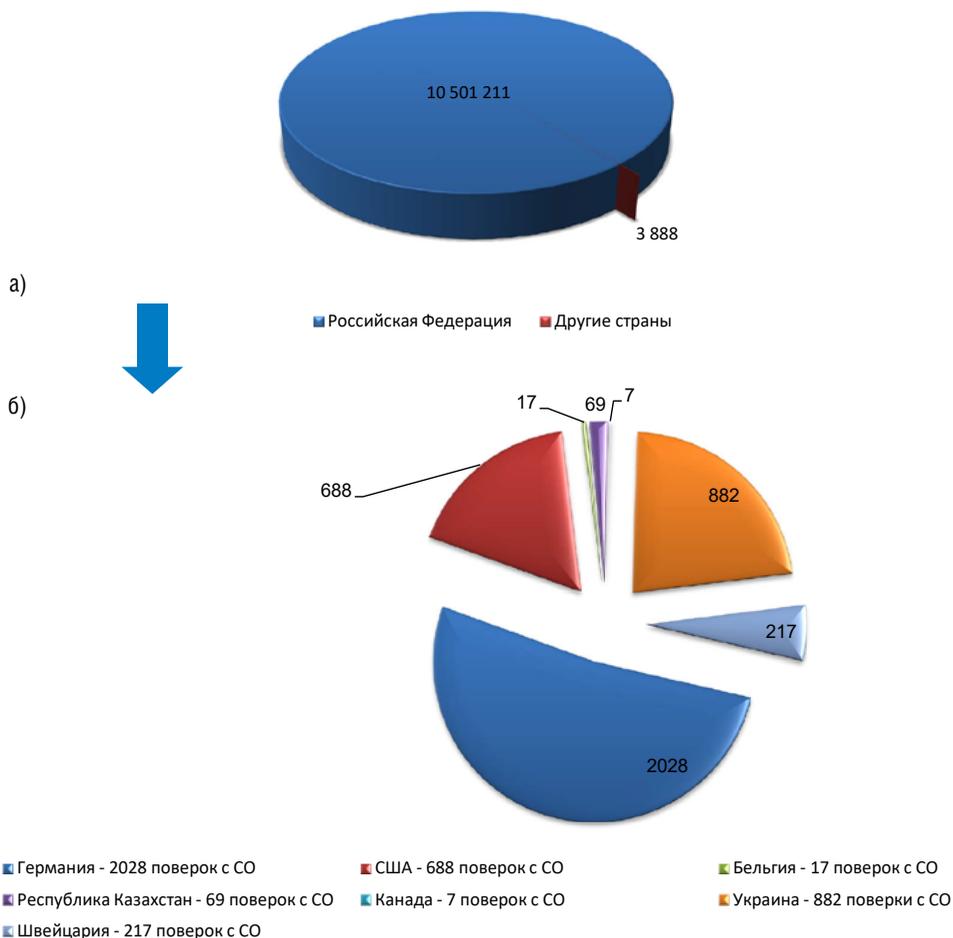


Рис. 6. Соотношение проведенных поверок СИ, зарегистрированных в ФИФ ОЕИ в период 2018–2023 гг.:
а) с применением СО зарубежного производства к общему количеству проведенных поверок СИ в РФ;
б) проведенных поверок СИ с применением СО зарубежного производства

Fig. 6. The ratio of performed verifications of measuring instruments registered in the FIF EUM in the period 2018–2023:
а) with the use of foreign-made RMs to the total number of performed verifications of measuring instruments;
б) performed verifications of measuring instruments using foreign-made RMs

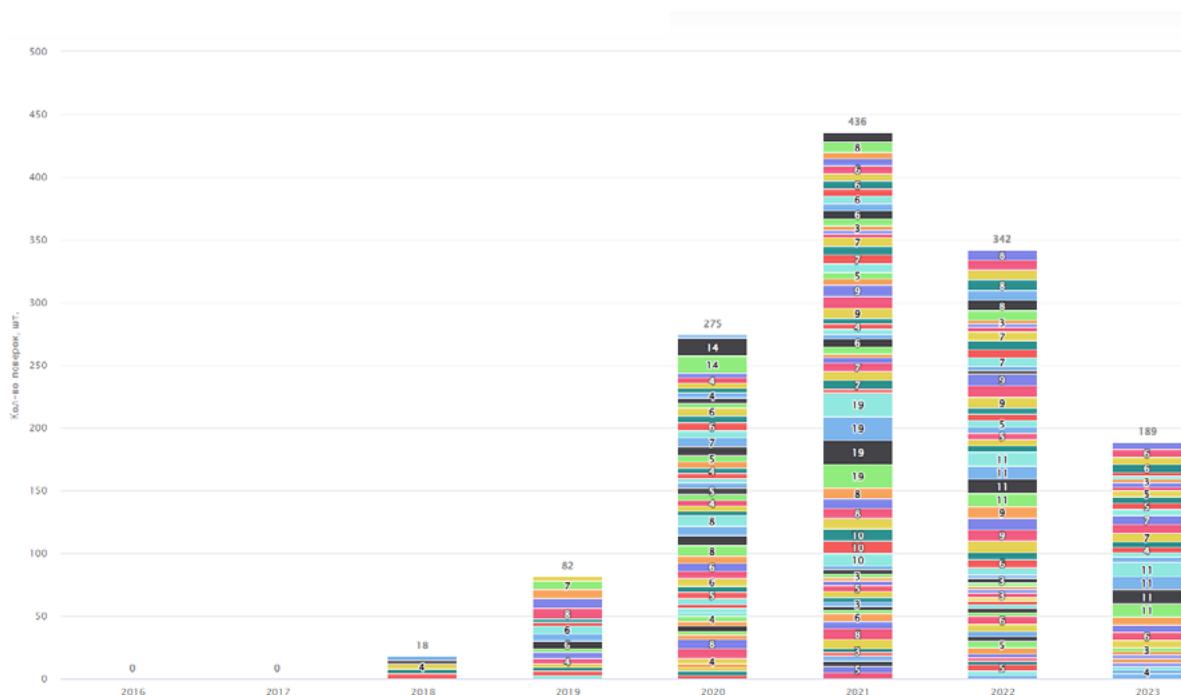


Рис. 7.1. Статистика проведения поверок неподведомственными Росстандарту организациями с учетом применения зарубежных СО производства стран, в отношении которых РФ ввела юридические ограничения

Fig. 7.1. Statistics on verification by organizations not subordinate to Rosstandart, taking into account the use of foreign RMs produced in countries affected by legal restrictions introduced by the Russian Federation



Рис. 7.2. Статистика проведения поверок подведомственными Росстандарту организациями с учетом применения зарубежных СО производства стран, в отношении которых РФ ввела юридические ограничения

Fig. 7.2. Statistics on verification by organizations subordinate to Rosstandart, taking into account the use of foreign RMs produced in countries affected by legal restrictions introduced by the Russian Federation

В целом, применение СО зарубежного производства не оказывает существенного влияния на объем проводимых поверок средств измерений в РФ, однако есть определенные области, где зависимость от зарубежных СО сохраняется и может существовать проблема их замены.

Заключение

Проведенное исследование показало отсутствие кризисной ситуации в развитии национального фонда СО в настоящее время. Однако, несмотря на устойчивое развитие отечественных СО в промышленном секторе РФ, важно расширять производство СО до полного удовлетворения потребностей испытательных, калибровочных и поверительных лабораторий во всех отраслях промышленности.

В ходе исследования было установлено, что доля СО зарубежного производства, зарегистрированных в ФИФ ОЕИ, составляет всего 2%. Обобщенная статистика показывает, что использование этих СО при поверке средств измерений не превышает 0,05% от общего числа проводимых поверок с применением СО. Таким образом, можно сделать вывод о крайне малой востребованности зарубежных СО при проведении поверок средств измерений.

Использование СО зарубежного производства может потребоваться в случае критически важных ситуаций или для обеспечения точности при экспорте продукции. Однако в целом применение зарубежных СО не оказывает масштабного влияния в рамках государства. В РФ действует широкий спектр предприятий, способных обеспечить производство СО внутри страны, что снижает потребность в импорте данной продукции. Оправданным использование СО зарубежного производства может быть в некоторых случаях, особенно если требуются специализированные технологии или возможности, недоступные на отечественном рынке.

В свете современной глобальной обстановки российским производителям СО необходимо расширять номенклатуру стандартных образцов утвержденных типов. Это позволит полностью удовлетворить потребности испытательных, калибровочных и поверочных лабораторий/центров, обеспечивающих измерения в области обеспечения единства измерений. Также стоит обратить внимание на актуальность данной проблемы и обеспечить меры государственной, ведомственной, производственной поддержки (финансовой и аналитико-методической), направленные на разработку и создание

импортозамещающих СО. Подобное взаимодействие регуляторных и исполнительных органов и производителей СО необходимо в интересах обеспечения российских предприятий стандартными образцами высочайшего качества по доступной цене для метрологических работ.

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: Паньков А. Н. – разработка замысла исследования, постановка проблемы, разработка концепции исследования, курирование исследовательской деятельности, утверждение окончательного варианта статьи; Зырянова И. Н. – сбор и предоставление материалов для исследования, подготовка и редактирование текста статьи; Кремлева О. Н. – разработка замысла исследования, проверка и редакция текста статьи; Володина Е. М. – сбор и предоставление материалов для исследования, подготовка и редактирование текста статьи; Фокина Д. П. – сбор и предоставление материалов для исследования, подготовка и редактирование текста статьи; Сулова В. В. – сбор и предоставление материалов для исследования на основе анализа данных Реестра утвержденных типов стандартных образцов и ФИФ ОЕИ.

Contribution of the authors: Pankov A. N. – development of the research plan, problem statement, development of the research concept, supervision of research activities, approval of the final version of the article; Zyryanova I. N. – collection and provision of materials for research, preparation and revision of the text; Kremleva O. N. – development of the research concept, revision of the text; Volodina E. M. – collection and provision of materials for research, preparation and revision of the text; Fokina D. P. – collection and provision of materials for research, preparation and revision of the text; Victoria V. Suslova – collection and provision of materials for research based on the analysis of the FIF EUM.

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. *Осинцева Е. В., Медведевских С. В.* Тенденции в области стандартных образцов в России // Стандартные образцы. 2015. № 4. С. 3–21. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2015-0-4-3-21>

REFERENCES

1. Osintseva E. V., Medvedevskikh S. V. Trends in field of reference materials in Russia. *Reference Materials*. 2015;4:3–21. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2015-0-4-3-21>

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

Об обеспечении единства измерений: Федер. закон Рос. Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 11 июня 2008 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 18 июня 2008 г. (в ред. от 11.06.2021 № 170-ФЗ) // КонсультантПлюс [сайт]. URL: https://www.consultant.ru/document/cons_doc_LAW_77904/ (дата обращения: 08.08.2022).

Реестр утвержденных типов средств измерений // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4> (дата обращения: 23.10.2023).

Реестр утвержденных типов стандартных образцов // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19> (дата обращения: 23.10.2023).

Реестр сведений о результатах поверки средств измерений // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/cm/results/> (дата обращения: 23.10.2023).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Паньков Андрей Николаевич – канд. техн. наук, начальник испытательной лаборатории программного обеспечения ФГБУ «ВНИИМС»; заместитель заведующего кафедрой ФГАОУ ДПО АСМС; доцент кафедры метрологии и стандартизации МИРЭА – Российский технологический университет

Россия, 119361, г. Москва, ул. Озерная, 46
e-mail: apankov@vniims.ru
<https://orcid.org/0000-0002-4548-9538>

Зырянова Ирина Николаевна – научный сотрудник отдела Государственной службы стандартных образцов, УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
620075, Россия, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: metron@uniim.ru

Кремлева Ольга Николаевна – заведующая отделом Государственной службы стандартных образцов, УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
620075, Россия, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: kremleva77@yandex.ru
<https://orcid.org/0000-0002-6003-040X>

Володина Екатерина Максимовна – студент кафедры метрологии и стандартизации МИРЭА – Российский технологический университет
Россия, Москва, Пр-т Вернадского, д. 78
e-mail: volodina.keit@mail.ru

Фокина Диана Павловна – студент кафедры метрологии и стандартизации МИРЭА – Российский технологический университет
Россия, Москва, Пр-т Вернадского, д. 78
e-mail: di.fokina2015@yandex.ru

Суслова Виктория Владимировна – инженер отдела Государственной службы стандартных образцов, УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
620075, Россия, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: suslovavv@uniim.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Andrey N. Pankov – Cand. Sci. (Eng.), Head of the Software Testing Laboratory, All-Russian Scientific Research Institute of Metrological Service; Deputy Head of the Department of the Academy of Standardization, Metrology and Certification (educational); Associate Professor of the Department of Metrology and Standardization, MIREA – Russian Technology University
46 Ozernaya st., Moscow, 119361, Russia
e-mail: apankov@vniims.ru
<https://orcid.org/0000-0002-4548-9538>

Irina N. Zyryanova – Researcher of the Department of the State Service of Reference Materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology
4 Krasnoarmeyskaya st., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: metron@uniim.ru

Olga N. Kremleva – Head of the Department of the State Service of Reference Materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology
4 Krasnoarmeyskaya st., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: kremleva77@yandex.ru
<https://orcid.org/0000-0002-6003-040X>

Ekaterina M. Volodina – student of the Department of Metrology and Standardization, MIREA – Russian Technology University
78 Prospect Vernadskogo, Moscow, Russia
e-mail: volodina.keit@mail.ru

Diana P. Fokina – student of the Department of Metrology and Standardization, MIREA – Russian Technology University

78 Prospect Vernadskogo, Moscow, Russia
e-mail: di.fokina2015@yandex.ru

Victoria V. Suslova – Engineer of the Department of the State Service of Reference Materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology
4 Krasnoarmeyskaya st., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: suslovavv@uniim.ru

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Обзорная статья
УДК 006.91:641.14

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-1-59-84>



Актуальные вопросы определения содержания жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье (обзор)

А. С. Сергеева  

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

 sergeevaas@uniim.ru

Аннотация: В статье поднята проблема несопоставимости результатов измерений, получаемых различными методами измерений содержания жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье. Обозначенная автором проблема может быть решена путем развития метрологического обеспечения измерений в пищевой промышленности. Цель исследования – проведение анализа методов измерений содержания жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье, а также ревизия состояния их метрологического обеспечения. Представлены краткое описание, области применения, преимущества и ограничения экстракционно-гравиметрического, бутирометрического, рефрактометрического, хроматографического, ультразвукового, турбидиметрического, ЯМР, ИК-спектроскопического методов измерений содержания жира. Проанализированы стандартизованные методики измерений, регламентированные в национальных (ГОСТ Р), межгосударственных (ГОСТ) и международных (ISO, AOAC) стандартах, с учетом используемого метода, областей применения и метрологических характеристик. Дан обзор испытательного оборудования, средств измерений для реализации различных методов определения содержания жира. Особое внимание уделено рассмотрению утвержденных типов экспрессных анализаторов пищевых продуктов и продовольственного сырья. Приведен перечень утвержденных типов стандартных образцов состава молочных и зерно-молочных продуктов, рыбной и мясной продукции, масличных культур и продуктов их переработки, комбикормов, яичного порошка и сухарей пшеничных с аттестованным значением массовой доли жира, перечислены их метрологические характеристики и способы аттестации. По результатам исследования сформулированы основные особенности и проблемы обеспечения единства измерений содержания жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье, выявлены перспективные направления развития метрологического обеспечения.

Ключевые слова: пищевые продукты, продовольственное сырье, содержание жира, масличность, методики измерений, стандартные образцы

Принятые сокращения: ГПРМИ – Государственная первичная референтная методика измерений; ГСО – стандартный образец утвержденного типа; ИК спектроскопия – инфракрасная спектроскопия; СО – стандартный образец; ФИФ ОЕИ – Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений; ЯМР – ядерный магнитный резонанс.

Ссылка при цитировании: Сергеева А. С. Актуальные вопросы определения содержания жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье (обзор) // Эталоны. Стандартные образцы. 2024. Т. 20, № 1. С. 59–84. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-1-59-84>.

Статья поступила в редакцию 10.07.2023; одобрена после рецензирования 09.10.2023; принята к публикации 25.03.2024.

MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

Review Article

Current Issues in Determining Fat Content in Food Products and Food Raw Materials (Review)

Anna S. Sergeeva  

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

Abstract: The article raises the problem of incomparability of measurement results obtained by different methods of measuring fat content in food products and food raw materials. The problem identified by the author can be solved by developing metrological support for measurements in the food industry. The purpose of the study is to analyze methods for measuring fat content in food products and food raw materials, as well as to revise the state of their metrological support. A brief description, applications, advantages and limitations of extraction-gravimetric, butyrometric, refractometric, chromatographic, ultrasonic, turbidimetric, NMR, and IR spectroscopic methods for measuring fat content are presented. Standardized measurement techniques regulated in national (GOST R), interstate (GOST), and international (ISO, AOAC) standards are analyzed, taking into account the method used, areas of application, and metrological characteristics. An overview of testing equipment and measuring instruments for implementing various methods for determining fat content is given. Particular attention is paid to the consideration of certified express analyzers of food products and food raw materials. A list of certified reference materials for the composition of dairy and grain-milk products, fish and meat products, oilseeds and their processed products, compound feed, egg powder and wheat crackers with a certified value of the mass fraction of fat is provided, their metrological characteristics and certification methods are listed. Based on the results of the study, the main features and problems of ensuring the uniformity of measurements of fat content in food products and food raw materials were formulated, and perspective directions for the development of metrological support were identified.

Keywords: food products, food raw materials, fat content, oil content, measurement methods, reference materials

Abbreviations used: SPRMP – State primary reference measurement procedure; GSO – certified reference material; IR spectroscopy – infrared spectroscopy; RM – reference material; FIF EUM – Federal Information Fund for Ensuring the Uniformity of Measurements; NMR – nuclear magnetic resonance.

For citation: Sergeeva A. S. Current issues in determining fat content in food products and food raw materials (review). *Measurement Standards. Reference Materials*. 2024;20(1):59–84. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-1-59-84>.

The article was submitted 10.07.2023; approved after reviewing 09.10.2023; accepted for publication 25.03.2024.

Введение

Одним из важнейших показателей качества пищевой продукции, определяющим ее пищевую ценность и вкусовые характеристики, является содержание жира. Вместе с белками и углеводами жиры составляют основную массу органических веществ всех живых организмов. В организме человека они выполняют энергетическую, структурную, регуляторную функции, являются

источником синтеза биологически активных веществ, стимулируют образование желчи [1].

Жиры (или липиды) представляют собой сложную смесь органических соединений, разнообразных по химическому составу и структуре, но имеющих ряд близких физико-химических свойств: нерастворимость в воде, способность растворяться в различных органических растворителях, высокий молекулярный вес основных

структурных элементов. Из широкого перечня систем классификации жиров наиболее часто используют разделение жиров по химическому составу и структуре на простые (не содержащие фосфор и азот) и сложные (содержащие фосфор и азот). Ряд исследователей обособляет группу циклических липидов, характеризующихся циклической структурой спиртов или кислот. По химической природе выделяют следующие основные группы жиров: триглицериды, фосфолипиды, алкоксидиглицериды, воски, цереброзиды, нейтральные плазмалогены, углеводороды, стеринны и стериды, витамины, каротиноиды и другие. При этом пищевые продукты во всем их многообразии невозможно охарактеризовать однозначным сочетанием и пропорциями соединений, входящих в состав их жира [2–6].

Взаимная растворимость жиров приводит к тому, что глицериды жирных кислот при извлечении из тканей путем прессования, вытапливания или экстракции органическими растворителями увлекают за собой в зависимости от условий большее или меньшее количество различных веществ: свободные жирные кислоты, органические кислоты, такие как янтарная, винная, лимонная, яблочная; фосфатиды, стеринны, эфирные масла, воскообразные вещества, смолы, альдегиды, кетоны, красящие вещества. Прочносвязанные липиды при этом не экстрагируются. Как следствие, извлекаемый растворителем продукт не представляет собой чистый жир, поэтому и называется **сырым жиром**. Данный показатель не применяется для продуктов, богатых фосфолипидами, прочносвязанными в клетках. Однако он пригоден для продуктов с преобладающим содержанием

триглицеридов – масляных семян. В этом случае употребляется термин «масличность» [7, 8]. Массовая доля сырого жира является также важным показателем качества кормов и кормовых компонентов [8–11], зерна зерновых и зернобобовых культур [12–14], сырья для производства продуктов питания детей раннего возраста, беременных и кормящих женщин, диетического лечебного и диетического профилактического питания [15].

Общий жир дополнительно включает прочносвязанные липиды, извлечение которых затруднено либо плотными, толстыми оболочками некоторых семян или плодов, либо стенками клеток самих жировых тканей. Поэтому определение содержания общего жира (далее – жира) требует (а) использования для экстракции смеси различных растворителей, или (б) проведения стадии предварительного гидролиза, или (в) комбинации указанных способов [16, 17]. Итак, под **общим жиром** понимается сумма экстрагированных как свободных, так и прочносвязанных липидов.

При определении содержания жира в пищевых продуктах целевым значением является содержание общего жира, поскольку именно его регулируют технические регламенты Таможенного и Евразийского экономического союзов для ряда пищевых продуктов, представленных в табл. 1. Кроме того, содержание жира указывается при маркировке всей пищевой продукции в соответствии с ТР ТС 022/2011 «Пищевая продукция в части ее маркировки» и используется для расчета ее энергетической ценности.

Существует обширный перечень методов измерений содержания жира, основанных на различных

Таблица 1. Пищевая продукция, для которой установлены обязательные требования к содержанию жира
Table 1. Food products for which mandatory requirements for fat content have been established

Технический регламент	Пищевая продукция
ТР ТС 021/2011 О безопасности пищевой продукции	Шоколад молочный, шоколад экстрамолочный, какао-порошок и какао-жмых, какао-порошок обезжиренное, какао-порошок и какао-жмых повышенной жирности
ТР ТС 024/2011 Технический регламент на масложировую продукцию	Масло растительное, маргарин, спред, смеси топленые, жиры специального назначения, заменитель молочного жира, эквиваленты масла какао, улучшители и заменители масла какао, соус на основе растительных масел, майонез, соус майонезный, крем на растительных маслах
ТР ТС 027/2012 О безопасности отдельных видов специализированной пищевой продукции, в том числе диетического лечебного и диетического профилактического питания	Пищевая продукция низколактозная (безлактозная) для детей первого года жизни, низколактозная продукция переработки молока для детей раннего возраста, смеси на основе изолята соевого белка и смеси на основе гидролизатов белка для детей раннего возраста, смеси без фенилаланина (с низким содержанием фенилаланина) для детей первого года жизни, смеси для питания недоношенных и (или) маловесных детей

Окончание табл. 1
End of Table 1

Технический регламент	Пищевая продукция
ТР ТС 033/2013 О безопасности молока и молочной продукции	Молоко и все группы молочной продукции, в том числе для детского питания
ТР ТС 034/2013 О безопасности мяса и мясной продукции	Мясные, мясорастительные (растительно-мясные) консервы для питания детей раннего возраста, пастеризованные мясные (мясосодержащие) колбаски для питания детей от полутора лет, мясные консервы, колбасные изделия, мясные полуфабрикаты, паштеты и кулинарные изделия для питания детей дошкольного и школьного возраста
ТР ЕАЭС 040/2016 О безопасности рыбы и рыбной продукции	Рыбные, рыбо-растительные консервы для питания детей раннего возраста, полуфабрикаты и кулинарные изделия из пищевой рыбной продукции для питания детей дошкольного и школьного возраста
ТР ЕАЭС 051/2021 О безопасности мяса птицы и продукции его переработки	Консервы из мяса птицы, мясорастительные (растительно-мясные) консервы из мяса птицы для питания детей раннего возраста, пастеризованные мясные (мясосодержащие) колбаски для питания детей с полутора лет, консервы, колбасные изделия, паштеты и другие кулинарные изделия из мяса птицы для питания детей старше 3 лет

физико-химических принципах. Однако часто результаты измерений, получаемые разными методами, являются несопоставимыми друг с другом [18–27], что главным образом обусловлено отсутствием прослеживаемости результатов измерений к определенной основе для сравнения, согласованной на национальном или международном уровне. Данная проблема может быть решена путем развития системы метрологического обеспечения в области измерений содержания жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье.

Вышеперечисленные доводы обуславливают актуальность настоящей статьи и ее цель – проведение анализа методов измерений содержания жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье и состояния их метрологического обеспечения. Достижение поставленной цели предполагает реализацию следующих задач: 1) анализ существующих методов измерений содержания жира, выявление их преимуществ и ограничений; 2) рассмотрение методик измерений, регламентированных в национальных, межгосударственных и международных стандартах; 3) обзор средств измерений, испытательного оборудования, стандартных образцов (СО); 4) выявление перспективных направлений развития метрологического обеспечения в области измерений содержания жира в пищевой продукции.

Анализ существующих методов измерений содержания жира проведен на основе изучения научной литературы, обзорных и оригинальных статей, размещенных

в научной электронной библиотеке eLIBRARY.RU (<https://elibrary.ru>) и международных базах данных (<https://link.springer.com>, www.sciencedirect.com). При обзоре стандартизованных методик измерений использована информация, представленная на сайтах Федерального государственного бюджетного учреждения «Российский институт стандартизации» (<https://www.standards.ru>), Международной организации по стандартизации (ISO – International Organization for Standardization, <https://www.iso.org>), Ассоциации аналитических сообществ (AOAC International – Association of Analytical Communities, <https://www.aoac.org>). При обзоре утвержденных типов средств измерений и СО использована база данных «Аршин» (<https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry>).

Методы измерений содержания жира

Массив методов определения содержания жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье можно разделить на две группы: 1) методы определения массовой доли жира непосредственно в объекте; 2) методы, связанные с предварительным извлечением жира [28]. К первой группе относятся такие методы, как ядерный магнитный резонанс (ЯМР), инфракрасная (ИК) спектроскопия, турбидиметрия, ультразвук и др. В основу второй группы методов положена способность липидов растворяться в органических растворителях: сначала жир переводят в органическую фазу, затем определяют его количество в экстракте гравиметрическим

или другим способом, например, – бутирометрией, рефрактометрией, хроматографией.

Экстракционно-гравиметрическое определение жира основано на экстракции жира органическим растворителем из навески продукта с последующим удалением растворителя и взвешиванием массы выделенного жира или обезжиренного остатка. Существуют различные модификации гравиметрических методов измерений содержания жира: методы Сокслета, Рэндалла, Розе-Готтлиба, Вейбулла-Бернтропа, Шмидта-Бондзински-Рацлава, Фолча, Блайема и Дайера, Можонье, определение жира по обезжиренному остатку, использование фильтрующей делительной воронки, настаивание с растворителем и др. [5, 29–36]. Определяя содержание общего жира, либо используют для экстракции смесь полярного и неполярного растворителей, либо проводят предварительный гидролиз (кислотный, щелочной или кислотно-щелочной). При использовании гидролиза, не позволяющего выделить липиды в нативном состоянии, об их содержании в пищевых продуктах судят по количеству жирных кислот и неомыляемых веществ, выделяемых из гидролизата [16]. К растворителям, применяемым для извлечения жира, относятся гексан, бензин, петролейный эфир, серный эфир, ацетон, хлороформ, монобром- и моноклорнафталин, трикрезилортофосфат и др. [37, 38]. Наиболее перспективным гравиметрическим методом определения содержания жира является метод Рэндалла [30], разработанный путем модификации широко применяемой техники экстракции по Сокслету [29]. Различие между ними заключается в том, что первоначально экстракцию проводят горячим растворителем, что позволяет значительно сократить время анализа. Далее, как в классическом методе Сокслета, отмывают остатки жира из пробы охлажденным растворителем. Преимуществами метода Рэндалла являются сопоставимость получаемых результатов с классическим методом Сокслета, универсальность, сокращение времени анализа, возможность повторного использования растворителя, автоматизация процесса экстракции, позволяющая проводить одновременный анализ серии образцов [39]. Превосходство экстракционно-гравиметрических методов – в отсутствии градуировки, поскольку они относятся к прямым методам, полностью описываемым с помощью уравнения измерений. Вместе с тем следует отметить, что результаты, получаемые разными методами, могут содержать значительные расхождения. На полноту экстракции и, следовательно, – состав извлекаемого жира влияет совокупность факторов: свойства растворителей, температура, продолжительность процесса, степень измельчения

пробы и т. д., поэтому они должны быть оптимизированы в процессе разработки и валидации методики измерений [22–25, 40].

Бутирометрический метод (кислотный метод, метод Гербера) основан на разрушении белков исследуемого продукта концентрированной серной кислотой и растворении жира в изоамиловом спирте. Образующийся в реакции изоамилового спирта с серной кислотой сложный эфир растворяется в ней, что способствует выделению жира. Полученную смесь центрифугируют в жиросеях (бутирометрах). Отделившийся жировой слой собирается в градуированной части жиросея, и его определяют количественно. Преимуществами данного метода являются отсутствие необходимости в длительной калибровке измерительного оборудования, низкая стоимость анализа отдельных проб, применимость для различных видов молочных продуктов. К ограничениям относится необходимость использования серной кислоты, узкая область применения, обязательный контроль результатов измерений гравиметрическими методами [41–46].

При реализации **рефрактометрического метода** навеску продукта обрабатывают растворителем с высоким коэффициентом преломления (бромнафталин, хлорнафталин, трикрезилортофосфат и др.) для извлечения из нее жира. Смесь фильтруют, фильтрат наносят на призму рефрактометра и определяют коэффициент преломления раствора жира в растворителе. По разности между коэффициентом преломления чистого растворителя и раствора жира определяют массовую долю последнего. К преимуществам данного метода относятся быстрота и высокая воспроизводимость результатов измерений. Ограничением является резкий запах применяемых растворителей, зависимость показателя преломления от температуры, использование эмпирических таблиц [47–50].

Преимуществом **хроматографических** методов является возможность определения жирнокислотного состава. Для анализа методом газожидкостной хроматографии используют не сами жирные кислоты, а их производные – метиловые (этиловые) эфиры. Это позволяет обеспечить высокую эффективность разделения при сравнительно низких температурах (до 300 °С) и сократить время анализа [51, 52]. Однако при проведении хроматографического разделения возможна существенная потеря веществ на отдельных этапах. По этой причине необходимо проводить сопоставление результатов измерений содержания индивидуальных соединений с суммарным содержанием жира, определенным гравиметрическими методами [17, 53–56]. На результат измерений

оказывают влияние характеристики хроматографа, колонок и детектора, техника обработки хроматограмм, используемый метод количественной оценки [57–59].

Метод ЯМР основан на измерении амплитуд сигналов свободной прецессии и спинового эха, времени спин-спиновой релаксации протонов молекул жира в исследуемой пробе. Главным преимуществом ЯМР является возможность преобразования и видоизменения ядерного спинового гамильтониана по воле экспериментатора практически без каких-либо ограничений и подгонки его под специальные требования решаемой задачи, что позволяет проводить подробный анализ ЯМР-спектра [60]. К преимуществам метода ЯМР относят также неразрушающий характер измерений, быстроту проведения анализа, отсутствие токсичных химических реактивов, простоту либо отсутствие пробоподготовки, высокую воспроизводимость результатов, возможность определения как суммарного содержания жира, так и содержания характеристических кислот (олеиновой, линоленовой, эруковой), а также кислотного числа растительных масел, влажности анализируемой пробы [61–67]. Ограничениями являются зависимость выходного сигнала от химического состава образца, его температуры и аппаратурных факторов, относительно низкая чувствительность по сравнению с другими методами [68, 69].

При применении **ИК спектроскопии** для измерений массовой доли жира используют характерную полосу поглощения 1725 нм, принадлежащую углерод-водородным связям в группах C-H -углеродных цепей жирных кислот (первый обертона). Кроме максимумов при 1734 и 1765 нм, жиры и масла дают очень характерные полосы поглощения с максимумами около 2310 и 2345 нм, соответствующие составным частотам углеродородных связей. Жиры и масла также имеют более слабые полосы поглощения около 1200 (второй обертона), 2140 и 2190 нм (комбинационные частоты) и несколько полос поглощения в коротковолновой части ближней ИК области, которая используется обычно при измерении пропускания (третьи обертоны) [70–72]. В последнее время наибольшее применение получил метод ИК Фурье-спектроскопии [73–75]. Спектры исследуемых веществ получают в результате обратного быстрого Фурье-преобразования интерферограммы прошедшего (или отраженного) через образец излучения. Этот метод дает значительный выигрыш в фотометрической точности и точности отсчета длины волны. К основным преимуществам метода можно отнести неразрушающий характер анализа, оперативность (обычно время анализа не превышает 3 минут), простота пробоподготовки или ее отсутствие, легкость

процесса выполнения измерений, отсутствие необходимости использования дорогостоящих реактивов и расходных материалов, возможность одновременного определения нескольких показателей, в том числе – содержания характеристических кислот в семенах масличных культур [76–78]. Ограничением ИК спектроскопии является необходимость проведения градуировки с использованием большого набора образцов, а также влияние матрицы [79–82].

Ультразвуковой метод основан на измерении скорости распространения, степени поглощения или рассеивания ультразвука в продукте, которые зависят от содержания жира [83–88]. Эта зависимость более резко выражена при температуре 50 °С. В некоторых ультразвуковых анализаторах определение скорости ультразвука проводится при температуре 61 °С, которая превышает температуру плавления молочного жира. Благодаря этому уменьшается погрешность измерений содержания жира за счет устранения помех, связанных с затвердеванием и кристаллизацией жира. Однако в этом случае несколько усложняется схема вычислительного устройства ультразвукового анализатора [83]. Преимущества и ограничения ультразвукового метода такие же, как у ИК спектроскопии [85, 89].

Турбидиметрический метод основан на фотометрическом измерении степени ослабления лучистого потока светорассеяния слоем жировых шариков анализируемой пробы. Преимуществами метода являются сокращение времени анализа по сравнению с гравиметрическими методами, высокая прецизионность. К ограничениям относятся узкая область применения (главным образом сырое и питьевое молоко), использование растворителя, необходимость тщательной гомогенизации и проведения градуировки [90–93]. В настоящее время развитие данного метода связано с применением современных программ обработки изображений [94].

Расчетный метод основан на расчете массовой доли жира по разности «100 минус сумма массовых долей сухого обезжиренного остатка, влаги и летучих веществ» или «100 минус сумма массовых долей влаги и летучих веществ». Применяется при анализе продукции с большим содержанием жира [95].

Стандартизованные методики измерений содержания жира

В Российской Федерации по состоянию на 10.06.2023 действуют 78 стандартизованных методик измерений содержания жира (сырого жира, масличности) в пищевых продуктах и продовольственном сырье, регламентированных в национальных и межгосударственных

стандартах. Стандарты ISO¹ и AOAC² описывают соответственно 30 и 38 методик измерений. Распределение стандартизованных методик в зависимости от используемого метода измерений представлено на рис. 1. Дополнительно на рис. 2 проиллюстрировано распределение стандартизованных методик в зависимости от применяемой модификации гравиметрического метода измерений.

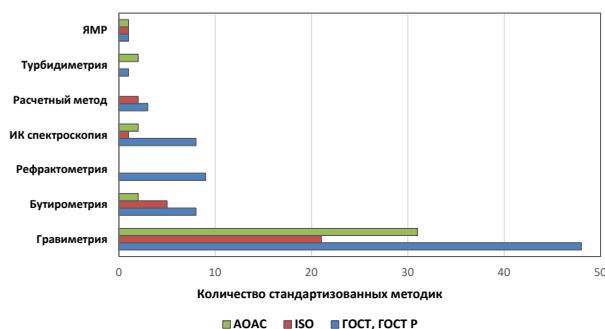


Рис. 1. Распределение стандартизованных методик в зависимости от используемого метода измерений (по состоянию на 10.06.2023)

Fig. 1. Distribution of standardized methods depending on the measurement method used (as of 10.06.2023)

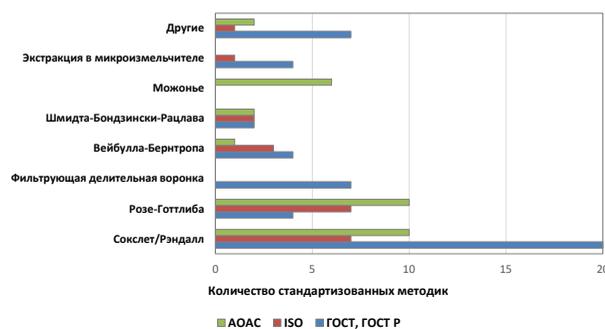


Рис. 2. Распределение стандартизованных методик в зависимости от применяемой модификации гравиметрического метода измерений (по состоянию на 10.06.2023)

Fig. 2. Distribution of standardized methods depending on the applied modification of the gravimetric measurement method (as of 10.06.2023)

Как видно из рис. 1, наибольшее распространение получили методики определения содержания жира, основанные на экстракционно-гравиметрическом методе. В Российской Федерации они составляют более 61 % от общего количества стандартизованных методик.

¹ ISO – International Organization for Standardization, <https://www.iso.org>

² AOAC International – Association of Analytical Communities, <https://www.aoc.org>

Широкое применение также получили методики, основанные на бутирометрическом (более 10 % от общего количества методик) методе и ИК спектроскопии (более 10 %). Среди гравиметрических методик почти половина методик основана на методе Сокслета и его модификации – методе Рэндалла (рис. 2). В стандартах ISO и AOAC также преобладают методики, основанные на применении экстракционно-гравиметрического метода. Их доля для стандартов ISO составляет 70 %, для стандартов AOAC – около 82 %. При этом большинство экстракционно-гравиметрических методик основано на применении методов Сокслета/Рэндалла и Розе-Готтлиба.

Метрологические характеристики стандартизованных методик измерений массовой доли жира (сырого жира, масличности) в пищевых продуктах и продовольственном сырье, регламентированных в национальных и межгосударственных стандартах, представлены в табл. 2.

Как указано в табл. 2, значения абсолютной погрешности результатов измерений в соответствии со стандартизованными методиками измерений (как правило, без учета систематической составляющей), действующими в Российской Федерации, варьируются в широком диапазоне – от 0,005 % (для хлебобулочных изделий) до 6,4 % (для мясных продуктов) – в зависимости от продукта и содержания в нем жиров. Методики измерений, основанные на экстракционно-гравиметрическом методе, применяют для всех групп пищевой продукции в качестве арбитражных методов. Значения абсолютной погрешности результатов измерений составляют от 0,005 до 5,00 %. Бутирометрический метод стандартизован для определения содержания жира в молоке и молочных продуктах, хлебобулочных изделиях, полуфабрикатах. Пределы повторяемости и воспроизводимости в абсолютной форме составляют (0,02–1,5) и (0,05–2,3) % соответственно. Рефрактометрические стандартизованные методики измерений распространяются на рыбу и рыбную продукцию, хлебобулочные, кондитерские изделия, семена масличных культур и продукты их переработки, плодовоовощную продукцию, пищевые концентраты и полуфабрикаты. Абсолютные значения пределов повторяемости для рефрактометрических методик варьируются от 0,03 до 1,5 %. ИК спектрометрия используется для мясных, рыбных, молочных продуктов, хлебобулочных изделий, семян масличных культур и продуктов их переработки, кормов. Относительная погрешность получаемых результатов колеблется в широком диапазоне от 1 до 70 % в зависимости от анализируемого продукта. Стандартизованная методика на основе турбидиметрического метода распространяется на молочные

Таблица 2. Метрологические характеристики стандартизованных методик измерений массовой доли жира (сырого жира, масличности) в пищевых продуктах и продовольственном сырье
 Table 2. Metrological characteristics of standardized methods for measuring the mass fraction of fat (crude fat, oil content) in food products and food raw materials

Нормативный документ	Метод измерений	Метрологические характеристики, %			
		Диапазон измерений	<i>r</i>	<i>R</i>	±Δ
Мясо и мясная продукция, мясо птицы и продукция его переработки					
ГОСТ 23042–2015	Сокслет	0,2–50,0	0,02–2,50	0,05–5,00	0,03–4,00
	Фильтрующая делительная воронка	0,2–50,0	0,03–4,00	0,06–7,50	0,04–5,00
ГОСТ 26183–84	Сокслет	-	0,5–1,0	-	-
ГОСТ 34567–2019	ИК спектроскопия	0,4–80,0	0,02–2,00	0,04–4,00	0,06–6,40
Яйца и продукты их переработки					
ГОСТ 31469–2012	Сокслет	от 3	0,5–1,0	1,1–2,0	0,8–1,4
	Фильтрующая делительная воронка	от 5	0,7–1,0	1,4–2,0	1,1–1,4
Молоко и молочные продукты					
ГОСТ ISO 1736–2014	Розе-Готтлиба	от 40	0,1–0,2	0,2–0,3	-
ГОСТ Р ИСО 2446–2011	Бутирометрия	-	-	-	-
ГОСТ 5867–2023	Бутирометрия	0–100	0,02–1,50	0,04–2,30	0,03–1,60
	Шмидта-Бондзински-Рацлава	1–40	0,20	0,32	0,24
ГОСТ 22760–77	Розе-Готтлиба	0,5–30,0	0,02–0,20	-	0,03–0,30
ГОСТ 29247–91	Бутирометрия	-	-	-	0,1–1,6
ГОСТ 30648.1–99	Бутирометрия	-	0,10–0,50	0,14–1,00	0,07–0,50
	Розе-Готтлиба	0,5–30,0	0,02–0,15	0,06–0,50	0,03–0,25
ГОСТ 32255–2013	ИК спектроскопия	0,5–42,0	0,08–0,30	0,14–0,75	0,10–0,53
ГОСТ 33925–2016	Вейбулла-Бернтропа	от 0,1	0,05–0,15	0,15–0,35	0,10–0,25
ГОСТ 33926–2016	Вейбулла-Бернтропа	от 0,1	0,10–0,30	0,20–0,50	0,14–0,35
ГОСТ 34455–2018	Вейбулла-Бернтропа	от 0,1	0,05–0,15	0,07–0,28	0,05–0,25
ГОСТ Р 51452–99	Розе-Готтлиба	-	0,02–0,15	0,05–0,30	0,03–0,20
ГОСТ Р 51457–99	Шмидта-Бондзински-Рацлава	-	0,15–0,20	0,40–0,50	0,25–0,30
ГОСТ Р 55063–2012	Бутирометрия	7,0–39,0	0,7	1,1	0,8

Продолжение табл. 2
Continuation of Table 2

Нормативный документ	Метод измерений	Метрологические характеристики, %			
		Диапазон измерений	r	R	$\pm\Delta$
ГОСТ Р 55361–2012	Бутирометрия	50,0–75,0	1,2–1,5	1,9–2,3	1,3–1,6
	Расчетный	-	-	-	0,05–2,30
Рыба и рыбная продукция					
ГОСТ 7636–85	Сокслет (по извлеченному жиру)	-	0,5	-	-
	Сокслет (по обезжиренному остатку)	-	0,5	-	-
	Рефрактометрия	-	0,3	-	-
	Отгонка	-	0,3	-	-
	Фильтрующая делительная воронка	-	0,5	-	-
ГОСТ 26829–86	Сокслет	-	0,5–1,0	-	0,1
	Экстракция в микроизмельчителе	-	0,5–1,0	-	0,25
	Капельная экстракция	-	0,5–1,0	-	0,2
	Рефрактометрия	-	1,0	-	0,2
ГОСТ 31795–2012	ИК спектроскопия	2,0–30,0	0,6–1,3	1,1–2,5	-
Зерно, мукомольно-крупяная продукция					
ГОСТ 27670–88	Фильтрующая делительная воронка	-	0,4	0,7	-
ГОСТ 29033–91	Сокслет	-	$0,08 \times x - 0,02$	$0,23 \times X + 0,02$	-
ГОСТ ISO 11085–2016	Рэндалл	0,48–25,77	0,25	0,63	0,40
	Рэндалл с гидролизом	1,07–27,08	0,35	1,10	0,80
Хлебобулочные изделия					
ГОСТ 5668–2022	Экстракционно-гравиметрический	0,1–20,0	0,0045–0,9000	0,0064–1,2800	0,005–1,000
	Вейбулла-Бернтропа	0,1–20,0	0,0045–0,9000	0,0064–1,2800	0,005–1,000
	Рефрактометрия	0,5–20,0	0,032–1,260	0,045–1,780	0,03–1,26
	Бутирометрия	0,5–20,0	0,033–1,300	0,046–1,840	0,03–1,32
	ИК спектроскопия	0,5–20,0	0,029–1,160	0,041–1,640	0,03–1,20

Продолжение табл. 2
Continuation of Table 2

Нормативный документ	Метод измерений	Метрологические характеристики, %			
		Диапазон измерений	<i>r</i>	<i>R</i>	$\pm\Delta$
Кондитерские изделия					
ГОСТ 31902–2012	Экстракционно-гравиметрический	0–60	0,8	1,1	0,8
	Сокслет	0–60	0,8	1,1	0,8
	Сокслет	0–60	0,5	0,7	0,5
	Рефрактометрия	0–60	0,3	0,5	0,4
	Рефрактометрия	0–60	0,5	0,8	0,6
Масложировая продукция					
ГОСТ 32189–2013	Экстракция	от 61	0,4–0,7	0,8–1,3	0,6–0,9
	Экстракция	40–60	0,16–0,24	0,32–0,48	0,28–0,42
	Расчетный	40–85	-	0,7–1,4	0,5–1,0
	Расчетный	95–100	-	0,04	0,02
Семена масличных культур и продукты их переработки					
ГОСТ 8.597-2010	ЯМР	0,5–60,0	0,3–0,4	0,7–0,8	0,5–0,6
ГОСТ ISO 659-2017	Сокслет	19,4–45,5	0,2–0,4	1,1–1,7	-
ГОСТ ISO 734-1-2016	Сокслет	0–5	0,2–0,3	0,7–1,1	-
ГОСТ ISO 734-2-2016	Экстракция в микроизмельчителе	0–5	0,3	0,8	-
ГОСТ 10857–64	Сокслет	-	0,3–0,5	0,6–1,0	-
	Рефрактометрия	-	-	-	-
ГОСТ 13979.2–94	Экстракция в аппарате Зайченко	-	0,4	0,6	-
ГОСТ 30131–96	ИК спектроскопия	1,0–25,0	0,3–0,4	0,6–0,8	-
ГОСТ 32749–2014	ИК спектроскопия	1,0–60,0	0,3–1,4	0,6–2,8	0,4–2,0
Флодоовощная продукция					
ГОСТ 8756.21–89	Фильтрующая делительная воронка	-	0,1–1,5	-	-
	Экстракция в микроизмельчителе	-	0,1–0,7	-	-
	Рефрактометрия	-	0,2–1,5	-	-

Окончание табл. 2
End of Table 2

Нормативный документ	Метод измерений	Метрологические характеристики, %			
		Диапазон измерений	r	R	$\pm\Delta$
Концентраты пищевые, полуфабрикаты, продукция общественного питания					
ГОСТ 15113.9–77	Сокслет	-	0,5	-	-
	Фильтрующая делительная воронка	-	0,3	-	-
	Настаивание с растворителем	-	0,5	-	-
	Рефрактометрия	-	0,3	-	-
ГОСТ Р 54607.5–2015	Сокслет	-	0,5	0,7	0,5
	Экстракция в микроизмельчителе	-	0,6	1,0	0,7
	Бутирометрия	-	0,8	1,5	1,0
ГОСТ Р 54607.8–2016	Рефрактометрия	-	0,5	0,8	0,6
	Фильтрующая делительная воронка	-	0,6	1,2	0,9
Корма, комбикорма, комбикормовое сырье					
ГОСТ 13496.15–2016	Сокслет (по обезжиренному остатку)	-	$0,05 \times x + 0,34$	$0,09 \times X + 0,62$	$0,05 \times x + 0,37$
	Аппарат ЭЖ-101	-	$0,05 \times x + 0,34$	$0,09 \times X + 0,62$	$0,05 \times x + 0,37$
	Сокслет (по извлеченному жиру)	-	-	-	-
ГОСТ 32040–2012	ИК спектроскопия	-	0,3	0,6	-
ГОСТ 32905–2014	Сокслет	-	0,25	0,77	-
	Сокслет с гидролизом	-	0,50	1,20	-
ГОСТ Р 57543–2017	ИК спектроскопия	-	0,3	0,6	-

Примечание. x – среднееарифметическое значение результатов двух параллельных определений, %; X – среднееарифметическое значение результатов испытаний в двух лабораториях, %; r – предел повторяемости, %; R – предел воспроизводимости, %; $\pm\Delta$ – границы абсолютной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$, %.

продукты. Абсолютное расхождение между двумя результатами измерений, полученных в условиях повторяемости, не должно превышать (0,02–0,05) %, предел допускаемого значения систематической составляющей погрешности (без учета знака) составляет (0,06–0,10) %. Для стандартизованной методики измерений масличности семян масличных культур и продуктов их переработки методом ЯМР абсолютная погрешность получаемых результатов составляет (0,5–0,6) %.

Данные, представленные в табл. 2, демонстрируют, что у более 60 % стандартизованных методик измерений отсутствует четко установленный диапазон измерений. При этом для 27 стандартизованных методик приведена только информация о повторяемости и/или воспроизводимости получаемых результатов измерений. Для 3 методик отсутствуют сведения о диапазоне и точности измерений.

Приведенные в стандартах значения погрешности измерений в подавляющем большинстве случаев рассчитаны только с учетом прецизионности получаемых результатов без оценки систематической составляющей погрешности измерений. В частности, не учтена составляющая погрешности построения калибровочной (градуировочной) зависимости для косвенных методов измерений, таких как рефрактометрия, бутирометрия, ИК спектроскопия. В результате значения погрешности данных методов оказываются ниже, чем значения погрешности экстракционно-гравиметрических методик измерений, используемых для калибровки. Например, в ГОСТ 31902–2012 значения абсолютной погрешности измерений с использованием экстракционно-гравиметрических методик составляют (0,5–0,8) %, а рефрактометрических (0,4–0,6) %. Выявленные проблемы обуславливают необходимость проведения исследований по оцениванию метрологических характеристик для ряда стандартизованных методик измерений массовой доли жира (сырого жира, масличности) в пищевых продуктах и продовольственном сырье.

Средства измерений и испытательное оборудование

Основным оборудованием при экстракционно-гравиметрическом определении жира являются весы лабораторные и экстракторы жира различного исполнения. Классическое определение содержания жира проводится в аппарате Сокслета [29], состоящем из круглодонной колбы, горелки, насадки, обратного холодильника. В то время как на практике в испытательных лабораториях все активнее применяют автоматизированные установки, использующие различные усовершенствованные

модификации метода Сокслета – по Твиссельману, по Рэндаллу [30]. Автоматические экстракторы жира позволяют не только анализировать сразу несколько проб, но и контролировать процесс и следить за нагревом. В связи с этим применение автоматических экстракторов должно быть учтено при пересмотре существующих стандартизованных экстракционно-гравиметрических методик.

Для измерений массовой доли жира бутирометрическим методом (методом Гербера) используют жирометр (бутирометр), пипетку для отмеривания молока, дозаторы для серной кислоты и изоамилового спирта [96]. В соответствии с ГОСТ 23094–78 для определения жира в молоке и молочных продуктах выпускаются 9 типов жирометров, отличающихся друг от друга областью применения, диапазоном измерений и ценой деления шкалы. Процедура поверки жирометров представлена в ГОСТ 8.482–83. Технические требования к пипеткам для отмеривания молока изложены в ГОСТ 29169–91. Процедура проверки вместимости пипеток для молока описана в ГОСТ Р ИСО 2446–2011.

Основным оборудованием для реализации рефрактометрического метода является рефрактометр с диапазоном измерения коэффициента преломления от 1,3 до 1,7 и разрешением не ниже 0,0001, пикнометр по ГОСТ 22524–77 или ареометр по ГОСТ 18481–81, весы лабораторные с допускаемой погрешностью $\pm 0,001$ г.

Ультразвуковой и инфракрасный методы измерений положены в основу экспрессных анализаторов качества пищевых продуктов и продовольственного сырья, применяемых для оперативного контроля состава и свойств сырья и полуфабрикатов на всех этапах технологического процесса. ЯМР анализаторы используют для экспрессных измерений масличности семян и продуктов их переработки.

В Государственный реестр средств измерений с конца 80-х годов XX века внесено более 100 типов экспрессных анализаторов пищевых продуктов и продовольственного сырья, предназначенных, в том числе, для измерения содержания жира. Из них 33 % являются средствами измерений отечественного производства, остальные 67 % выпускаются иностранными производителями. Распределение экспрессных анализаторов утвержденных типов в зависимости от применяемого метода и анализируемых объектов представлено на рис. 3.

Как видно на рис. 3, наибольшее распространение получили анализаторы молока и молочных продуктов (более 50 %), основанные либо на измерении интенсивности ИК излучения, поглощенного или диффузно

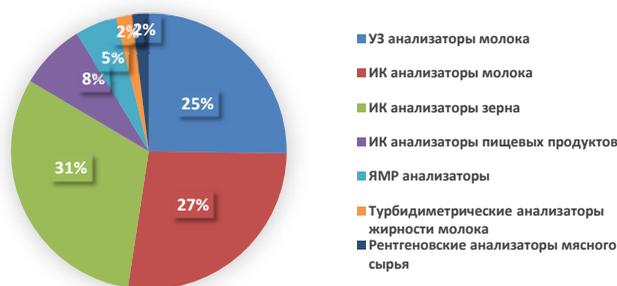


Рис. 3. Распределение экспрессных анализаторов утвержденных типов в зависимости от применяемого метода и анализируемых объектов (по состоянию на 10.06.2023)

Fig. 3. Distribution of certified express analyzers depending on the method used and the objects analyzed (as of 10.06.2023)

отраженного от исследуемой пробы, либо на измерении скорости и степени затухания ультразвуковых колебаний при прохождении их в молоке при двух различных температурах. На втором месте (около 40 %) находятся инфракрасные и ЯМР анализаторы зерновых, бобовых, масличных культур и продуктов их переработки. В реестр также внесены универсальные инфракрасные анализаторы пищевых продуктов, турбидиметрические анализаторы жирности молока и анализаторы мясного сырья, основанные на измерении интенсивности рентгеновского излучения, прошедшего через исследуемый образец.

Как правило, изготовители анализаторов заносят в программное обеспечение базовые наборы градуировочных коэффициентов для определенных продуктов и измеряемых показателей. Базовые градуировки для измерений содержания жира получают путем набора статистических данных по измерениям большого количества образцов продуктов (обычно 40–90 образцов) с использованием референтных экстракционно-гравиметрических методов. От пользователей требуется провести проверку имеющейся градуировки и в случае необходимости выполнить ее коррекцию с применением относительно небольшого количества образцов (как правило, 10 образцов) с известными значениями показателей.

Для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики, поверки (калибровки), испытаний в целях утверждения типа экспрессных анализаторов пищевых продуктов, а также аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли жира необходимо применение стандартных образцов состава пищевых продуктов и продовольственного сырья.

Стандартные образцы

В настоящее время в Российской Федерации выпускается 38 утвержденных типов стандартных образцов с аттестованными значениями массовой доли жира (сырого жира, масличности), указанных в табл. 3.

Таблица 3. Стандартные образцы состава пищевых продуктов и продовольственного сырья (СО) с аттестованным значением массовой доли жира (сырого жира, масличности) (по состоянию на 10.06.2023)

Table 3. Reference materials for the composition of food products and food raw materials (RMs) with a certified value of the mass fraction of fat (crude fat, oil content) (as of 10.06.2023)

Индекс СО	Материал СО	A, %	± Δ, %
ГСО 10891–2017	молоко сухое	1–45	2,5 отн.
ГСО 10899–2017	семена подсолнечника	30–65	0,2 абс.
ГСО 11086–2018	молоко сухое обезжиренное	0,1–10	0,10 абс.
ГСО 11087–2018	молоко сухое цельное	20–45	0,25 абс.
ГСО 11088–2018	смесь молочная сухая для детского питания	10–40	0,25 абс.
ГСО 11089–2018	сметана с/с	10–80	0,25 абс.
ГСО 11090–2018	творог с/с	10–50	0,12 абс.
ГСО 11091–2018	сыр сухой	10–80	0,12 абс.
ГСО 11127–2018 / ГСО 11130–2018	каша молочная сухая быстрорастворимая для детского питания рисовая, гречневая, кукурузная, мультизлаковая	5–20	0,25 абс.

Окончание табл. 3
End of Table 3

Индекс СО	Материал СО	<i>A</i> , %	± Δ, %
ГСО 11144–2018 / ГСО 11147–2018	каша безмолочная сухая быстрорастворимая для детского питания рисовая, гречневая, кукурузная, мультизлаковая	0,5–12	0,25 абс.
ГСО 11268–2019 / ГСО 11270–2019	комбикорм для сельскохозяйственной птицы, комбикорм для свиней, комбикорм для крупного рогатого скота	1–10	0,2 абс.
ГСО 11271–2019	яичный порошок	35–60	0,7 абс.
ГСО 11274–2019 / ГСО 11276–2019	мясо вареное сублимационной сушки свинины, говядины, птицы (куриное белое)	5–15 15–40	0,7 абс. 1,0 абс.
ГСО 11279–2019 / ГСО 11283–2019	шрот подсолнечный, шрот соевый, шрот рапсовый, жмых подсолнечный, жмых соевый	0,5–30	0,2 абс.
ГСО 11284–2019 / ГСО 11289–2019	семена подсолнечника, сои, горчицы, рапса, льна, хлопчатника	13–60	0,2 абс.
ГСО 11504–2020	молоко питьевое	0,5–6	0,05 абс.
ГСО 11505–2020	сливки питьевые	9–42	0,06 абс.
ГСО 11687–2021	филе минтая с/с	1–15	0,4 абс.
ГСО 11962–2022	сухари пшеничные	1,5–15	0,2 абс.

Примечание. *A* – аттестованное значение массовой доли жира; ± Δ – границы допускаемых значений погрешности аттестованного значения при доверительной вероятности $P = 0,95$; с/с – сублимационной сушки.

Как свидетельствует табл. 3, наиболее широко представлена категория стандартных образцов состава молочных и зерно-молочных продуктов (17 типов), предназначенных, в том числе, для контроля точности результатов измерений при подтверждении соответствия продукции обязательным требованиям ТР ТС 033/2013 и ТР ТС 027/2012 (табл. 1). Аттестованное значение массовой доли жира в ГСО 10891–2017 установлено по результатам межлабораторного эксперимента, в ГСО 11504–2020/ГСО 11505–2020 – с использованием аттестованной методики измерений [97], в ГСО 11086–2018/ГСО 11091–2018, ГСО 11127–2018/ГСО 11130–2018, ГСО 11144–2018/ГСО 11147–2018 – с применением Государственной первичной референтной методики измерений (далее – ГПРМИ) массовой доли жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье [98]. Данная ГПРМИ также была использована для характеристики стандартных образцов состава яичного порошка ГСО 11271–2019, мясных продуктов сублимационной сушки ГСО 11274–2019/ГСО 11276–2019.

На втором месте по количеству утвержденных типов находятся стандартные образцы состава масличных культур и продуктов их переработки (12 типов). Аттестованное значение масличности в ГСО 10899–2017 установлено по результатам межлабораторного эксперимента, в ГСО 11279–2019/ГСО 11283–2019, ГСО 11284–2019/ГСО 11289–2019 – с применением ГПРМИ массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе [99]. Данная методика также была использована для характеристики стандартных образцов состава комбикормов ГСО 11268–2019/ГСО 11270–2019.

Однако, как следует из табл. 3, на данный момент отсутствуют стандартные образцы состава кондитерских, макаронных изделий, плодоовощной продукции. Не представлены также стандартные образцы состава масложировой продукции, рыбных, мясных, мясорастительных консервов, необходимые для метрологического обеспечения измерений при оценке соответствия продукции обязательным требованиям ТР ТС 021/2011, ТР ТС 024/2011, ТР ТС 034/2013, ТР ЕАЭС 040/2016 и ТР ЕАЭС 051/2021.

Перспективы развития метрологического обеспечения в области измерений содержания жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье

В период с 2016 по 2019 гг. были разработаны и утверждены в качестве государственных следующие ПРМИ:

– ГПРМИ массовой доли жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье М.241.01/RA.RU.311866/2018 (Номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ФИФ) – ФР.ПР1.31.2019.00001);

– ГПРМИ массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе (ФР.ПР1.31.2019.00009).

Область применения первой ГПРМИ – молочные, зерно-молочные, зерновые, мясные, сухие яичные продукты, в том числе для детского питания; второй – зерно зерновых и зернобобовых культур, семена масличных культур и продукты на их основе, комбикорма и кормовые компоненты. ГПРМИ предназначены для проведения высокоточных измерений, оценки правильности результатов измерений, полученных с использованием других методик (методов) измерений, калибровки средств измерений и определения характеристик стандартных образцов.

ГПРМИ были использованы для характеристики более 30 утвержденных типов стандартных образцов состава пищевых продуктов и продовольственного сырья [100]. В результате была построена система передачи единицы массовой доли жира от ГПРМИ, обеспечивающих наивысшую точность и подтвердивших эквивалентность аналогичным методикам иностранных государств, к результатам рутинных измерений путем использования для аттестации методик измерений и калибровки средств измерений упорядоченной системы новых типов стандартных образцов [101].

Очевидна необходимость решения ряда задач в интересах развития метрологического обеспечения в области измерений содержания жира в пищевой и сельскохозяйственной продукции:

– пересмотр отдельных действующих стандартизованных методик в части уточнения параметров измерений, для обеспечения согласованности результатов, получаемых различными физико-химическими методами, а также включения современного аналитического оборудования;

– оценивание метрологических характеристик отдельных стандартизованных методик измерений, включающее установление значений неисключенной систематической погрешности измерений;

– разработка ГПРМИ и стандартных образцов состава кондитерских, макаронных изделий, плодоовощной, масложировой продукции, рыбных, мясных, мясорастительных консервов;

– разработка и аттестация экспрессных методик измерений, позволяющих осуществлять оперативный контроль состава и свойств сырья и полуфабрикатов на всех этапах технологического процесса;

– создание метрологического обеспечения для определения жирнокислотного состава молочных и масложировых продуктов, продукции специализированного и детского питания.

Заключение

Проведенный анализ выявил следующие особенности и проблемы обеспечения единства измерений содержания жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье:

– разнообразная пищевая и сельскохозяйственная продукция не может быть охарактеризована однозначным сочетанием и пропорциями соединений, входящих в состав ее жира, вследствие чего данный показатель является обобщенным, «трудноформализуемым» и зависимым от применяемого метода;

– существует большое количество методов измерений содержания жира (сырого жира, масличности), основанных на различных физико-химических принципах, применение которых для одних и тех же проб может приводить к получению несопоставимых результатов измерений;

– наибольшее распространение получили стандартизованные методики измерений содержания жира, основанные на экстракционно-гравиметрическом методе, который выступает в качестве арбитражного;

– характеристики погрешности стандартизованных методик, как правило, учитывают только данные по прецизионности получаемых результатов без оценки систематической составляющей погрешности измерений, в ряде методик приведена информация только о повторяемости результатов измерений;

– рост парка экспрессных анализаторов, используемых для оперативной оценки качества в пищевой промышленности, приводит к увеличению потребности в стандартных образцах состава пищевых продуктов и продовольственного сырья.

Разработанные ГПРМИ массовой доли жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье и ГПРМИ массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе в комплексе с новыми типами СО, охарактеризованными с применением данных ГПРМИ, позволяют обеспечить

единство измерений содержания жира в пищевых продуктах и продовольственном сырье.

Вместе с тем, по результатам обзора выявлена необходимость дальнейшего развития метрологического обеспечения измерений содержания жира, включающего проведение работ по актуализации приборной базы, уточнению параметров измерений, оцениванию метрологических характеристик для ряда стандартизованных методик измерений, разработку ГПРМИ и новых типов СО для неохваченных групп продукции, разработку и аттестацию экспрессных методик измерений, создание метрологического обеспечения для определения жирнокислотного состава.

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: Автор заявляет об отсутствии конфликта интересов. Работа выполнена в рамках диссертационного исследования «Разработка комплекса метрологического обеспечения измерений показателей пищевой ценности пищевой продукции». Научный консультант: Собина Е. П., д-р техн. наук, директор УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», член редакционной коллегии журнала «Эталоны. Стандартные образцы».

Conflict of interests: The author declares no conflict of interest. The research was performed as part of the dissertation research «Development of a complex of metrological support for measuring indicators of the nutritional value of food products.» Scientific consultant: Egor P. Sobina, Dr. Sci. (Eng.), Branch Director, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology, member of the Editorial Board of the journal «Measurement Standards. Reference Materials».

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Горшков А. И., Липатова О. В. Гигиена питания. М.: Медицина, 1987. 416 с.
2. Нечаев А. П., Траубенберг С. Е., Кочеткова А. А. Пищевая химия. СПб.: ГИОРД, 2003. 640 с.
3. Химия жиров / Б. Н. Тютюнников [и др.]. М.: Колос, 1992. 448 с.
4. Rajah K. K. Fats in food technology. West Sussex: John Wiley & Sons Ltd, 2014. 369 p.
5. Christie W. W., Han X. Lipid Analysis (Fourth edition) Isolation, Separation, Identification and Lipidomic Analysis. Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 2012. 448 p.
6. Ржавская Ф. М. Жиры рыб и морских млекопитающих. М.: Пищевая промышленность, 1976. 473 с.
7. Перестова Т. А. Морфолого-анатомическая характеристика семян отдельных сортов и гибридов подсолнечника. Сборник научно-исследовательских работ по масличным культурам. Майкоп, 1968. С. 58–65.
8. Наумович И. М. Изменение содержания сырого жира и белка в маслосеменах рапса ярового в зависимости от приемов агротехники // Земледеліе і селекція в Білорусі. 2020. № 56. С. 244–251.
9. Лаврова Г. П., Машкина Е. И. Зоотехнический анализ кормов. Барнаул: Изд-во АГАУ, 2006. 30 с.
10. Мунгин В. В., Арюкова Е. А., Гибалкина Н. И. Влияние сырого жира в продукционных комбикормах на продуктивность и убойные качества товарного карпа // Аграрный научный журнал. 2018. № 3. С. 25–27. <https://doi.org/10.28983/asj.v0i3.405>
11. Осепчук Д. В., Свистунов А. А., Агаркова Н. В. Применение полнорационных комбикормов с различным уровнем сырого жира в кормлении молодняка гусей и их влияние на ростовые показатели птицы // Сборник научных трудов Краснодарского научного центра по зоотехнии и ветеринарии. 2020. Т. 9, № 2. С. 115–119. <https://doi.org/10.34617/3f9f-be05>
12. Delcour, Lipids in bread making: Sources, interactions, and impact on bread quality / B. Pareyt [et al.] // Journal of Cereal Science. 2011. Vol. 54, № 3. P. 266–279. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2011.08.011>
13. Role of fat on the quality and shelf-life of gluten-free bread baked by Ohmic heating and conventional deck oven / E. Waziroh [et al.] // Innovative Food Science & Emerging Technologies. 2023. Vol. 86. 103348. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2023.103348>
14. Роль липидов и каротиноидов в адаптации проростков пшеницы к холодному шоку / В. В. Нохсоров [и др.] // Технология и товароведение инновационных пищевых продуктов. 2014. № 5(28). С. 79–86.
15. Жиры. Химический состав и экспертиза качества / О. Б. Рудаков [и др.]. М.: ООО «ДеЛи принт», 2005. 312 с.
16. Вострикова Н. Л., Кузнецова О. А., Куликовский А. В. Методические аспекты извлечения липидов из биологических матриц // Теория и практика переработки мяса. 2018. Т. 3, № 2. С. 4–21. <https://doi.org/10.21323/2414-438X-2018-3-2-4-21>
17. Extraction methods of fat from food samples and preparation of fatty acid methyl esters for gas chromatography: A review / G. G. Hewavitharana [et al.] // Arabian Journal of Chemistry. 2020. Vol. 13, № 8. P. 6865–6875. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2020.06.039>
18. Shin J.-M., Park S.-K. Comparison of fat determination methods depending on fat definition in bakery products // LWT – Food Science and Technology. 2015. Vol. 63, № 2. P. 972–977. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2015.04.011>
19. Comparison of gravimetric, creamatocrit and esterified fatty acid methods for determination of total fat content in human milk / J. Du [et al.] // Food Chemistry. 2017. Vol. 217. P. 505–510. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.08.114>

20. Comparison of different methods for total lipid quantification in meat and meat products / *T. Pérez-Palacios* [et al.] // *Food Chemistry*. 2008. Vol. 110, № 4. P. 1025–1029. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.03.026>
21. A Comparison of selected rapid methods for fat measurement in fresh herring (*Clupea harengus*) / *A. Vogt* [et al.] // *Journal of Food Composition and Analysis*. 2002. Vol. 15, № 2. P. 205–215. <https://doi.org/10.1006/jfca.2002.1049>
22. *Manirakiza P., Covaci A., Schepens P.* Comparative study on total lipid determination using Soxhlet, Roese-Gottlieb, Bligh & Dyer, and modified Bligh & Dyer extraction methods // *Journal of food Composition and Analysis*. 2001. Vol. 14, № 1. P. 93–100. <https://doi.org/10.1006/jfca.2000.0972>
23. *Кобзева Т. В., Юрова Е. А.* Контроль качества молокосодержащих продуктов // *Молочная промышленность*. 2011. № 2. С. 48–49.
24. *Курцова А. А., Князева А. С., Вострикова Н. Л.* Сравнительная оценка различных методов извлечения жира из многокомпонентных мясных систем // *Все о мясе*. 2018. № 3. С. 28–31. <https://doi.org/10.21323/2071-2499-2018-3-28-31>
25. Fat Contents of Cereal Foods: Comparison of classical with recently developed extraction techniques / *W. Zou* [et al.] // *Journal of AOAC International*. 1999. Vol. 82, № 1. P. 141–150.
26. *Barthel V. J., Chornick T., Daun J. K.* Comparison of methods to measure the oil contents in oilseeds // *Journal of Oleo Science*. 2002. Vol. 51, № 9. P. 589–597.
27. *Matthäus B., Brühl L.* Comparison of different methods for the determination of the oil content in oilseeds // *Journal of the American Oil Chemists' Society*. 2001. Vol. 78, Iss. 1. P. 95–102. <https://doi.org/10.1007/s11746-001-0226-y>
28. *Лакиза Н. В., Неудачина Л. К.* Пищевая химия: учебное пособие для вузов. М.: Издательство Юрайт, 2019. 185 с.
29. *Soxhlet F.* Die gewichtsanalytische Bestimmung des Milchfettes // *Dinglers Polytechnisches Journal*. 1879. Vol. 232. P. 461–465.
30. *Randall E. L.* Improved method for fat and oil analysis by a new process of extraction // *Journal of AOAC International*. 1974. Vol. 57, № 5. P. 1165–1168. <https://doi.org/10.1093/jaoac/57.5.1165>
31. *Heinrich C.* Use of the Rose-Gottlieb method for rapid gravimetric fat determination with the Heraeus apparatus // *Deutsche Milchwirtschaft*. 1970. Vol. 21, № 20. P. 797–798.
32. *Droop R. H.* The Röse-Gottlieb method of milk analysis // *The Lancet*. 1927. Vol. 209, № 5412. P. 1107. [https://doi.org/10.1016/S0140-6736\(00\)75802-8](https://doi.org/10.1016/S0140-6736(00)75802-8)
33. *Luque de Castro M. D., Garcia-Ayuso L. E.* Soxhlet extraction of solid materials: an outdated technique with a promising innovative future // *Analytica Chimica Acta*. 1998. Vol. 369, № 1–2. P. 1–10. [https://doi.org/10.1016/S0003-2670\(98\)00233-5](https://doi.org/10.1016/S0003-2670(98)00233-5)
34. *Folch J., Lees M., Sloane Stanley G. H.* A simple method for the isolation and purification of total lipids from animal tissues // *The Journal of Biological Chemistry*. 1957. Vol. 226. P. 497–509. [https://doi.org/10.1016/S0021-9258\(18\)64849-5](https://doi.org/10.1016/S0021-9258(18)64849-5)
35. *Bligh E. G., Dyer W. J.* A rapid method of total lipid extraction and purification // *Canadian Journal of Biochemistry and Physiology*. 1959. Vol. 37. P. 911–917. <https://doi.org/10.1139/o59-099>
36. Simplified gravimetric determination of total fat in food composites after chloroform methanol extraction / *K. M. Phillips* [et al.] // *Journal of the American Chemical Society*. 1997. Vol. 74, № 2. P. 137–142. <https://doi.org/10.1007/s11746-997-0158-1>
37. *Яновская С. М.* Химия жиров. М.: НОПМА, 2002. 240 с.
38. *Овчинникова С. И.* Качественный и количественный анализ липидов, углеводов, витаминов. 2-е изд. Мурманск: МГТУ, 2010. 125 с.
39. *Берестов И. И., Петрович А. К.* Результаты определения содержания сырого жира в кормах на экстракционном устройстве SER148/6 // *Земледелие и селекция в Беларуси*, 2011. № 47. С. 182–187.
40. *Luthria D. L., Noel K., Vinjamoori D.* Impact of sample preparation on the determination of crude fat content in corn // *Journal of the American Oil Chemists' Society*. 2004. Vol. 81. P. 999–1004. <https://doi.org/10.1007/s11746-004-1013-5>
41. *Moore H. C., Morse P. A.* A Babcock-Gerber method for determining the percentage of fat in ice cream // *Journal of Dairy Science*. 1926. Vol. 9, № 3. P. 276–285. [https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302\(26\)93898-8](https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302(26)93898-8)
42. A comparison of the Gerber and Röse Gottlieb methods for the determination of fat in milk / *W. P. Crocker* [et al.] // *Journal of Dairy Research*. 1955. Vol. 22, № 3. P. 336–339. <https://doi.org/10.1017/S0022029900007871>
43. *De Langen H.* Determination of fat in meat and separable fat by the Gerber test // *New Zealand Journal of Agricultural Research*. 1963. Vol. 5, № 3. P. 452–456. <https://doi.org/10.1080/00288233.1963.10423288>
44. *Germs A. C.* The gerber method: Its suitability for determining the fat content of egg products // *Zeitschrift für Lebensmittel-Untersuchung und -Forschung*. 1973. Vol. 151. P. 95–102. <https://doi.org/10.1007/BF01842918>
45. *Kleyn D. H., Trout J. R., Weber M.* Determination of Fat in Raw Milk: Comparison of Mojonnier (Ether Extraction) and Gerber Method // *Journal of AOAC International*. 1988. Vol. 71, № 3. P. 851–853. <https://doi.org/10.1093/jaoac/71.4.851>
46. Determination of fat in raw and processed milks by the Gerber method: collaborative study / *D. H. Kleyn* [et al.] // *Journal of AOAC International*. 2001. Vol. 84, № 5. P. 1499–1508. <https://doi.org/10.1093/jaoac/84.5.1499>
47. *Stanley J.* Refractometric determination of fat in chocolate // *Industrial & Engineering Chemistry Analytical Edition*. 1937. Vol. 9, № 3. P. 132–135. <https://doi.org/10.1021/ac50107a010>
48. *Kaloyereas S. A., Cruess W. V.* Improvements in the rapid refractometric method of determining the oil content of olives // *Journal of the American Oil Chemists' Society*. 1953. Vol. 30, № 8. P. 339–341. <https://doi.org/10.1007/BF02636949>
49. *Nadj L. J., Weeden D. G.* Refractometric estimation of total fat in chocolate-type products // *Analytical Chemistry*. 1966. Vol. 38, № 1. P. 125–126. <https://doi.org/10.1021/ac60233a034>

50. Головин А. Н., Кириченко С. Г. Модификация рефрактометрического метода определения содержания жира в рыбе и рыбных продуктах // Труды Всесоюзного научно-исследовательского института морского рыбного хозяйства и океанографии (ВНИРО), 1974. Т. XCV. С. 125–128.
51. Metcalfe L. D., Schmitz A. A. The rapid preparation of fatty acid esters for gas chromatographic analysis // Analytical Chemistry. 1961. Vol. 33, № 3. P. 363–364. <https://doi.org/10.1021/ac60171a016>
52. Stoffel W., Chu F., Ahrens E. H. Analysis of long-chain fatty acid by gas-liquid chromatography. Micromethod for preparation of methyl esters // Analytical Chemistry. 1959. Vol. 31, № 2. P. 307–308. <https://doi.org/10.1021/ac60146a047>
53. Comparison of gas chromatographic and gravimetric methods for quantization of total fat and fatty acids in foodstuffs / S. Aued-Pimentel [et al.] // Quimica Nova. 2010. Vol. 33, № 1. P. 76–84. <https://doi.org/10.1590/S0100-40422010000100015>
54. Gas chromatographic determination of total fat extracted from food samples using hydrolysis in the presence of antioxidant // S. D. House [et al.] // Journal of AOAC International. 1994. Vol. 77, № 4. P. 960–965.
55. Barthelet V. J., Chornick T., Daun J. K. Comparison of methods to measure the oil contents in oilseeds // Journal of Oleo Science. 2002. Vol. 51, № 9. P. 589–597. <https://doi.org/10.5650/jos.51.589>
56. Comparison of gravimetry and hydrolysis/derivatization/gas chromatography-mass spectrometry for quantitative analysis of fat from standard reference infant formula powder using supercritical fluid extraction / M. Ashraf-Khorassani [et al.] // Journal of Agricultural and Food Chemistry. 2002. Vol. 50, № 7. P. 1822–1826. <https://doi.org/10.1021/jf011389s>
57. Нифталиев С. И., Мельникова Е. И., Селиванова А. А. Газохроматографическое определение жирнокислотного состава заменителей молочного жира и других специализированных жиров // Сорбционные и хроматографические процессы. 2009. Т. 9, № 4. С. 574–581.
58. Определение жирнокислотного состава для оценки качества молочной продукции / С. П. Афонькина [и др.] // Медицина труда и экология человека. 2020. № 4 (24). С. 100–105. <https://doi.org/10.24412/2411-3794-2020-10414>
59. Comparison of six methylation methods for fatty acid determination in yak bone using gas chromatography / W. Jia [et al.] // Food Anal. Methods. 2017. Vol. 10. P. 3496–3507. <https://doi.org/10.1007/s12161-017-0881-7>
60. Эрнст Р., Боденхаузен Дж., Вокаун А. ЯМР в одном и двух измерениях / Пер. с англ. М.: Мир, 1990. 711 с.
61. Прудников С. М., Витюк Б. Я., Зверев Л. В. Метод ЯМР для определения влажности и масличности сельскохозяйственных материалов // Методы оценки соответствия. 2009. № 9. С. 18–19.
62. Агафонов О. С., Прудников С. М. Определение масличности семян подсолнечника по натуральным образцам подсолнечного масла: на примере градуировки импульсного ЯМР-анализатора // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 2. С. 61–71. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-2-61-71>
63. Оценка содержания олеиновой кислоты в семенах подсолнечника методом ядерной магнитной релаксации / Л. В. Зверев [и др.] // Известия высших учебных заведений. Пищевая технология. 2000. № 2–3 (255–256). С. 85–86.
64. Rapid determination of moisture and fat in meats by microwave and nuclear magnetic resonance analysis / J. T. Keeton [et al.] // Journal of AOAC International. 2003 Vol. 86, № 6. P. 1193–1202. <https://doi.org/10.1093/jaoac/86.6.1193>
65. Simultaneous quantification of fat and water content in cheese by TD-NMR / A. Castell-Palou [et al.] // Food Bioprocess Technol. 2013. Vol. 6. P. 2685–2694. <https://doi.org/10.1007/s11947-012-0912-8>
66. Nakashima Y. Non-destructive quantification of lipid and water in fresh tuna meat by a single-sided nuclear magnetic resonance scanner // Journal of Aquatic Food Product Technology. 2019. Vol. 28, № 2. P. 241–252. <https://doi.org/10.1080/10498850.2019.1569742>
67. Fan K., Zhang M. Recent developments in the food quality detected by non-invasive nuclear magnetic resonance technology // Critical Reviews in Food Science and Nutrition. 2019. Vol. 59, № 14. P. 2202–2213. <https://doi.org/10.1080/10408398.2018.1441124>
68. Совершенствование способа определения масличности и влажности семян подсолнечника на основе метода ЯМР / О. С. Агафонов [и др.] // Технологии пищевой и перерабатывающей промышленности АПК – продукты здорового питания. 2015. № 4(8). С. 60–63.
69. Прудников С. М., Агафонов О. С., Зверев Л. В. Влияние аппаратных факторов на результаты измерения масличности, влажности и массовой доли олеиновой кислоты в семенах подсолнечника методом ЯМР // Масличные культуры. Научно-технический бюллетень Всероссийского научно-исследовательского института масличных культур. 2016. № 4(168). С. 31–35.
70. Смит А. Прикладная ИК-спектроскопия / пер. с англ. Б. Н. Тарасевича. М.: Мир, 1982. 327 с.
71. Крищенко В. П. Ближняя инфракрасная спектроскопия. М.: КРОН-ПРЕСС, 1997. 638 с.
72. Посудин Ю. И., Костенко В. И. Определение состава молока на основе инфракрасной спектрофотометрии // Известия ВУЗов. Пищевая технология. 1992. № 3–4. С. 64–66.
73. Белл Р. Дж. Введение в Фурье-спектроскопию / пер. с англ. М.: Мир, 1975. 382 с.
74. Determination of essential nutrients in raw milk / R. Kittivachra [et al.] // Songklanakarin Journal of Science and Technology. 2006. Vol. 28. P. 115–120.
75. Вытовтов А. А., Мешалкина М. Н. Применение инфракрасной Фурье-спектроскопии для определения подлинности и качества молочных продуктов // Научно-технические ведомости Санкт-Петербургского государственного политехнического университета. Информатика, телекоммуникации и управление. 2011. Т. 138, № 6–1. С. 226–232.
76. Ефименко С. Г., Ефименко С. К. Определение содержания масла и влаги в семенах горчицы с помощью ИК-спектроскопии // Масличные культуры. 2019. № 4 (180). С. 36–44. <https://doi.org/10.25230/2412-608X-2019-4-180-36-44>

77. Ефименко С. Г., Ефименко С. К. Определение содержания масла, линоленовой и эруковой жирных кислот в семенах рыжика с помощью ИК-спектроскопии // Масличные культуры. 2021. № 2(186). С. 50–59. <https://doi.org/10.25230/2412-608X-2021-2-186-50-59>
78. Применение ИК спектроскопии и метода теории функционала плотности для оценки относительного содержания триглицеридов олеиновой и линолевой кислот в смеси оливкового масла и масла семян подсолнечника / К. В. Березин [и др.] // Оптика и спектроскопия. 2019. Т. 127, № 6. С. 883–889. <https://doi.org/10.21883/OS.2019.12.48680.127-19>
79. Кохова Л. В., Воронин М. В. Измерительные методы в оценке потребительских свойств и выявлении фальсификации молока питьевого // Современные наукоемкие технологии. Региональное приложение. 2014. Т. 38, № 2. С. 103–107.
80. Precalibration evaluation procedures for mid-infrared milk analyzers / J. M. Linch [et al.] // Journal of Dairy Science. 2006. Vol. 89. P. 2761–2774. [https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302\(06\)72353-0](https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302(06)72353-0)
81. Запорожца А. С., Петров Г. П. Метрологическое обеспечение средств измерений на основе ИК-спектроскопии // Методы оценки соответствия. 2009. № 9. С. 12–14.
82. Bales K. L., Meyer R. G., Piltz J. W. Prediction of the intramuscular fat and protein content of freeze-dried ground meat from cattle and sheep using near-infrared spectroscopy (NIRS) // International Journal of Food Science & Technology. 2022. № 57(4). P. 2249–2256. <https://doi.org/10.1111/ijfs.15571>
83. Буклагин Д. С. Ультразвуковые приборы контроля качества молока и молочной продукции // Вестник ВНИИМЖ. 2019. № 1(33). С. 63–70.
84. Ultrasound spectroscopy as an alternative method to measure the physical-chemical constituents of buffalo milk / W. O. Melo [et al.] // Ciencia Rural. 2018. Vol. 48. P. 26–31. <https://doi.org/10.1590/0103-8478cr20170447>
85. Applications of ultrasound in analysis, processing and quality control of food: A review / T. S. Awad [et al.] // Food Research International. 2012. Vol. 48, № 2. P. 410–427. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2012.05.004>
86. McClements D. J., Gunasekaran S. Ultrasonic characterization of foods and drinks: Principles, methods, and applications // Critical Reviews in Food Science and Nutrition. 1997. Vol. 37, № 1. P. 1–46. <https://doi.org/10.1080/10408399709527766>
87. Ultrasonic determination of fish composition / R. Ghaedian [et al.] // Journal of Food Engineering. 1998. Vol. 35, № 3. P. 323–337. [https://doi.org/10.1016/S0260-8774\(98\)00027-2](https://doi.org/10.1016/S0260-8774(98)00027-2)
88. Ultrasonic determination of the composition of a meat-based product / S. Simal [et al.] // Journal of Food Engineering. 2003. Vol. 58, № 3. P. 253–257. [https://doi.org/10.1016/S0260-8774\(02\)00375-8](https://doi.org/10.1016/S0260-8774(02)00375-8)
89. An overview of determination of milk fat: development, quality control measures, and application / R. Kala [et al.] // Acta Universitatis Agriculturae et Silviculturae Mendelianae Brunensis. 2018. Vol. 66. P. 1055–1064. <https://doi.org/10.11118/actaun201866041055>
90. Walstra P. Turbidimetric method for milk fat determination // Journal of Dairy Science. 1967. Vol. 50, № 11. P. 1839–1840. [https://doi.org/10.3168/JDS.S0022-0302\(67\)87725-7](https://doi.org/10.3168/JDS.S0022-0302(67)87725-7)
91. Ashworth U. S. Turbidimetric methods for measuring fat content of homogenized milk // Journal of Dairy Science. 1969. Vol. 52, № 2. P. 262–263. [https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302\(69\)86542-2](https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302(69)86542-2)
92. Турбидиметрические методы определения состава молока / А. Д. Алехин [и др.] // Известия ВУЗов. Пищевая технология. 1993. № 3–4. С. 85–87.
93. Drochioiu G. Turbidimetric lipid assay in seed flours // Journal of Food Lipids. 2005. Vol. 12. P. 12–22. <https://doi.org/10.1111/j.1745-4522.2005.00002.x>
94. Kucheryavskiy S., Melenteva A., Bogomolov A. Determination of fat and total protein content in milk using conventional digital imaging // Talanta. 2014. Vol. 121. P. 144–152. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2013.12.055>
95. Технохимический контроль жиров и жирозаменителей: Учебное пособие / Под ред. проф. О. Б. Рудакова. Спб.: Издательство Лань, 2021. 576 с.
96. Лепилкина О. В. Руководителям лабораторий. Жир по Герберу: средства измерения // Молочная промышленность. 2020. № 4. С. 34–35.
97. Стандартные образцы состава молочных продуктов для поверки ИК-анализаторов молока / М. Ю. Медведевских [и др.] // Пищевая промышленность. 2021. № 1. С. 16–19. <https://doi.org/10.24411/0235-2486-2021-10003>
98. Reference measurement procedure for the determination of mass fraction of fat content in food / S. V. Medvedevskikh [et al.] // Accreditation and Quality Assurance. 2021. Vol. 26. P. 165–175. <https://doi.org/10.1007/s00769-021-01472-w>
99. Сергеева А. С., Парфенова Е. Г., Гольнец О. С. Разработка первичной референтной методики измерений и стандартных образцов массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе // Эталоны. Стандартные образцы. 2020. Т. 16, № 3. С. 37–51. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2020-16-3-37-51>
100. Сергеева А. С., Вострикова Н. Л., Медведевских М. Ю. Разработка комплекса метрологического обеспечения пищевой промышленности // Эталоны. Стандартные образцы. 2021. Т. 17, № 1. С. 21–33. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-1-21-33>
101. Медведевских М. Ю., Сергеева А. С. Вопросы обеспечения метрологической прослеживаемости результатов измерений показателей качества пищевых продуктов и продовольственного сырья // Измерительная техника. 2020. № 3. С. 64–70. <https://doi.org/10.32446/0132-4713.2020-3-64-70>

REFERENCES

1. Gorshkov A. I., Lipatova O. V. *Gigiena questions*. Moscow: Medicine; 1987. 416 p. (In Russ.).
2. Nechaev A. P., Traubenberg S. E., Kochetkova A. A. *It's all about chemistry*. Saint Petersburg: GIOR; 2003. 640 p. (In Russ.).
3. Tyutyunnikov B. N., Bukhshtab Z. I., Gladkiy F. F. *Chemistry of fats*. Moscow: Kolos; 1992. 448 p. (In Russ.).
4. Rajah K. K. *Fats in food technology*. West Sussex: John Wiley & Sons Ltd; 2014. 369 p.
5. Christie W. W., Han X. *Lipid Analysis (Fourth edition) Isolation, Separation, Identification and Lipidomic Analysis*. Cambridge: Woodhead Publishing Limited; 2012. 448 p.
6. Rzhavskaya F. M. *Fats of fish and marine mammals*. Moscow: Food Industry; 1976. 473 p. (In Russ.).
7. Perestova T. A. Morphological and anatomical characteristics of sunflower seeds of individual varieties and hybrids. *Collection of scientific research papers on oilseeds*. Maykop; 1968. p. 58–65. (In Russ.).
8. Naumovich I. M. Changes in the content of crude fat and protein in oilseeds of spring rapeseed depending on agricultural techniques. *Agriculture and breeding in Belarus*. 2020;56:244–251. (In Russ.).
9. Lavrova G. P., Mashkina E. I. *Zootechnical analysis of feed*. Barnaul: AGAU Publishing House; 2006. 30 p. (In Russ.).
10. Mungin V. V., Arykova E. A., Gibalkina N. I. Influence of crude fat in productional feed-stuff on productivity and slaughter of marketable carp. *Agricultural Scientific Journal*. 2018;3:25–27. (In Russ.). <https://doi.org/10.28983/asj.v0i3.405>
11. Osepchuk D. V., Svistunov A. A., Agarkova N. V. Application of complete feeds with different levels of raw fat in feeding Young geese and their influence on growth rates of birds. *Collection of scientific papers of the Krasnodar Scientific Center for Animal Science and Veterinary Medicine*. 2020;9(2):115–119. (In Russ.). <https://doi.org/10.34617/3f9f-be05>
12. Pareyt B., Finnie S. M., Putseys J. A. Delcour, Lipids in bread making: Sources, interactions, and impact on bread quality. *Journal of Cereal Science*. 2011;54(3):266–279. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2011.08.011>
13. Waziirroh E., Bender D., Faieta M., Jaeger H., Schreiner M., Schoenlechner R. Role of fat on the quality and shelf-life of gluten-free bread baked by Ohmic heating and conventional deck oven. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*. 2023;86:103348. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2023.103348>
14. Nohsorov V. V., Dudareva L. V., Perk A. A., Chepalov V. A., Sofronova V. E., Verhoturov V. et al. The role of lipids and carotenoids in the adaptation of wheat seedlings to cold shock. *Technology and commodity science of innovative food products*. 2014;5(28):79–86. (In Russ.).
15. Rudakov O. B., Ponomarev A. N., Polyansky K. K., Lyubar A. V. *Fats. Chemical composition and quality expertise*. Moscow: Delhi Print LLC; 2005. 312 p. (In Russ.).
16. Vostrikova N. L., Kuznetsova O. A., Kulikovskii A. V. Methodological aspects of lipid extraction from biological matrices. *Theory and practice of meat processing*. 2018;3(2):4–21. (In Russ.). <https://doi.org/10.21323/2414-438X-2018-3-2-4-21>
17. Hewavitharana G. G., Perera D. N., Navaratne S. B., Wickramasinghe I. Extraction methods of fat from food samples and preparation of fatty acid methyl esters for gas chromatography: A review. *Arabian Journal of Chemistry*. 2020;13(8):6865–6875. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2020.06.039>
18. Shin J.-M., Park S.-K. Comparison of fat determination methods depending on fat definition in bakery products. *LWT – Food Science and Technology*. 2015;63(2):972–977. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2015.04.011>
19. Du J., Gay M. C. L., Lai C. T., Trengove R. D., Hartmann P. E., Geddes D. T. Comparison of gravimetric, creamatocrit and esterified fatty acid methods for determination of total fat content in human milk. *Food Chemistry*. 2017;217:505–510. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.08.114>
20. Pérez-Palacios T., Ruiz J., Martín D., Muriel E., Antequera T. Comparison of different methods for total lipid quantification in meat and meat products. *Food Chemistry*. 2008;110(4):1025–1029. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.03.026>
21. Vogt A., Gormley T. R., Downey G., Somers J. A Comparison of selected rapid methods for fat measurement in fresh herring (*Clupea harengus*). *Journal of Food Composition and Analysis*. 2002;15(2):205–215. <https://doi.org/10.1006/jfca.2002.1049>
22. Manirakiza P., Covaci A., Schepens P. Comparative study on total lipid determination using Soxhlet, Roese-Gottlieb, Bligh & Dyer, and modified Bligh & Dyer extraction methods. *Journal of food Composition and Analysis*. 2001;14(1):93–100. <https://doi.org/10.1006/jfca.2000.0972>
23. Kobzeva T. V., Yurova E. A. Quality control of dairy products. *Dairy industry*. 2011;2:48–49. (In Russ.).
24. Kurzova A. A., Knyazeva A. S., Vostrikova N. L. Comparative evaluation of different methods of fat extraction from multicomponent meat systems. *Vsyo o myase*. 2018;3:28–31. (In Russ.). <https://doi.org/10.21323/2071-2499-2018-3-28-31>
25. Zou W., Lusk C., Messer D., Lane R. Fat Contents of Cereal Foods: Comparison of classical with recently developed extraction techniques. *Journal of AOAC International*. 1999;82(1):141–150. <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/10028683/>
26. Barthet V. J., Chornick T., Daun J. K. Comparison of methods to measure the oil contents in oilseeds. *Journal of Oleo Science*. 2002;51(9):589–597. https://www.researchgate.net/publication/208349086_Comparison_of_Methods_to_Measure_the_Oil_Contents_in_Oilseeds
27. Matthäus B., Brühl L. Comparison of different methods for the determination of the oil content in oilseeds. *Journal of the American Oil Chemists' Society*. 2001;78:95–102. <https://doi.org/10.1007/s11746-001-0226-y>
28. Lakiza N. V., Neudachina L. K. *Food chemistry: a textbook for universities*. Moscow: Yurait Publishing House; 2019. 185 p. (In Russ.).
29. Soxhlet F. Die gewichtsanalytische Bestimmung des Milchfettes. *Dinglers Polytechnisches Journal*. 1879;232:461–465.
30. Randall E. L. Improved method for fat and oil analysis by a new process of extraction. *Journal of Association of Official Analytical Chemists*. 1974;57(5):1165–1168. <https://doi.org/10.1093/jaoac/57.5.1165>

31. Heinrich C. Use of the Rose-Gottlieb method for rapid gravimetric fat determination with the Heraeus apparatus. *Deutsche Milchwirtschaft*. 1970;21(20):797–798.
32. Droop R. H. The Röse-Gottlieb method of milk analysis. *The Lancet*. 1927;209(5412):1107. [https://doi.org/10.1016/S0140-6736\(00\)75802-8](https://doi.org/10.1016/S0140-6736(00)75802-8)
33. Luque de Castro M. D., García-Ayuso L. E. Soxhlet extraction of solid materials: an outdated technique with a promising innovative future. *Analytica Chimica Acta*. 1998;369(1–2):1–10. [https://doi.org/10.1016/S0003-2670\(98\)00233-5](https://doi.org/10.1016/S0003-2670(98)00233-5)
34. Folch J., Lees M., Sloane Stanley G. H. A simple method for the isolation and purification of total lipids from animal tissues. *The Journal of Biological Chemistry*. 1957;226:497–509. [https://doi.org/10.1016/S0021-9258\(18\)64849-5](https://doi.org/10.1016/S0021-9258(18)64849-5)
35. Bligh E. G., Dyer W. J. A rapid method of total lipid extraction and purification. *Canadian Journal of Biochemistry and Physiology*. 1959;37:911–917. <https://doi.org/10.1139/o59-099>
36. Phillips K. M., Tarragó-Trani M. T., Grove T. M., Grün I, Lugogo R., Harris R. F. et al. Simplified gravimetric determination of total fat in food composites after chloroform methanol extraction. *Journal of the American Oil Chemists' Society Volume*. 1997;74(2):137–142. <https://doi.org/10.1007/s11746-997-0158-1>
37. Yanova S. M. Chemistry of fats. Moscow: NORMA; 2002. 240 p. (In Russ.).
38. Ovchinnikova S. I. Qualitative and quantitative analysis of lipids, carbohydrates, vitamins. 2nd ed. Murmansk: MSTU; 2010. 125 p. (In Russ.).
39. Berestov I. I., Petrovich A. K. Results of determination of crude fat content in feed on the extraction device SER148/6. *Agriculture and breeding in Belarus*. 2011;47:182–187. (In Russ.).
40. Luthria D. L., Noel K., Vinjamoori D. Impact of sample preparation on the determination of crude fat content in corn. *Journal of the American Oil Chemists' Society Volume*. 2004;81:999–1004. <https://doi.org/10.1007/s11746-004-1013-5>
41. Moore H. C., Morse P. A. A Babcock-Gerber method for determining the percentage of fat in ice cream. *Journal of Dairy Science*. 1926;9(3):276–285. [https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302\(26\)93898-8](https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302(26)93898-8)
42. Crocker W. P., Jenkins D. I., Provan A. L., Macdonald S. J. Rowland, White J. C. D. A comparison of the Gerber and Röse Gottlieb methods for the F. J. determination of fat in milk. *Journal of Dairy Research*. 1955;22(3):336–339. <https://doi.org/10.1017/S0022029900007871>
43. De Langen H. Determination of fat in meat and separable fat by the Gerber test. *New Zealand Journal of Agricultural Research*. 1963;5(3):452–456. <https://doi.org/10.1080/00288233.1963.10423288>
44. Germs A. C. The gerber method: Its suitability for determining the fat content of egg products. *Zeitschrift für Lebensmittel-Untersuchung und -Forschung*. 1973;151:95–102. <https://doi.org/10.1007/BF01842918>
45. Kleyn D. H., Trout J. R., Weber M. Determination of Fat in Raw Milk: Comparison of Mojonier (Ether Extraction) and Gerber Method. *Journal of Association of Official Analytical Chemists*. 1988;71(3):851–853. <https://doi.org/10.1093/jaoac/71.4.851>
46. Kleyn D. H., Lynch J. M., Barbano D. M., Bloom M. J., Mitchell M. W. Determination of fat in raw and processed milks by the Gerber method: collaborative study. *Journal of AOAC International*. 2001;84(5):1499–1508. <https://doi.org/10.1093/jaoac/84.5.1499>
47. Stanley J. Refractometric determination of fat in chocolate. *Industrial & Engineering Chemistry Analytical Edition*. 1937;9(3):132–135. <https://doi.org/10.1021/ac50107a010>
48. Kaloyereas S. A., Cruess W. V. Improvements in the rapid refractometric method of determining the oil content of olives. *Journal of the American Oil Chemists' Society*. 1953;30(8):339–341. <https://doi.org/10.1007/BF02636949>
49. Nadj L. J., Weeden D. G. Refractometric estimation of total fat in chocolate-type products. *Analytical Chemistry*. 1966;38(1):125–126. <https://doi.org/10.1021/ac60233a034>
50. Golovin A. N., Kirichenko S. G. Modification of the refractometric method for determining the fat content in fish and fish products. *Proceedings of the All-Union Scientific Research Institute of Marine Fisheries and Oceanography (VNIRO)*. 1974; XCV:125–128. (In Russ.).
51. Metcalfe L. D., Schmitz A. A. The rapid preparation of fatty acid esters for gas chromatographic analysis. *Analytical Chemistry*. 1961;33(3):363–364. <https://doi.org/10.1021/ac60171a016>
52. Stoffel W., Chu F., Ahrens E. H. Analysis of long-chain fatty acid by gas-liquid chromatography. Micromethod for preparation of methyl esters. *Analytical Chemistry*. 1959;31(2):307–308. <https://doi.org/10.1021/ac60146a047>
53. Aued-Pimentel S., Kus M. M. M., Kumagai E. E., Ruvieri V., Zenebon O. Comparison of gas chromatographic and gravimetric methods for quantization of total fat and fatty acids in foodstuffs. *Química Nova*. 2010;33(1):76–84. <https://doi.org/10.1590/S0100-40422010000100015>
54. House S. D., Larson P. A., Johnson R. R., DeVries J. W., Martin D. L. Gaschromatographic determination of total fat extracted from food samples using hydrolysis in the presence of antioxidant. *Journal of AOAC International*. 1994;77(4):960–965.
55. Barthet V. J., Chornick T., Daun J. K. Comparison of methods to measure the oil contents in oilseeds. *Journal of Oleo Science*. 2002;51(9):589–597. <https://doi.org/10.5650/jos.51.589>
56. Ashraf-Khorassani M., Ude M., Doane-Weideman T., Tomczak J., Taylor L. T. Comparison of gravimetry and hydrolysis/derivatization/gas chromatography-mass spectrometry for quantitative analysis of fat from standard reference infant formula powder using supercritical fluid extraction. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 2002;50(7):1822–1826. <https://doi.org/10.1021/jf011389s>
57. Niftaliev S. I., Melnikova E. I., Selivanova A. A. Gas chromatographic determination of the fatty acid composition of milk fat substitutes and other specialized fats. *Sorption and chromatographic processes*. 2009;9(4):574–581. (In Russ.).
58. Afonkina S. R., Larionova T. K., Allayarova G. R., Zelenkovskaya E. E., Musabirov D. E., Fazlyeva A. S. et al. Definition of fatty acid composition for assessing the quality of dairy products. *Occupational medicine and human ecology*. 2020;4(24):100–105. (In Russ.). <https://doi.org/10.24412/2411-3794-2020-10414>

59. Jia W., Liu W., Mi S., Zhang C., Li X., Wu T. et al. Comparison of six methylation methods for fatty acid determination in yak bone using gas chromatography. *Food Analytical Methods*. 2017;10:3496–3507. <https://doi.org/10.1007/s12161-017-0881-7>
60. Ernst R., Bodenhausen J., Vocaun A. NMR in one and two dimensions. Translated from English. Moscow: Mir; 1990. 711 p.
61. Prudnikov S. M., Vityuk B. Ya., Zverev L. V. NMR method for determining moisture and oil content of agricultural materials. *Methods of conformity assessment*. 2009;9:18–19. (In Russ.).
62. Agafonov O. S., Prudnikov S. M. Determination of the Oil Content of Sunflower Seeds Using Natural Samples of Sunflower Oil: on the Example of the Calibration of a Pulsed NMR Analyzer. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(2):61–71. (In Russ.) <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-2-61-71>
63. Zverev L. V., Dzhioyev T. Ye., Prudnikov S. M., Panyushkin B. T. Assessment of oleic acid content in sunflower seeds by nuclear magnetic relaxation method. *News of higher educational institutions. Food technology*. 2000;2–3(255–256):85–86. (In Russ.).
64. Keeton J. T., Hafley B. S., Eddy S. M., Moser C. R., McManus B. J., Leffler T. P. Rapid determination of moisture and fat in meats by microwave and nuclear magnetic resonance analysis. *Journal of AOAC International*. 2003;86(6):1193–1202. <https://doi.org/10.1093/jaoac/86.6.1193>
65. Castell-Palou A., Rosselló C., Femenia A., Simal S. Simultaneous quantification of fat and water content in cheese by TD-NMR. *Food Bioprocess Technol*. 2013;6:2685–2694. <https://doi.org/10.1007/s11947-012-0912-8>
66. Nakashima Y. Non-destructive quantification of lipid and water in fresh tuna meat by a single-sided nuclear magnetic resonance scanner. *Journal of Aquatic Food Product Technology*. 2019;28(2):241–252. <https://doi.org/10.1080/10498850.2019.1569742>
67. Fan K., Zhang M. Recent developments in the food quality detected by non-invasive nuclear magnetic resonance technology. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*. 2019;59(14):2202–2213. <https://doi.org/10.1080/10408398.2018.1441124>
68. Agafonov O. S., Lisovaya Ye. V., Vereshchagina A. P., Rusnak G. V. Improvement of the method for determining the oil content and moisture content of sunflower seeds based on the NMR method. *Technologies of the food and processing industry of the agro-industrial complex – healthy food products*. 2015;4(8):60–63. (In Russ.).
69. Prudnikov S. M., Agafonov O. S., Zverev L. V. The influence of hardware factors on the results of measuring oil content, humidity and mass fraction of oleic acid in sunflower seeds by NMR. *Oilseeds. Scientific and technical bulletin of the All-Russian Scientific Research Institute of Oilseeds*. 2016;4(168):31–35. (In Russ.).
70. Smith A. Applied infrared spectroscopy. New York Toronto, 1979. 344 p. (Russ. ed.: Smit A. Prikladnaya IR-spektroskopiya. Moscow: Mir; 1982. 327 p.). (In Russ.).
71. Kryshchenko V. P. Near infrared spectroscopy. Moscow: KRON-PRESS; 1997. 638 p. (In Russ.).
72. Suddin Yu. I., Kostenko V. I. Determination of milk composition based on infrared spectrophotometry. *News of universities. Food technology*. 1992;3–4:64–66. (In Russ.).
73. Bell R. J. Introductory fourier transform spectroscopy. New York and London, 1972. 382 p. (Russ. ed.: Bell R. Vvedeniye v Fur'ye-spektroskopiya. Moscow: Mir; 1975. 382 p. (In Russ.).
74. Kittivachra R., Sanguandeeul R., Sakulbumrungsil R., Phongphanphanee P., Srisomboon J. Determination of essential nutrients in raw milk. *Songklanakarinn Journal of Science and Technology*. 2006;28:115–120.
75. Vytovtov A. A., Meshalkina M. N. The use of infrared Fourier spectroscopy to determine the authenticity and quality of dairy products. *Scientific and Technical Bulletin of St. Petersburg State Polytechnic University. Computer science, telecommunications and management*. 2011;138(6–1):226–232. (In Russ.).
76. Efimenko S. G., Efimenko S. K. Determination of oil and moisture content in mustard seeds using IR spectrometry. *Oilseeds*. 2019;4(180):36–44. <https://doi.org/10.25230/2412-608X-2019-4-180-36-44>
77. Efimenko S. G., Efimenko S. K. Determination of the content of oil, linolenic and erucic fatty acids in ginger seeds using IR spectrometry. *Oilseeds*. 2021;2(186):50–59. <https://doi.org/10.25230/2412-608X-2021-2-186-50-59>
78. Berezin K. V., Dvoretiskii K. N., Chernavina M. L., Novoselova A. V., Nechaev V. V., Likhter A. M. et al. The Use of IR Spectroscopy and Density Functional Theory for Estimating the Relative Concentration of Triglycerides of Oleic and Linoleic Acids in a Mixture of Olive and Sunflower Seed Oils. *Optika i spektroskopiya*. 2019;127(6):883–889. <https://doi.org/10.21883/OS.2019.12.48680.127-19>
79. Kochova L. V., Voronin M. V. Measuring methods in assessing consumer properties and detecting adulteration of drinking milk. *Modern high-tech technologies. Regional application*. 2014;38(2):103–107. (In Russ.).
80. Linch J. M., Barbano D. M., Schweisthal M., Fleming J. R. Precalibration evaluation procedures for mid-infrared milk analyzers. *Journal of Dairy Science*. 2006;89:2761–2774. [https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302\(06\)72353-0](https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302(06)72353-0)
81. Zaporozhets A. S., Petrov G. P. Metrological support of measuring instruments based on IR spectroscopy. *Methods of conformity assessment*. 2009;9:12–14. (In Russ.).
82. Bailes K. L., Meyer R. G., Piltz J. W. Prediction of the intramuscular fat and protein content of freeze-dried ground meat from cattle and sheep using near-infrared spectroscopy (NIRS). *International Journal of Food Science & Technology*. 2022;57(4):2249–2256. <https://doi.org/10.1111/ijfs.15571>
83. Buklagin D. S. Ultrasonic devices for quality control of milk and dairy products. *Vestnik VNIIMZH*. 2019;1(33):63–70. (In Russ.).
84. Melo W. O., Monteiro B. M., Chaves L. C. S., Santos E. R. D., Souza D. C., Amorim B. S. et al. Ultrasound spectroscopy as an alternative method to measure the physical-chemical constituents of buffalo milk. *Ciencia Rural*. 2018;48:26–31. <https://doi.org/10.1590/0103-8478cr20170447>

85. Awad T. S., Moharram H. A., Shaltout O. E., Asker D., Youssef M. M. Applications of ultrasound in analysis, processing and quality control of food: A review. *Food Research International*. 2012;48(2):410–427. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2012.05.004>
86. McClements D. J., Gunasekaran S. Ultrasonic characterization of foods and drinks: Principles, methods, and applications. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*. 1997;37(1):1–46. <https://doi.org/10.1080/10408399709527766>
87. Ghaedian R., Coupland J. N., Decker E. A., McClements D. J. Ultrasonic determination of fish composition. *Journal of Food Engineering*. 1998;35(3):323–337. [https://doi.org/10.1016/S0260-8774\(98\)00027-2](https://doi.org/10.1016/S0260-8774(98)00027-2)
88. Simal S., Benedito J., Clemente G., Femenia A., Rosselló C. Ultrasonic determination of the composition of a meat-based product. *Journal of Food Engineering*. 2003;58(3):253–257. [https://doi.org/10.1016/S0260-8774\(02\)00375-8](https://doi.org/10.1016/S0260-8774(02)00375-8)
89. Kala R., Samková E., Pecová L., Hanuš O., Sekmokas K., Riaukienė D. An overview of determination of milk fat: development, quality control measures, and application. *Acta Univ. Agric. Silv. Mendelianae Brun.* 2018;66:1055–1064. <https://doi.org/10.11118/actaun201866041055>
90. Walstra P. Turbidimetric method for milk fat determination. *J. Dairy Science*. 1967;50(11):1839–1840. [https://doi.org/10.3168/JDS.S0022-0302\(67\)87725-7](https://doi.org/10.3168/JDS.S0022-0302(67)87725-7)
91. Ashworth U. S. Turbidimetric methods for measuring fat content of homogenized milk. *Journal of Dairy Science*. 1969;52(2):262–263. [https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302\(69\)86542-2](https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302(69)86542-2)
92. Alyokhin A. D., Bulavin L. A., Kostenko V. I., Ostapchenko S. D., Suddin Yu. I. Turbidimetric methods for determining the composition of milk. *Izvestiya VUZov. Pishchevaya tekhnologiya*. 1993;3–4:85–87. (In Russ.).
93. Drochioiu G. Turbidimetric lipid assay in seed flours. *Journal of Food Lipids*. 2005;12:12–22. <https://doi.org/10.1111/j.1745-4522.2005.00002.x>
94. Kucheryavskiy S., Melenteva A., Bogomolov A. Determination of fat and total protein content in milk using conventional digital imaging. *Talanta*. 2014;121:144–152. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2013.12.055>
95. Technochemical control of fats and fat substitutes: A textbook edited by Professor O. B. Rudakov. Saint Petersburg: Publishing House Lan'; 2021. 576 p. (In Russ.).
96. Lepilkina O. V. Heads of laboratories. Gerber fat: measuring instruments. *Dairy industry*. 2020;4:34–35. (In Russ.).
97. Medvedevskikh M. Yu., Sergeeva A. S., Kasilyunas A. V., Shatskikh E. V., Kolberg N. A. Certified reference materials of dairy products composition for ir milk analyzers verification. *Food industry*. 2021;1:16–19. (In Russ.). <https://doi.org/10.24411/0235-2486-2021-10003>
98. Medvedevskikh S. V., Baranovskaya V. B., Medvedevskikh M. Yu., Krasheninina M. P., Sergeeva A. S. Reference measurement procedure for the determination of mass fraction of fat content in food. *Accreditation and Quality Assurance*. 2021;26:165–175. <https://doi.org/10.1007/s00769-021-01472-w>
99. Sergeeva A. S., Parfenova E. G., Golynets O. S. Development of primary reference measurement procedure and reference materials for mass fraction of crude fat (oil content) in oilseeds and other products on their base. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2020;16(3):37–51. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2020-16-3-37-51>
100. Sergeeva A. S., Vostrikova N. L., Medvedevskikh M. Yu. Development of food industry metrological assurance complex. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2021;17(1):21–33. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-1-21-33>
101. Medvedevskikh M. Y., Sergeeva A. S. Problems of ensuring metrological traceability of quality control measurement results for food products and food raw materials. *Measurement Techniques*. 2020;63(3):242–248. (In Russ.). <https://doi.org/10.32446/0132-4713.2020-3-64-70>

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

- ТР ТС 021/2011 О безопасности пищевой продукции: Технический регламент Таможенного Союза от 9 декабря 2011 г. № 880 (с изменениями на 25 ноября 2022 года) // Электронный фонд правовой и нормативно-технической информации. URL: <https://docs.cntd.ru/document/902320560> (дата обращения: 10.07.2023).
- ТР ТС 022/2011 Пищевая продукция в части ее маркировки: Технический регламент Таможенного союза от 9 декабря 2011 г. № 881 // Законы, кодексы и нормативно-правовые акты Российской Федерации. URL: <https://legalacts.ru/doc/reshenie-komissii-tamozhennogo-soiuza-ot-09122011-n-881-o/> (дата обращения: 10.07.2023).
- ТР ТС 024/2011 Технический регламент на масложировую продукцию: Технический регламент Таможенного союза от 9 декабря 2011 г. № 883 (с изменениями на 23 апреля 2015 года) // Электронный фонд правовой и нормативно-технической информации. URL: <https://docs.cntd.ru/document/902320571> (дата обращения: 10.07.2023).
- ТР ТС 027/2012 О безопасности отдельных видов специализированной пищевой продукции, в том числе диетического лечебного и диетического профилактического питания: Технический регламент Таможенного союза от 15 июня 2012 г. № 34 // Электронный фонд правовой и нормативно-технической информации. URL: <https://docs.cntd.ru/document/902352823> (дата обращения: 10.07.2023).
- ТР ТС 033/2013 О безопасности молока и молочной продукции: Технический регламент Таможенного союза от 9 октября 2012 г. № 67 (с изменениями на 23 сентября 2022 года) // Электронный фонд правовой и нормативно-технической информации. URL: <https://docs.cntd.ru/document/499050562>. (дата обращения: 10.07.2023).

ТР ТС 034/2013 О безопасности мяса и мясной продукции: Технический регламент Таможенного союза от 9 октября 2012 г. № 68) // Электронный фонд правовой и нормативно-технической информации. URL: <https://docs.cntd.ru/document/499050564>. (дата обращения: 10.07.2023).

ТР ЕАЭС 040/2016 О безопасности рыбы и рыбной продукции: Технический регламент Евразийского экономического союза от 18 октября 2016 г. № 162 // Электронный фонд правовой и нормативно-технической информации. URL: <https://docs.cntd.ru/document/420394425>. (дата обращения: 10.07.2023).

ТР ЕАЭС 051/2021 О безопасности мяса птицы и продукции его переработки: Технический регламент Евразийского экономического союза от 29 октября 2021 г. № 110 (с изменениями на 15 февраля 2023 года) // Электронный фонд правовой и нормативно-технической информации. URL: <https://docs.cntd.ru/document/726913772>. (дата обращения: 10.07.2023).

ГОСТ 5668–2022 Изделия хлебобулочные. Методы определения массовой доли жира = Bakery products. Methods for determination of fat content. М.: Российский институт стандартизации, 2022. 28 с.

ГОСТ 5867–2023 Молоко и молочные продукты. Методы определения жира = Milk and dairy products. Method of determination of fat. М.: Российский институт стандартизации, 2023. 24 с.

ГОСТ 7636–85 Рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные и продукты их переработки. Методы анализа = Fish, marine mammals, invertebrates and products of their processing. Methods of analysis. М.: Стандартинформ, 2010. 86 с.

ГОСТ 8756.21–89 Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения жира = Products of fruits and vegetables processing. Methods for determination of fat. М.: Стандартинформ, 2010. 6 с.

ГОСТ 10857–64 Семена масличные. Методы определения масличности = Oil seeds. Methods for determination of oil content. М.: Стандартинформ, 2010. 6 с.

ГОСТ 13496.15–2016 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения массовой доли сырого жира = Feeds, mixed feeds, feed raw material. Methods for determining the raw fat content. М.: Стандартинформ, 2016. 12 с.

ГОСТ 13979.2–94 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Метод определения массовой доли жира и экстрактивных веществ = Oilcakes, oilmeals and powdered mustard seed cake. Method for determination of oil and extractive substances mass fraction. М.: ИПК Издательство стандартов, 2002. 6 с.

ГОСТ 15113.9–77 Концентраты пищевые. Методы определения жира = Food concentrates. Methods for determination of fat. М.: Издательство стандартов, 1984. 9 с.

ГОСТ 18481–81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия = Glass hydrometers and cylinders. General specifications. М.: Стандартинформ, 2007. 23 с.

ГОСТ 22524–77 Пикнометры стеклянные. Технические условия = Glass density bottles. Specifications. М.: Издательство стандартов, 1985. 22 с.

ГОСТ 22760–77 Молочные продукты. Гравиметрический метод определения жира = Milk products. Gravimetric method for determination of fat content. М.: Стандартинформ, 2009. 6 с.

ГОСТ 23042–2015 Мясо и мясные продукты. Методы определения жира = Meat and meat products. Methods of fat determination. М.: Стандартинформ, 2016. 13 с.

ГОСТ 23094–78 Жиромеры стеклянные. Общие технические условия = Glass butyrometers. General specifications. М.: Издательство стандартов, 1991. 14 с.

ГОСТ 26183–84 Продукты переработки плодов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Метод определения жира = Fruit and vegetable processed products, canned meat and meat-vegetable mixtures. Method for determination of fat. М.: Издательство стандартов, 1984. 7 с.

ГОСТ 26829–86 Консервы и пресервы из рыбы. Методы определения жира = Canned and preserved fish. Methods of fat determination. М.: ИПК Издательство стандартов, 2001. 11 с.

ГОСТ 27670–88 Мука кукурузная. Метод определения жира = Corn flour. Method for determination of fat. М.: Стандартинформ, 2007. 4 с.

ГОСТ 29033–91 Зерно и продукты его переработки. Метод определения жира = Grain and derived products. Determination of fat content. М.: ИПК Издательство стандартов, 2004. 6 с.

ГОСТ 29169–91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой = Laboratory glassware. One-mark pipettes. М.: Стандартинформ, 2008. 9 с.

- ГОСТ 29247–91 Консервы молочные. Методы определения жира = Canned milk. Methods for determination of fat. М.: Стандартинформ, 2009. 6 с.
- ГОСТ 30131–96 Жмыхи и шроты. Определение влаги, жира и протеина методом спектроскопии в ближней инфракрасной области = Oil-cake and ground oil-cake. Determination of moisture, oil and protein by infrared reflectance. М.: ИПК Издательство стандартов, 1997. 20 с.
- ГОСТ 30648.1–99 Продукты молочные для детского питания. Методы определения жира = Infant milk products. Methods for determination of fat. М.: ИПК Издательство стандартов, 1999. 11 с.
- ГОСТ 31469–2012 Пищевые продукты переработки яиц сельскохозяйственной птицы. Методы физико-химического анализа = Foodstuffs of processed domestic poultry eggs. Methods for physicochemical analysis. М.: Стандартинформ, 2014. 45 с.
- ГОСТ 31795–2012 Рыба, морепродукты и продукция из них. Метод определения массовой доли белка, жира, воды, фосфора, кальция и золы спектроскопией в ближней инфракрасной области = Fish, marine products and products of them. Method of determining the fraction of total mass of protein, fat, water, phosphorus, calcium and ash by the near-infra-red spectrometry. М.: Стандартинформ, 2014. 12 с.
- ГОСТ 31902–2012 Изделия кондитерские. Методы определения массовой доли жира = Confectionery. Methods of determination of fat weight fraction. М.: Стандартинформ, 2014. 20 с.
- ГОСТ 32040–2012 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Метод определения содержания сырого протеина, сырой клетчатки, сырого жира и влаги с применением спектроскопии в ближней инфракрасной области = Fodder, mixed and animal feed raw stuff. Spectroscopy in near infra-red region method for determination of crude protein, crude fibre, crude fat and moisture. М.: Стандартинформ, 2012. 12 с.
- ГОСТ 32189–2013 Маргарины, жиры для кулинарии, кондитерской, хлебопекарной и молочной промышленности. Правила приемки и методы контроля = Margarines, cooking fats, fats for confectionery, baking and dairy industry. Sampling rules and methods of control. М.: Стандартинформ, 2014. 40 с.
- ГОСТ 32255–2013 Молоко и молочные продукты. Инструментальный экспресс-метод определения физико-химических показателей идентификации с применением инфракрасного анализатора = Milk and milk products. Instrumental express-method for determination of physic-chemical identification parameters by infrared analyzer. М.: Стандартинформ, 2014. 29 с.
- ГОСТ 32749–2014 Семена масличные, жмыхи и шроты. Определение влаги, жира, протеина и клетчатки методом спектроскопии в ближней инфракрасной области = Oilseeds, oilcakes and oilmeals. Determination of moisture, oil, protein and fiber by Near-Infrared Reflectance. М.: Стандартинформ, 2015. 8 с.
- ГОСТ 32905–2014 (ISO 6492:1999) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Метод определения содержания сырого жира = Feeds, mixed feeds and raw material. Method for determination of fat content. М.: Стандартинформ, 2015. 17 с.
- ГОСТ 33925–2016 Продукты детского питания. Определение массовой доли жира методом Вейбулла-Бернтропа = Infant foods. Determination of fat content by the Weibull-Berntrop method. М.: Стандартинформ, 2016. 12 с.
- ГОСТ 33926–2016 Продукты молочные составные и молокосодержащие. Мороженое и смеси для мороженого. Определение массовой доли жира методом Вейбулла-Бернтропа = Milk products and milk-based foods. Edible ices and ice-mixes. Determination of fat content by the Weibull-Berntrop method. М.: Стандартинформ, 2016. 12 с.
- ГОСТ 34455–2018 Продукция молочная. Определение массовой доли жира методом Вейбулла-Бернтропа = Dairy products. Determination of fat content by the Weibull-Berntrop method. М.: Стандартинформ, 2018. 12 с.
- ГОСТ 34567–2019 Мясо и мясные продукты. Метод определения влаги, жира, белка, хлористого натрия и золы с применением спектроскопии в ближней инфракрасной области = Meat and meat products. Method for determination of moisture, fat, protein, sodium chloride and ash using near infrared spectroscopy. М.: Стандартинформ, 2019. 12 с.
- ГОСТ 8.482–83 Государственная система обеспечения единства измерений. Жироскопы стеклянные. Методы и средства проверки = State system for ensuring the uniformity of measurements. Glass butyrometers. Methods and means of verification. М.: Издательство стандартов, 1983. 12 с.
- ГОСТ 8.597-2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Семена масличных культур и продукты их переработки. Методика измерений масличности и влажности методом импульсного ядерного магнитного резонанса = State system for ensuring the uniformity of measurements. Oilseeds and oilseeds residues. Determination of oiliness and moisture content using pulsed nuclear magnetic resonance spectrometry. М.: Стандартинформ, 2011. 11 с.
- ГОСТ Р 51452–99 Консервы молочные сгущенные. Гравиметрический метод определения массовой доли жира = Evaporated and sweetened condensed milk. Gravimetric method for determination of fat content. М.: Стандартинформ, 2009. 10 с.

ГОСТ Р 51457–99 Сыр и сыр плавленый. Гравиметрический метод определения массовой доли жира = Cheese and processed cheese products. Gravimetric method for determination of fat content. М.: Стандартинформ, 2011. 10 с.

ГОСТ Р 54607.5–2015 Услуги общественного питания. Методы лабораторного контроля продукции общественного питания. Часть 5. Методы определения жира = Public catering services. Methods of laboratory quality control of products of public catering. Part 5. Methods for determination of fat. М.: Стандартинформ, 2016. 15 с.

ГОСТ Р 54607.8–2016 Услуги общественного питания. Методы лабораторного контроля продукции общественного питания. Часть 8. Ускоренные методы контроля = Public catering services. Methods of laboratory quality control of products catering. Part 8. Rapid-methods of control. М.: Стандартинформ, 2016. 16 с.

ГОСТ Р 55063–2012 Сыры и сыры плавленые. Правила приемки, отбор проб и методы контроля = Kinds of cheese and processed cheese. The rules of test acceptance, sampling and control methods. М.: Стандартинформ, 2013. 32 с.

ГОСТ Р 55361–2012 Жир молочный, масло и паста масляная из коровьего молока. Правила приемки, отбор проб и методы контроля = Milk fat, butter and butter paste made from cow milk. Acceptance rules, sampling and control methods. М.: Стандартинформ, 2014. 89 с.

ГОСТ Р 57543–2017 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Метод определения содержания сырого протеина, сырой клетчатки, сырого жира и влаги с применением спектроскопии в ближней инфракрасной области в режиме измерения спектров пропускания = Feedstuffs, compound feeds, feed raw materials. Method for determination of crude protein, crude fiber, crude fat and moisture using spectroscopy in the near-infrared region measurement mode transmission spectra. М.: Стандартинформ, 2017. 12 с.

ГОСТ Р ИСО 2446–2011 Молоко. Метод определения содержания жира = Milk. Method for determination of fat content. М.: Стандартинформ, 2012. 17 с.

ГОСТ ISO 659–2017 Семена масличных культур. Определение содержания масла (Контрольный метод) = Oilseeds. Determination of oil content (Reference method). М.: Стандартинформ, 2019. 16 с.

ГОСТ ISO 734-1-2016 Жмыхи и шроты. Определение содержания сырого жира. Часть 1. Метод экстракции гексаном (или легким петролевым эфиром) = Oilseed residues. Determination of oil content. Part 1. Extraction method with hexane (or light petroleum). М.: Стандартинформ, 2016. 12 с.

ГОСТ ISO 734-2-2016 Жмыхи и шроты. Определение содержания сырого жира. Часть 2. Метод ускоренной экстракции = Oilseed residues. Determination of oil content. Part 1. Extraction method with hexane (or light petroleum). М.: Стандартинформ, 2016. 11 с.

ГОСТ ISO 1736–2014 Молоко сухое и сухие молочные продукты. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (контрольный метод) = Dried milk and dried milk products. Determination of fat content. Gravimetric method (reference method). М.: Стандартинформ, 2016. 15 с.

ГОСТ ISO 11085–2016 Корма, зерно и продукты его переработки. Определение содержания сырого и общего жира методом экстракции Рэндалла = Feeds, cereals and cereals-based products. Determination of crude fat and total fat content by the Randall extraction method. М.: Стандартинформ, 2016. 16 с.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Сергеева Анна Сергеевна – канд. хим. наук, старший научный сотрудник лаборатории метрологии влагометрии и стандартных образцов УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
620075, Россия, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, д. 4
e-mail: sergeevaas@uniim.ru
Researcher ID: AAE-7942–2021
<https://orcid.org/0000-0001-8347-2633>

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Anna S. Sergeeva – Cand. Sci. (Chem.), senior researcher, laboratory for metrological support of moisture measurement and reference materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology
4 Krasnoarmeyskaya str., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: sergeevaas@uniim.ru
Researcher ID: AAE-7942–2021
<https://orcid.org/0000-0001-8347-2633>

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Научная статья

УДК 53.081.7:621.317.7.089.68

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-1-85-92>



К вопросу о построении калибровочной кривой с помощью спектрометра эмиссионного тлеющего разряда для измерений содержания водорода в сплавах циркония

А. А. Спиридонова^{1,2}  , В. Н. Кудияров¹ , Р. С. Лаптев¹ 

¹ ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», г. Томск, Россия

 spiridonova@tcsms.tomsk.ru

² Государственный региональный центр стандартизации, метрологии и испытаний в Томской области, г. Томск, Россия

Аннотация: Одно из магистральных направлений современной деятельности исследователей-метрологов – обеспечение реального сектора экономики Российской Федерации стандартными образцами, аналоги которых в стране отсутствуют. В данной работе рассматриваются вопросы исследования высокоэффективных материалов для оболочек тепловыделяющих элементов (ТВЭЛОВ) в активных зонах тепловых реакторов, сфера применения которых достаточно широка. Цель исследования состояла в разработке образцов состава сплава циркония для установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики спектрометров при определении массовой доли водорода при условии соответствия метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений. Проанализированы основные методы определения содержания водорода в материалах. Установлено, что наиболее широкое применение нашел метод оптической эмиссионной спектроскопии в тлеющем разряде. Также установлено, что в качестве основного материала в большинстве случаев выбирают циркониевые сплавы.

Отмечена необходимость создания образцов для построения калибровочной кривой спектрометров для измерений содержания водорода в циркониевом сплаве. Разработаны образцы из циркониевого сплава Zr-1Nb (марка Э110) для построения калибровочной характеристики с помощью спектрометра эмиссионного тлеющего разряда для измерений с массовой долей водорода от 0,034 до 0,498%. На примере спектрометра эмиссионного тлеющего разряда типа GD Profiler2 проведена калибровка по разработанным образцам с получением калибровочной кривой. Относительная погрешность полученного при калибровке значения массовой доли водорода не превысила $\pm 10\%$. Практическая значимость исследования заключается в обосновании разработки образцов, которые могут быть применены для проведения калибровки спектрометров, основанных на методе оптической эмиссионной спектроскопии с тлеющим разрядом.

Ключевые слова: циркониевый сплав, водород, стандартный образец, калибровочная (градуировочная) характеристика, спектрометр эмиссионный тлеющего разряда

Ссылка при цитировании: Спиридонова А. А., Кудияров В. Н., Лаптев Р. С. К вопросу о построении калибровочной кривой с помощью спектрометра эмиссионного тлеющего разряда для измерений содержания водорода в сплавах циркония // Эталоны. Стандартные образцы. 2024. Т. 20, № 1. С. 85–92. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-1-85-92>.

Статья поступила в редакцию 15.09.2023; одобрена после рецензирования 23.01.2024; принята к публикации 25.03.2024.

MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

Research Article

On the Construction of a Calibration Curve Using a Glow Discharge Emission Spectrometer for Measuring the Hydrogen Content in Zirconium Alloys

Alena A. Spiridonova^{1,2}  , Viktor N. Kudiiarov¹ , Roman S. Laptev¹ 

¹ National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russia

 spiridonova@tcsms.tomsk.ru

² State Regional Center for Standardization, Metrology and Testing in the Tomsk Region, Tomsk, Russia

Abstract: One of the main directions of modern activity of metrology researchers is to provide the real sector of the economy of the Russian Federation with reference materials that have no analogues in the country. The article discusses the research of highly efficient materials for fuel cladding (fuel elements) in the active zones of thermal reactors, the scope of which is wide. The purpose of the study is the development of samples of the composition of the zirconium alloy to establish and control the stability of the calibration curves of spectrometers when determining the mass fraction of hydrogen, provided that the metrological and technical characteristics of the reference material meet the requirements of the measurement procedure. The main methods for determining the hydrogen content in materials are analyzed. It has been established that the method of glow discharge optical emission spectroscopy has found the widest application. It has also been established that zirconium alloys are chosen as the main material in most cases.

The need to create samples for constructing a calibration curve for spectrometers for measuring the hydrogen content in a zirconium alloy is noted. Samples of zirconium alloy Zr-1Nb (grade Э110) have been developed to construct a calibration curve using a glow discharge emission spectrometer for measurements with a mass fraction of hydrogen from 0.034 to 0.498%. Calibration is carried out using the developed samples to obtain a calibration curve using the example of an emission glow discharge spectrometer of the GD Profiler2 type. The relative error of the hydrogen mass fraction obtained during calibration does not exceed $\pm 10\%$.

The practical significance of the study lies in the development of samples that can be used to calibrate spectrometers based on the method of glow discharge optical emission spectroscopy.

Keywords: zirconium alloy, hydrogen, reference material, calibration curve, glow discharge emission spectrometer

For citation: Spiridonova A. A., Kudiiarov V. N., Laptev R. S. On the construction of a calibration curve using a glow discharge emission spectrometer for measuring the hydrogen content in zirconium alloys. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2024;20(1):85–92. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-1-85-92>.

The article was submitted 15.09.2023; approved after reviewing 23.01.2024; accepted for publication 25.03.2024.

Введение

Цирконий (Zr) обладает рядом преимуществ: имеет низкое сечение поглощения тепловых нейтронов; сохраняет механические свойства при высоких температурах. Благодаря вышперечисленным характеристикам, а также высокой коррозионной стойкости циркониевые сплавы широко используются в качестве

основного материала для конструктивных элементов современных тепловых реакторов, в том числе – для оболочек твэлов в их активных зонах [1]. В процессе эксплуатации материал оболочки твэла постепенно разрушается под воздействием различных экологических факторов. Например – поглощения водорода из окружающей легкой/тяжелой воды, выступающей

в качестве замедлителя, или радиационного повреждения, вызванного постоянной бомбардировкой высокоэнергетическими частицами, высвобождающимися в процессе деления [2, 3]. Технические характеристики металлов и сплавов в высшей степени зависимы от концентрации газообразующих примесей, например, водорода. Проникновение и накопление водорода способно привести к значительным изменениям механических свойств материалов и даже – к их разрушению. Присутствие водорода может отрицательно сказаться на долговечности циркония. Механизмы разрушения включают образование хрупких гидридов [4], замедленное гидридное растрескивание [5] и локальную пластичность, усиленную водородом [6]. Гидриды образуются из-за низкого предела растворимости водорода в цирконии, что способствует его образованию даже при относительно низких концентрациях водорода [7].

Растворение водорода в металле характеризуется его неравномерным распределением от поверхности в глубину [8]. Это неравномерное распределение водорода объясняет различную степень повреждения материала от поверхности до глубины. При этом многие лаборатории мира разрабатывают и изучают новые защитные покрытия от проникновения водорода. В связи с этим очень важно проводить элементный анализ структуры материала и поверхностных слоев.

Исследования по характеристике высокоэффективных материалов ставят новые аналитические задачи, требующие новых эффективных методов. Среди них все большее значение в настоящее время приобретают тлеющие разряды (GD) в сочетании с оптико-эмиссионной спектроскопией (OES) [9, 10]. В частности, GDOES является довольно хорошо зарекомендовавшим себя методом, обеспечивающим высокое разрешение по глубине, многоэлементный анализ, высокую пропускную способность и низкие пределы обнаружения с минимальными матричными эффектами [11]. Основными преимуществами

GDOES в этих исследованиях являются возможность определения водорода и высокая скорость анализа.

К сожалению, GDOES имеет ряд недостатков, таких как серьезные требования к геометрической форме, размеру и электропроводимости образцов. Проведенный авторами анализ сведений, представленных в ФИФ ОЕИ¹ по состоянию на май 2023 г., свидетельствует об отсутствии достаточного количества СО с аттестованными значениями массовой доли водорода в циркониевых сплавах с установленной прослеживаемостью к ГПЭ, так необходимых для метрологического обеспечения исследований высокоэффективных материалов для оболочек твэлов в активных зонах тепловых реакторов.

Целью настоящего исследования являлась разработка нового образца состава массовой доли водорода в циркониевом сплаве для установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики GD-спектрометра.

В задачи исследования входило следующее: обоснование выбора вещества-кандидата на роль образца сравнения, подготовка образца сравнения, гидрирование, определение массовой доли водорода в образцах сравнения, установление и контроль стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики спектрометра эмиссионного тлеющего разряда типа GD Profiler2 с использованием полученных образцов, анализ полученных результатов.

Материалы и методы

Реактивы, растворы и материалы

В качестве материала-кандидата СО использовался сплав циркония Zr1Nb марки Э110. В табл. 1 указан элементный состав данного сплава, заявленный производителем.

¹ ФИФ ОЕИ – Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/register>

Таблица 1. Элементный состав сплава Zr1Nb (марка Э110 [13])

Table 1. The elemental composition of the Zr1Nb alloy (grade Э110 [13])

Элемент	Массовая доля, %						
Zr	≈98,68	Si	0,02	Ni	0,007	Ti	0,005
Nb	0,9–1,1	Cr	0,02	N	0,006	K	0,004
O	0,1 (max)	C	0,02	Cu	0,005	Cl	0,002
Fe	0,05	Ca	0,01	Mo	0,005	Mn	0,002
Hf	0,05	Al	0,008	Pb	0,005	Li	0,0008

При выполнении измерений использовали следующие расходные материалы: водород газообразный особой чистоты марки 5.0 и аргон газообразный особой чистоты марки 5.0. Фактическое значение объемной доли водорода в баллоне составляет 99,999 %, также присутствуют примеси кислорода и азота, не превышающие по содержанию 0,001 %. Фактическое значение объемной доли аргона в баллоне составляет 99,999 %, остальные объемы занимают примеси кислорода, азота, водорода, метан и углекислый газ.

Оборудование

Гидрирование проводили на автоматизированном комплексе Gas Reaction Controller [12] по методу Сивертса. Аппарат типа Сивертса представляет собой газовую систему, по которой распределяется водород в соответствии с выбранной методикой измерений. Газовая система включает в себя эталонный резервуар для накопления водорода и реакционную камеру, внутри которой производится взаимодействие водорода с материалом при заданных условиях [13, 14].

В качестве спектрометра для построения калибровочной (градуировочной) характеристики использовался спектрометр эмиссионного тлеющего разряда типа GD Profiler2 производства Horiba Jobin Yvon S. A.S (Франция). Принцип действия спектрометра основан на измерении интенсивности линий в спектре эмиссионного излучения ионизированных атомов анализируемых элементов, возбуждаемого в низкотемпературной аргоновой плазме. Содержание элементов в образце определяется по градуировочным зависимостям между интенсивностью эмиссионного излучения и содержанием элемента в образце. Длина волны эмиссионной линии водорода составляет 121,574 нм.

Пробоподготовка исходного материала CO

Квадратные образцы размером 20×20×1 мм были отполированы до средней шероховатости $R_a = 0,045$ мкм в связи с тем, что состояние поверхности сильно влияет на проникновение водорода в материал. Затем образцы были отожжены при температуре $T_a = 580$ °С в течение $t_a = 180$ минут для снятия внутренних напряжений и структурных дефектов.

Методы и процедура исследований

Гидрирование проводили из атмосферы водорода при температуре $T_h = 600$ °С и давлении $P_h = 0,66$ атм на автоматизированном комплексе Gas Reaction Controller [12] по методу Сивертса. При гидрировании каждой серии в камеру было помещено одновременно три

образца. Гидрирование проводили для получения 7 различных массовых долей водорода в CO. Средняя скорость сорбции составила $5,02 \cdot 10^{-8}$ м³/(см²·с). Различные массовые доли водорода были достигнуты путем изменения времени гидрирования. На рис. 1 представлена зависимость массовой доли водорода от времени гидрирования.

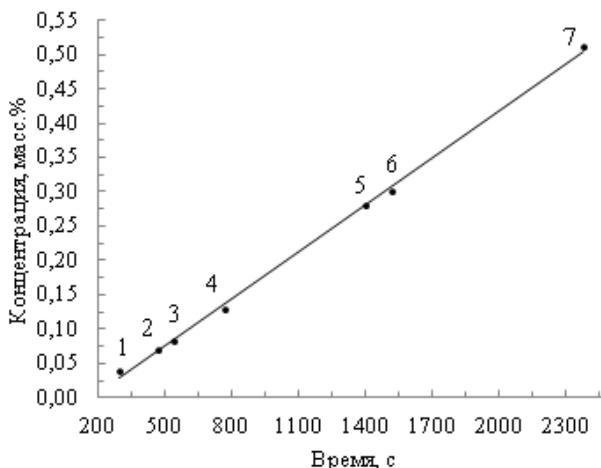


Рис. 1. Зависимость массовой доли водорода от времени гидрирования

Fig. 1. Dependence of the mass fraction of hydrogen on the hydrogenation time

После насыщения для достижения равномерного распределения водорода по объему образцы выдерживали в атмосфере инертного газа (аргон²) при температуре $T_i = 650$ °С и давлении $P_i = 0,66$ атм в течение $t_i = 5$ часов, после чего температура снижалась со скоростью 2 °С/мин в течение 3 часов. Массовую долю водорода определяли волюметрическим методом и по изменению массы образца. При волюметрическом методе изменение массовой доли водорода в образце рассчитывается по изменению давления и температуры во время гидрирования на основе уравнения состояния. Расчеты производятся автоматически с помощью ПО автоматизированного комплекса Gas Reaction Controller.

Результаты определения массовой доли водорода и их среднеквадратичные отклонения приведены в табл. 2. Значения массовых долей водорода, полученные разными методами, различаются друг от друга

² Циркониевый сплав Э110 не сорбирует аргон, потому что (1) аргон – инертный химически не активный газ; (2) размеры атома аргона больше, чем междоузлия, в которых растворяются примесные атомы (кислород, азот, водород). Кроме того, в результате отжига в аргоне не происходит увеличение массы образца и не наблюдается аргон внутри образца при изучении элементного состава.

Таблица 2. Результаты определения концентрации водорода
Table 2. The results of the determination of hydrogen concentration

Образец	1	2	3	4	5	6	7
Массовая доля водорода, определенная по изменению массы, %	0,034 ± 0,002	0,069 ± 0,001	0,082 ± 0,001	0,129 ± 0,001	0,282 ± 0,001	0,302 ± 0,001	0,515 ± 0,001
Массовая доля водорода, определенная волюметрическим методом, %	0,035 ± 0,010	0,069 ± 0,010	0,082 ± 0,010	0,129 ± 0,010	0,280 ± 0,010	0,300 ± 0,010	0,510 ± 0,010

не более чем на 1 %, тем самым обеспечивая хорошую сходимость между собой. Для построения калибровочной (градуировочной) зависимости средств измерений использовались образцы с концентрацией водорода, полученные по изменению массы образца.

Установление метрологических характеристик материала кандидата СО

После проведения измерений массовой доли водорода по полученным образцам была построена калибровочная (градуировочная) зависимость массовой доли водорода от интенсивности эмиссионного излучения (рис. 2).

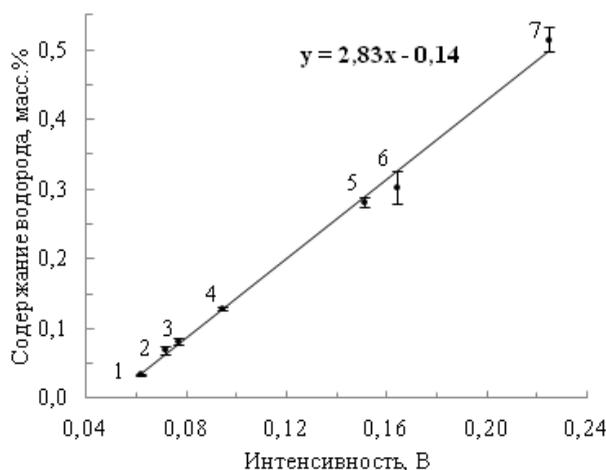


Рис. 2. Градуировочная зависимость H_2 (121,574)

Fig. 2. The calibration dependence of H_2 (121,574)

Полученные значения массовой доли водорода находятся в диапазоне от 0,034 до 0,498 %. Эти значения практически совпадают с заявленными (табл. 2). Последовательность образцов от наименьшей концентрации водорода (образец 1) к наибольшей (образец 7) соблюдается.

Данная градуировочная зависимость описывается уравнением 1:

$$y = 2,83x - 0,14. \quad (1)$$

Остаточная дисперсия аппроксимирующей линейной зависимости оценивалась по формуле 2:

$$\sigma = \sum_{i=1}^n (y_i - (ax_i + b))^2 = 0,0009. \quad (2)$$

В табл. 3 представлены результаты определения концентрации водорода по градуировочной зависимости.

Как видно из табл. 3, относительная погрешность полученного при калибровочной (градуировочной) характеристике значения массовой доли водорода не превышает 10 %.

Результаты и обсуждение

При разработке высокоэффективных материалов для оболочек твэлов в активных зонах ядерных реакторов в качестве материала широко применяются сплавы циркония. Одной из причин разрушения оболочек является охрупчивание, вызванное высоким содержанием водорода в активной зоне. Для контроля влияния водорода на материал широко применяется метод

Таблица 3. Результаты определения массовой доли водорода
Table 3. The results of the determination of the mass fraction of hydrogen

Образец	1	2	3	4	5	6	7
Интенсивность эмиссионного излучения, В	0,061	0,072	0,077	0,094	0,151	0,164	0,225
Массовая доля водорода, %	0,034	0,063	0,077	0,127	0,288	0,325	0,498
Относительная погрешность, %	0,88	-8,93	-5,65	-1,81	2,37	7,65	-3,27

оптической эмиссионной спектроскопии в тлеющем разряде. Установки, реализующие данный метод, требуют построения калибровочной (градуировочной) характеристики по образцам сравнения. В данной работе для контроля точности определения массовой доли водорода были разработаны образцы сравнения из циркониевого сплава Zr-1Nb марки З110, были построены калибровочные (градуировочные) характеристики по водороду на примере спектрометра эмиссионного тлеющего разряда типа GD Profiler2.

В результате были подготовлены серии образцов размером $20 \times 20 \times 1$ мм с массовой долей водорода от 0,034 до 0,498 %. Гидрирование проводили в атмосфере водорода при температуре $T_h = 600$ °С и давлении $P_h = 0,66$ атм. на автоматизированном комплексе Automated Complex Gas Reaction Controller по методу Сиверта.

Затем была построена калибровочная (градуировочная) зависимость спектрометра. Остаточная дисперсия аппроксимирующей линейной зависимости составила 0,0009. Установлено, что полученные значения массовой доли водорода по градуировочной зависимости отличаются от исходных не более чем на 10 %.

Заключение

Теоретическая значимость полученных результатов заключается в разработке новых образцов массовой доли водорода в циркониевых сплавах, позволяющих повысить точность проводимых исследований при разработке высокоэффективных материалов для оболочек ТВЭЛов в активных зонах тепловых реакторов.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Puls M. P. The effect of hydrogen and hydrides on the integrity of zirconium alloy components: delayed hydride cracking. London: Springer, 2012. 452 p. <https://doi.org/10.1007/978-1-4471-4195-2>
2. Positron annihilation spectroscopy study of defects in hydrogen loaded Zr-1Nb alloy / J. Bordulev [et al.] // Journal of Alloys and Compounds. 2019. Vol. 798. P. 685–694. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.05.186>
3. Microstructure and hydride embrittlement of zirconium model alloys containing niobium and tin / S. J. Oh [et al.] // Materials Science and Engineering. 2011. Vol. 528. Iss. 10. P. 3771–3776. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.01.093>
4. On the role of hydrogen filled vacancies on the embrittlement of zirconium: An ab initio investigation / P. A. T. Olsson [et al.] // Journal of Nuclear Materials. 2015. Vol. 467. Part 1. P. 311–319. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2015.09.056>
5. Northwood D. O., Kosasih U. Hydrides and delayed hydrogen cracking in zirconium and its alloys // International Metals Reviews. 1983. Vol. 28. Iss. 1. P. 92–121. <https://doi.org/10.1179/imtr.1983.28.1.92>
6. Hydrogen interactions with defects in crystalline solids / S. M. Myers [et al.] // Reviews of Modern Physics. 1992. Vol. 64. Iss. 2. P. 559–617. <https://doi.org/10.1103/RevModPhys.64.559>
7. Hydrogen and vacancy clustering in zirconium / C. Varvenne [et al.] // Acta Materialia. 2015. Vol. 102. P. 56–69. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.09.019>
8. Investigation of hydrogen distribution from the surface to the depth in technically pure titanium alloy with the help of glow discharge optical emission spectroscopy / A. M. Lider [et al.] // Applied Mechanics and Materials. 2013. Vol. 302. P. 92–96. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.302.92>
9. Quantitative depth profile analysis of metallic coatings by pulsed radiofrequency glow discharge optical emission spectrometry / P. Sánchez [et al.] // Analytica chimica acta. 2011. Vol. 684. Iss. 1. P. 47–53. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2010.10.039>

Отмечая практическую значимость, можно говорить о расширении возможностей установления и контроля точности и стабильности градуировочной характеристики GD-спектрометров. Разработанные образцы могут применяться для установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики спектрометров, работающих по методу оптической эмиссионной спектроскопии в тлеющем разряде.

Таким образом, в результате проведенных исследований показано, что относительная погрешность градуировочной характеристики спектрометра эмиссионного тлеющего разряда для измерений массовой доли водорода в сплавах циркония не превышает ± 10 %. Полученные результаты после проведения испытаний в целях утверждения типа СО разработанные образцы массовой доли водорода в циркониевых сплавах могут быть внесены в ФИФ ОЕИ и применяться в сфере обеспечения единства измерений.

Благодарности: Работа выполнена при финансовой поддержке Государственного задания «Наука» в рамках научного проекта № FSWW-2023–0005.

Acknowledgments: The work was supported by the State Assignment «Science» within the framework of the scientific project No. FSWW-2023–0005.

Конфликт интересов: Автор заявляет об отсутствии конфликта интересов.

Conflict of interests: The author declares no conflict of interest.

10. Glow discharge optical emission spectroscopy: A practical guide / R. Payling [et al.]. Cambridge (UK): RSC Analytical Spectroscopy Monographs, 2003. <https://doi.org/10.1039/9781847550989>
11. Marcus R. K., Broekaert J. A. C. Glow discharge plasmas in analytical spectroscopy // *TrAC Trends in Analytical Chemistry*. 2003. Vol. 22, Iss. 3. P. 186 [https://doi.org/10.1016/S0165-9936\(03\)00307-8](https://doi.org/10.1016/S0165-9936(03)00307-8)
12. Kudiiarov V. N., Lider A. M., Harchenko S. Y. Hydrogen accumulation in technically pure titanium alloy at saturation from gas atmosphere // *Advanced Materials Research*. 2014. Vol. 880. P. 68–73. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.880.68>
13. Andreasen A. Design and building of a new experimental setup for testing hydrogen storage materials // *Risø-Report*. 2005. P. 52. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.32450.99527>
14. Checchetto R., Trettel G., Miotello A. Sievert-type apparatus for the study of hydrogen storage in solids // *Measurement Science and Technology*. 2003. Vol. 15, Iss. 1. P. 127–130. DOI:10.1088/0957-0233/15/1/017

REFERENCE

1. Puls M. P. The effect of hydrogen and hydrides on the integrity of zirconium alloy components: delayed hydride cracking. London: Springer; 2012. 452 p. https://doi.org/10.1007/978-1-4471-4195-2_6
2. Bordulev J., Kudiiarov V., Svyatkin L., Syrtanov M., Stepanova E., Čížek J. et al. Positron annihilation spectroscopy study of defects in hydrogen loaded Zr-1Nb alloy. *Journal of Alloys and Compounds*. 2019;798:685–694. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.05.186>
3. Oh S. J., Jang C., Kim J. H., Jeong Y. H. Microstructure and hydride embrittlement of zirconium model alloys containing niobium and tin. *Materials Science and Engineering*. 2011;528(10):3771–3776. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.01.093>
4. Olsson P. A. T., Kese K., Holston A. M. A. On the role of hydrogen filled vacancies on the embrittlement of zirconium: An ab initio investigation. *Journal of Nuclear Materials*. 2015;467:311–319. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2015.09.056>
5. Northwood D. O., Kosasih U. Hydrides and delayed hydrogen cracking in zirconium and its alloys. *International Metals Reviews*. 1983;28(1):92–121. <https://doi.org/10.1179/imtr.1983.28.1.92>
6. Myers S. M., Baskes M. I., Birnbaum H. K., Corbett J. W., Deleo G. G., Streicher S. K. et al. Hydrogen interactions with defects in crystalline solids. *Reviews of Modern Physics*. 1992;64(2):559–617. <https://doi.org/10.1103/RevModPhys.64.559>
7. Varvenne C., Mackain O., Proville L., Clouet E. Hydrogen and vacancy clustering in zirconium. *Acta Materialia*. 2015;102:56–69. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.09.019>
8. Lider A. M., Pushilina N. S., Kudiiarov V. N., Kroening M. Investigation of hydrogen distribution from the surface to the depth in technically pure titanium alloy with the help of glow discharge optical emission spectroscopy. *Applied Mechanics and Materials*. 2013;302:92–96. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.302.92>
9. Sánchez P., Fernández B., Menéndez A., Orejas J., Pereiro R., Sanz-Medel A. Quantitative depth profile analysis of metallic coatings by pulsed radiofrequency glow discharge optical emission spectrometry. *Analytica chimica acta*. 2011;684(1):47–53. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2010.10.039>
10. Payling R., Nelis Th., Browner R. F., Chalmers Jo. M., Cresser M. S., Monaghan Jo. J. et al. Glow discharge optical emission spectroscopy: A practical guide. Cambridge (UK): RSC Analytical Spectroscopy Monographs; 2003. <https://doi.org/10.1039/9781847550989>
11. Marcus R. K., Broekaert J. A. C. Glow discharge plasmas in analytical spectroscopy. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*. 2003;22(3):186. [https://doi.org/10.1016/S0165-9936\(03\)00307-8](https://doi.org/10.1016/S0165-9936(03)00307-8)
12. Kudiiarov V. N., Lider A. M., Harchenko S. Y. Hydrogen accumulation in technically pure titanium alloy at saturation from gas atmosphere. *Advanced Materials Research*. 2014;880:68–73. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.880.68>
13. Andreasen A. Design and building of a new experimental setup for testing hydrogen storage materials. *Risø-Report*; 2005. P. 52. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.32450.99527>
14. Checchetto R., Trettel G., Miotello A. Sievert-type apparatus for the study of hydrogen storage in solids. *Measurement Science and Technology*. 2003;15(1):127–130. <https://doi.org/10.1088/0957-0233/15/1/017>

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

Об обеспечении единства измерений: Федер. закон Рос. Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 11 июня 2008 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 18 июня 2008 г. (в ред. от 11.06.2021 № 170-ФЗ) // КонсультантПлюс [сайт]. URL: https://www.consultant.ru/document/cons_doc_LAW_77904/ (дата обращения: 20.07.2023).

ФИФ ОЕИ – Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry>

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

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

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

Роман Сергеевич Лаптев – канд. техн. наук, доцент отделения экспериментальной физики ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет»
Россия, 634050, г. Томск, проспект Ленина, 30
e-mail: laptevrs@tpu.ru
<https://orcid.org/0000-0001-5248-2839>

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

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

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

Roman S. Laptev – Cand. Sci. (Eng.), Associate Professor of the Department of Experimental Physics, National Research Tomsk Polytechnic University
30 Lenina ave., Tomsk, 634050, Russia
e-mail: laptevrs@tpu.ru
<https://orcid.org/0000-0001-5248-2839>

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Научная статья
УДК 621.317.089.68
<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-1-93-103>



Исследование точностных характеристик математической модели прогнозирования изменения погрешности рабочего эталона

А. Н. Новиков¹, С. В. Пузанков¹ ✉, М. В. Окрепилов²

¹ Военно-космическая академия имени А. Ф. Можайского, г. Санкт-Петербург, Россия
✉ vka@mil.ru

² ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия

Аннотация: Точность метода прогнозирования и ее априорная оценка при прогнозировании изменения погрешности рабочего эталона являются одними из ключевых вопросов. В ходе исследования этих вопросов была дана оценка целого ряда составляющих погрешности прогнозирования, а также проведено сопоставление различных методов и математических моделей прогнозирования. Сравнительный анализ показал, что исследуемая математическая модель индивидуального прогнозирования изменения погрешности рабочего эталона, сформулированная в статье «Математическая модель прогнозирования изменения значения критической составляющей погрешности рабочего эталона единицы величины с учетом априорной информации», обладает более высокой точностью по сравнению с рассмотренными известными методами прогнозирования. Полученные с применением обозначенной выше модели оценки параметров прогнозирующей функции при использовании предложенных в работе «Определение параметров метрологического обслуживания средств измерений по технико-экономическому критерию» выражений перехода к прогнозированию вероятности метрологической исправности рабочего эталона, удельных затрат на метрологическое обслуживание и ущерба от применения рабочего эталона в состоянии метрологического отказа позволяют существенно повысить обоснованность решений по уточнению первично установленного (в рамках ИЦУТ) значения интервала между аттестациями рабочего эталона.

Ключевые слова: интервал между аттестациями рабочего эталона, погрешность метода прогнозирования, погрешность исходных данных, погрешность принятой модели, оценки параметров прогнозирующей функции, оценка «рассеивания» прогноза

Принятые сокращения: РЭ – рабочий эталон; МНК – метод наименьших квадратов.

Ссылка при цитировании: Новиков А. Н., Пузанков С. В., Окрепилов М. В. Исследование точностных характеристик математической модели прогнозирования изменения погрешности рабочего эталона // Эталоны. Стандартные образцы. 2024. Т. 20, № 1. С. 93–103. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-1-93-103>.

Статья поступила в редакцию 27.11.2023; одобрена после рецензирования 29.01.2024; принята к публикации 25.03.2024.

MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

Research Article

Study of the Accuracy Characteristics of the Mathematical Model for Predicting Changes in the Error of the Working Measurement Standard

Aleksandr N. Novikov¹, Sergey V. Puzankov¹ ✉, Mikhail V. Okrepilov²

¹A. F. Mozhaysky Military-Space Academy, Saint Petersburg, Russia
✉ vka@mil.ru

²D. I. Mendeleev Institute for Metrology, Saint Petersburg, Russia

Abstract: The accuracy of the forecasting method and its prior estimation when predicting changes in the error of the working measurement standard are one of the key issues. In the course of studying these issues, a number of components of the forecasting error were assessed, and various methods and mathematical models of forecasting were compared. A comparative analysis showed that the studied mathematical model for individual forecasting of changes in the error of a working standard available at «Mathematical model for predicting changes in the value of the critical component of the error of the working measurement standard of the unit of magnitude taking into account prior information» has higher accuracy in comparison with the considered known forecasting methods. The estimates of the parameters of the forecasting function obtained with the application of the model under consideration available at «Determination of parameters for metrological maintenance of measuring instruments by the technical and economic criterion», using the expressions of the transition to forecasting the probability of metrological serviceability of the working measurement standard, specific costs for metrological maintenance, and damage from the use of the working measurement standard in the state of metrological failure, allow to substantially increase the validity of decisions to refine the value of the interval between the certification of the working standard, which is initially established (within the framework of the ITCM).

Keywords: interval between certifications of the working standard, error of the forecasting method, error of the initial data, error of the adopted model, estimates of the forecasting function parameters, forecast «dispersion» estimation

Abbreviations used: WMS – working measurement standard; LSM – least-square method.

For citation: Novikov A. N., Puzankov S. V., Okrepilov M. V. Study of the accuracy characteristics of the mathematical model for predicting changes in the error of the working measurement standard. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2024;20(1):93–103. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/20771172024201-93-103>.

The article was submitted 27.11.2023; approved after reviewing 29.01.2024; accepted for publication 25.03.2024.

Введение

В ходе эксплуатации техническое состояние рабочего эталона (далее – РЭ) перманентно изменяется. Это объясняется постоянным воздействием на РЭ различных внешних и внутренних факторов. В частности, значительно ускоряют процессы изменения (дрейфа) метрологических характеристик РЭ температурные, механические и влажностные факторы – основные факторы внешней среды, которые влияют на РЭ при их эксплуатации, например, в составе рабочих мест по поверке

средств измерений, размещенных на базе мобильных многофункциональных метрологических комплексов. Следует учитывать, что рассмотренные факторы воздействуют на РЭ в комплексе, что приводит к еще более быстрому темпу изменения технического состояния эталонов.

Таким образом, математическую модель изменения значения погрешности РЭ в зависимости от влияния на него различных факторов внешней среды можно представить в виде

$$Y(t) = S(x_1, x_2, \dots, x_n; t), \quad (1)$$

где x_j – j -й фактор внешней среды;
 t – время.

Для построения модели в виде (1) необходимо организовать ряд широкомасштабных, длительных и дорогостоящих экспериментов, которые позволят выявить зависимость изменения значения погрешности РЭ от каждого фактора в отдельности и определить их взаимосвязь друг с другом. Однако организация таких экспериментов в современных условиях вряд ли возможна.

В связи с этим в работе [1] было предложено процесс изменения значения погрешности РЭ описывать с помощью математической модели, отражающей изменение значения критической составляющей погрешности РЭ. Указанная составляющая погрешности РЭ оказывает наибольшее влияние на амплитуду и скорость изменения основной погрешности РЭ, построение которой осуществляется на основе реальных данных, получаемых в процессе эксплуатации РЭ. При этом воздействие факторов на погрешность оценивается опосредованно, а их случайный характер и взаимовлияние учитывается при моделировании изменения погрешности во времени. Тогда процесс изменения значения погрешности во времени можно представить в виде нестационарного случайного процесса, выраженного суммой двух независимых компонентов – необратимого $w(t)$ и обратимого $\hat{u}(t)$:

$$\hat{Y}(t) = w(t) + \hat{u}(t). \quad (2)$$

Исследования показывают, что оба этих компонента относятся и представляют один и тот же процесс, но причисляются к разному частотному спектру [2].

Первый компонент обусловлен протеканием необратимых физических процессов старения и износа внутри РЭ. Эти процессы протекают довольно медленно и имеют гладкий характер. Поэтому этот компонент достаточно точно может быть описан детерминированной функцией.

Второй компонент обусловлен воздействием на РЭ большого числа случайных факторов, носящих как внутренний, так и внешний характер. По своим свойствам обратимый компонент можно представить в виде случайной функции с довольно широким спектром. Исследования показывают, что данный компонент является стационарным случайным процессом, с нулевым математическим ожиданием, постоянной дисперсией и периодом корреляции меньшим интервала наблюдения.

Таким образом, процесс изменения критической составляющей погрешности РЭ $\hat{Y}(t)$ можно достаточно

точно представить с помощью детерминированного компонента $w(t)$, который описывается функцией времени, а случайный компонент $\hat{u}(t)$ может быть представлен в виде случайной вариации параметров этой функции:

$$\hat{y} = S(\hat{\vartheta}_k t), \quad (3)$$

где $\hat{\vartheta}_k$ – случайные значения параметров прогнозирующей функции.

На основании вышеизложенного, а также с учетом результатов исследований [3, 4], в работе [1] в качестве математической модели изменения значения погрешности РЭ было предложено использовать экспоненциальную функцию вида

$$\hat{y}(t_i) = \Delta_0 + \hat{\vartheta}_1 \left[\exp(-\hat{\vartheta}_2 t_i) - 1 \right], \quad (4)$$

где Δ_0 – начальное значение погрешности РЭ;

$\hat{\vartheta}_1, \hat{\vartheta}_2$ – случайные значения параметров прогнозирующей функции;

$\hat{y}(t_i)$ – прогнозируемое значение погрешности РЭ.

При этом, значение $|\hat{\vartheta}_1|$ показывает, к какой величине будет стремиться погрешность СИ при $t \rightarrow \infty$, т. е. это «амплитуда» изменения погрешности, а величина параметра $\hat{\vartheta}_2$ характеризует скорость протекания процесса.

Описанию процесса нахождения оценок параметров прогнозирующей функции с помощью метода максимального правдоподобия с учетом априорной и апостериорной информации и была посвящена работа [1].

Соответственно, оценка математического ожидания будущего значения погрешности РЭ $\tilde{y}(t_{\text{буд}})$ производится на основе выражения (4) и оценок математического ожидания параметров $\hat{\vartheta}_1$ и $\hat{\vartheta}_2$.

Предложенное в работе [1] решение, в отличие от известных [5–9], позволяет учитывать (а) индивидуальный характер изменения критической составляющей погрешности конкретного рабочего эталона в конкретных условиях эксплуатации; (б) наличие априорной информации об измерении аналогичных параметров у однотипных рабочих эталонов. Данная модель позволяет получить оценку значения величины погрешности эталона в будущие моменты времени. Однако вопросам точности принятой модели, которые являются одними из основных при прогнозировании, а также влиянию на точность прогнозирования различных параметров модели не было уделено достаточно внимания. В данной статье предлагается рассмотреть эти вопросы более подробно.

Методы и модели

Абсолютно точный прогноз получить невозможно. Насколько прогнозируемая величина близка к реальной,

можно оценить лишь приблизительно. Численно точность прогнозирования оценивается обратной величиной – погрешностью прогнозирования. В общем случае величина погрешности оценки прогнозируемого значения включает три составляющие [10]:

- погрешность метода прогнозирования (методическая погрешность);
 - погрешность исходных данных;
 - погрешность принятой модели.
- Рассмотрим подробнее каждую из составляющих погрешности оценки прогнозируемого значения величины погрешности рабочего эталона.

Погрешность метода прогнозирования (методическая погрешность). Под погрешностью метода прогнозирования понимается погрешность восстановленных значений $y(t_{\text{буд}})$ при условии, что прогноз строится на абсолютно точных результатах измерений. Оценивается методическая погрешность в соответствии с выражением

$$\delta_1 y = \frac{\tilde{y}(t_{\text{буд}}) - y(t_{\text{буд}})}{y(t_{\text{буд}})}, \quad (5)$$

где $\tilde{y}(t_{\text{буд}})$ – спрогнозированное значение математического ожидания погрешности РЭ [1], определяемое из выражения $\tilde{y}(t_{\text{буд}}) = \Delta_0 + \tilde{\vartheta}_1^* [\exp(-\tilde{\vartheta}_2^* t_{\text{буд}}) - 1]$; $y(t_{\text{буд}}) = \Delta_0 + \vartheta_1 [\exp(-\vartheta_2 t_i) - 1]$ – точное значение контролируемого параметра рассматриваемой реализации процесса;

ϑ_k – реальные значения коэффициентов прогнозирующей функции рассматриваемой реализации:

$$\vartheta_k = \bar{\vartheta}_k + \eta_k^* \sigma_k, \quad (6)$$

где η_k^* – значение случайной величины, имеющей нормальный закон распределения с нулевым математическим ожиданием и единичной дисперсией;

$\bar{\vartheta}_k$ – математическое ожидание параметров функции всех реализаций в среднем.

Соответственно

$$\delta_1 y = \frac{\tilde{\vartheta}_1 \exp(\tilde{\vartheta}_2 t_i) - \vartheta_1 \exp(\vartheta_2 t_i) - (\tilde{\vartheta}_1 - \vartheta_1)}{\Delta_0 + \vartheta_1 [\exp(-\vartheta_2 t_i) - 1]}. \quad (7)$$

Так как расчет оценок параметров $\tilde{\vartheta}_1$ и $\tilde{\vartheta}_2$ прогнозирующей функции [1] осуществляется численными методами из выражения

$$\left\{ \begin{aligned} & \frac{\sum_{i=1}^n [(y_i - \Delta_0 - \vartheta_1 (\exp(-\vartheta_2 t_i) - 1)) (\exp(-\vartheta_2 t_i) - 1)]}{\sigma_n^2} \\ & - \frac{1}{1-r} \left(\frac{\vartheta_1 - \bar{\vartheta}_1}{\sigma_1^2} + \frac{r(\vartheta_2 - \bar{\vartheta}_2)}{\sigma_1 \sigma_2} \right) = 0, \\ & \frac{\sum_{i=1}^n [(y_i - \Delta_0 - \vartheta_1 (\exp(-\vartheta_2 t_i) - 1)) (\vartheta_1 t_i \exp(-\vartheta_2 t_i))] }{\sigma_n^2} \\ & - \frac{1}{1-r} \left(\frac{\vartheta_2 - \bar{\vartheta}_2}{\sigma_2^2} + \frac{r(\vartheta_1 - \bar{\vartheta}_1)}{\sigma_1 \sigma_2} \right) = 0, \end{aligned} \right.$$

то оценка методической погрешности прогноза $\delta_1 y$ также вычисляется с помощью численных методов.

Оценка методической погрешности была получена с помощью метода имитационного (численного) моделирования (метод Монте-Карло), предусматривающего использование в качестве априорных и апостериорных данных совокупность значений, сгенерированных специальной программой по следующему алгоритму:

- для формирования совокупности задаются значения математических ожиданий $\bar{\vartheta}_2$, $\bar{\vartheta}_1$ и СКО σ_1 , σ_2 прогнозируемых параметров функции;

- генерируются две нормально распределенные (с нулевым математическим ожиданием и единичной дисперсией) совокупности значений $\{\eta_1^*\}$ и $\{\eta_2^*\}$;

- из этих нормальных совокупностей случайным образом выбираются S пар значений $\{\eta_1^{S*}, \eta_2^{S*}\}$ случайных величин $\hat{\eta}_1, \hat{\eta}_2$;

- на основе выбранных пар значений $\{\eta_1^{S*}, \eta_2^{S*}\}$ и выражения (6) формируются пары значений $\{\vartheta_1^{S*}, \vartheta_2^{S*}\}$;

- для каждой пары $\{\vartheta_1^{S*}, \vartheta_2^{S*}\}$ из выражения (7) формируется массив из L значений $\{y_i^{S*}\}$.

Фактически при реализации описанного алгоритма получаются данные без погрешности измерения и без погрешности модели, так как при их получении не используются средства измерений и полученные реализации точно описываются выражением (4).

Результаты

При реализации описанного алгоритма было получено $S = 100$ пар значений $\{\vartheta_1^{S*}, \vartheta_2^{S*}\}$ с математическим ожиданием $\bar{\vartheta}_1 = -5$, $\bar{\vartheta}_2 = 0,2$ и СКО $\sigma_1 = 0,5$, $\sigma_2 = 0,05$, а также реализаций значений $\{y_i^{S*}\}$, $i = 0 \div 25$ ($L = 26$), что не противоречит рекомендациям ГОСТ 34100.3.1–2017¹ при условии подтверждения

¹ ГОСТ 34100.3.1–2017/ISO/IEC Guide 98–3/Suppl 1:2008 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения. Дополнение 1. Трансформирование распределений с использованием метода Монте-Карло = Uncertainty of measurement. Part 3. Guide

гипотезы о нормальности распределения вероятности параметров $\hat{\vartheta}_1$ и $\hat{\vartheta}_2$, что было сделано в работе [1] и подтверждается практическими данными, полученными по результатам обработки информации об изменении погрешности у РЭ, например, частотомера универсального ЧЗ–86 из состава различных подвижных лабораторий измерительной техники. Из полученных ста реализаций изменения параметра $y^s(t)$ было получено сто оценок параметра $\tilde{y}^s(t_{\text{бюд}})$ для $t_{\text{бюд}} = 25$. На основе полученных оценок была построена гистограмма распределения случайной величины $\delta_1 y$ (рис. 1). Математическое ожидание и дисперсия методической погрешности оценивались с помощью следующих выражений:

$$M * [\delta_1 y] = \frac{1}{S} \sum_{i=1}^S \delta_{1i} y_i, \quad (8)$$

$$D * [\delta_1 y] = \frac{1}{(S-1)} \sum_{i=1}^S (\delta_{1i} y_i - M * [\delta_1 y])^2, \quad (9)$$

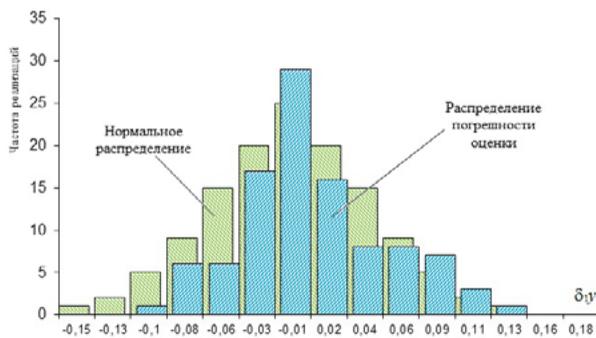


Рис. 1. Гистограммы распределения погрешности прогнозирования для РЭ ЧЗ–86 и нормального распределения

Fig. 1. Histograms of the distribution of forecasting error for WMS ЧЗ–86 and normal distribution

Построенная гистограмма показала, что методическая погрешность метода может быть описана нормальным законом распределения с параметрами $M * [\delta_1 y]$ и $D * [\delta_1 y]$, вычисляемыми в соответствии с выражениями (8) и (9).

Полученные значения $M * [\delta_1 y] = 0,007572$, $D * [\delta_1 y] = 0,00293$.

to the expression of uncertainty in measurement. Supplement 1. Propagation of distributions using a Monte-Carlo method : межгосударственный стандарт : внесен Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии : принят Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 июля 2017 г. N101-П) : издание официальное : дата введения 2018.09.01 / разработан Рабочей группой WG 1 Объединенного комитета по руководствам в метрологии JCGM. Москва : Стандартинформ, 2018. 77 с. Текст : непосредственный.

Погрешность исходных данных. Однако сама по себе абсолютная величина методической погрешности в конкретный момент времени не дает полного представления о точности прогноза.

Для анализа точности прогноза, получаемого с помощью разработанной в [1] модели, исследовалось влияние количества исходной информации на точность прогноза. При этом рассматривались две зависимости: 1) зависимость погрешности получаемых оценок $\hat{\vartheta}_1$ и $\hat{\vartheta}_2$ от количества исходных данных; 2) зависимость погрешности получаемого прогноза от количества исходных данных.

В целях изучения указанных зависимостей обрабатывались те же 100 смоделированных реализаций процесса. При расчетах поочередно каждая из ста реализаций выступала в качестве апостериорной информации, а 99 остальных считались априорной информацией. Искомая зависимость погрешности прогноза от числа данных получалась при изменении количества апостериорных данных от 1 до 25. Полученная усредненная по всем ста реализациям зависимость погрешности прогнозирования (для приведения к одному масштабу рассматривалась относительная погрешность прогнозирования) параметров $\hat{\vartheta}_1$ и $\hat{\vartheta}_2$ от числа исходных данных представлена в табл. 1 и на рис. 2.

Из приведенной зависимости видно, что уточнение оценок математического ожидания параметров $\hat{\vartheta}_1$ и $\hat{\vartheta}_2$ идет практически одинаково, хотя точность прогнозирования оценки математического ожидания параметра чуть $\hat{\vartheta}_1$ выше. Обе погрешности δ_{ϑ_1} и δ_{ϑ_2} после получения первых данных резко уменьшаются и уже при $n = 5$ практически равны 0.

Конкретные количественные оценки погрешности при оценивании математического ожидания параметров $\hat{\vartheta}_1$ и $\hat{\vartheta}_2$ будут зависеть от количества и точности априорных данных, а также от точности апостериорных данных.

В ходе исследования вопросов точности производилось сравнение относительной погрешности оценок $\tilde{y}(t_{\text{бюд}})$ (рис. 3 и табл. 2), получаемых с помощью разработанной в [1] модели (I), и с помощью метода наименьших квадратов (далее – МНК) (II). При этом рассматривалась зависимость получаемых оценок от количества апостериорных данных. Количество реализаций было взято равным 100.

Сравнение точности прогноза, получаемого с помощью разработанной в [1] модели и МНК, показало, что точность оценивания прогнозируемого параметра с использованием МНК постоянно увеличивается, но достигает приемлемого уровня только при $n \approx 4$.

Таблица 1. Относительная погрешность прогнозирования параметров $\tilde{\vartheta}_1$ и $\tilde{\vartheta}_2$ от числа исходных данных
 Table 1. Relative error in forecasting parameters ϑ_1 and ϑ_2 from the number of initial data

n	1	2	3	4	5	6
$\delta_{\vartheta_1}, (\%)$	17,78	6,90	2,38	0,71	0,01	0,01
$\delta_{\vartheta_2}, (\%)$	21,70	8,60	3,20	1,26	0,02	0,01

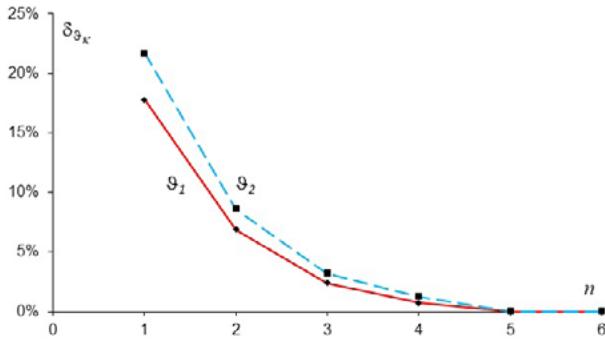


Рис. 2. Относительная погрешность оценки параметров прогнозирующей функции для смоделированных данных
 Fig. 2. Relative error in estimating the parameters of the predictive function for simulated data

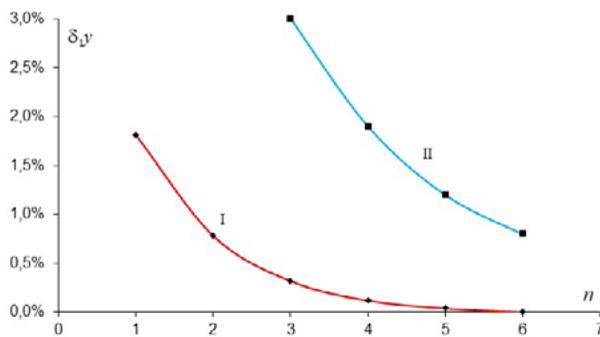


Рис. 3. Сравнение методической погрешности разработанного метода (I) и МНК (II)
 Fig. 3. Comparison of the procedure error of the developed method (I) and least-squares method (II)

Разработанная в [1] модель индивидуального прогнозирования уже с первого измерения имеет достаточную точность. Это объясняется возможностью использования априорной информации, что позволяет получать более точные оценки. Необходимо отметить, что величина погрешности оценки $\tilde{y}(t_{\text{бюд}})$ при использовании

МНК с увеличением n достигает величины погрешности рассматриваемого метода. Это объясняется тем, что (а) с увеличением n вклад априорной информации в получаемую оценку ослабевает; (б) рассматриваемый метод практически вырождается в МНК.

Погрешность измерения. Рассмотрим следующую составляющую суммарной погрешности – погрешность измерения, возникающую при получении исходных данных и характеризующую точность исходных данных. Процесс получения исходных данных, как правило, связан с измерениями какого-то параметра с помощью средства измерений, которое обладает собственной погрешностью. В случае контроля за погрешностью исследуемого РЭ речь идет о погрешности эталона, с помощью которого проверяется исследуемый РЭ. Соответственно получаемые значения погрешности РЭ $\{y_i\}$ неточны. Вследствие этого прогнозируемая оценка $\tilde{y}(t_{\text{бюд}})$ будет также обладать погрешностью, вызванной как неточностью метода, так и неточностью исходных данных:

$$\delta_{2y} = \frac{\tilde{y}(t_{\text{бюд}}) - y^*(t_{\text{бюд}})}{y^*(t_{\text{бюд}})}, \quad (10)$$

где $y^*(t_{\text{бюд}}) = y(t_{\text{бюд}}) + \eta_n^* \sigma_n$ – измеренное значение параметра в момент времени $t_{\text{бюд}}$;

η_n^* – конкретное значение случайной величины, имеющей нормальный закон распределения с нулевым математическим ожиданием и единичной дисперсией;

σ_n^2 – погрешность получения исходных данных.

В общем случае выражение (10) можно представить в виде

$$\delta_{2y} = \delta_{1y}(\sigma_n) + \frac{\tilde{y}(t_{\text{бюд}})}{y^*(t_{\text{бюд}})} \frac{\eta_n^* \sigma_n}{y^*(t_{\text{бюд}})}. \quad (11)$$

Таблица 2. Сравнение относительной погрешности оценок $\tilde{y}(t_{\text{бюд}})$
 Table 2. Comparison of the relative error of estimates $\tilde{y}(t_{\text{бюд}})$

n	1	2	3	4	5	6
$\delta_{1y} \text{ (I)}, \%$	1,81	0,78	0,32	0,12	0,04	0,00
$\delta_{1y} \text{ (II)}, \%$	-	8,7	3,0	1,9	1,2	0,8

Из выражения (11) видно, что точность исходных данных (величина СКО σ_n) влияет как на величину $\delta_1 y$ (точность метода зависит от точности исходных данных), так и на дополнительную составляющую погрешности, показывающую относительную точность измерения y – реального значения погрешности РЭ. На рис. 4 и в табл. 3 представлена зависимость погрешности $\delta_2 y$ от величины σ_n/ϑ_1 , показывающей значение относительной погрешности измерений. Расчет представленной зависимости производился на основе смоделированных данных. Причем при моделировании использовалось пять различных значений σ_n , для каждого из которых было смоделировано (в соответствии с описанным выше алгоритмом) по 100 реализаций изменения параметра y .

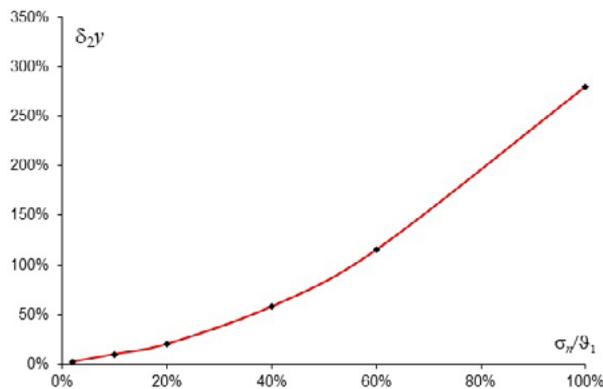


Рис. 4. Зависимость погрешности прогнозирования от погрешности исходных данных

Fig. 4. Dependence of the forecasting error on the error of the initial data

Для малых величин погрешности измерений $\sigma_n < 3$ (при $\vartheta_1 = 5$) величина погрешности растет практически линейно. Для больших значений $\sigma_n = 5$ (при $\vartheta_1 = 5$) величина погрешности $\delta_2 y$ резко увеличивается и становится очень большой $\approx 280\%$. Но в данном случае погрешность измерения фактически должна быть 100%.

Однако погрешность эталонов 1-го и 2-го разрядов, с помощью которых проверяются РЭ, довольно мала. Поэтому данная составляющая не является определяющей в суммарной погрешности $\delta_2 y$.

Последняя составляющая погрешности показывает, насколько точно реальные процессы старения

описываются зависимостью (4). Реальные процессы старения зависят не только от времени, как показано в выражении (4), но и от температуры, влажности и других факторов окружающей среды. Соответственно, указанная зависимость не вполне точно отражает реальные процессы старения. Суммарную погрешность, включающую все три составляющие, можно оценить так:

$$\delta_3 y = \frac{\tilde{y}(t_{\text{буд}}) - y(t_{\text{буд}})}{y(t_{\text{буд}})}, \quad (12)$$

где $y(t_{\text{буд}})$ – полученные при проверке данные о погрешности РЭ в момент времени $t_{\text{буд}}$.

Характеристики суммарной погрешности оценивались аналогично $\delta_1 y$ с помощью выражений (8) и (9). Однако в качестве исходных данных выступали реальные данные об изменении погрешности во времени. При этом полученные значения $M[\delta_3 y] = 0,049$, $D[\delta_3 y] = 0,036$, полученная гистограмма распределения $\delta_3 y$ представлена на рис. 5.

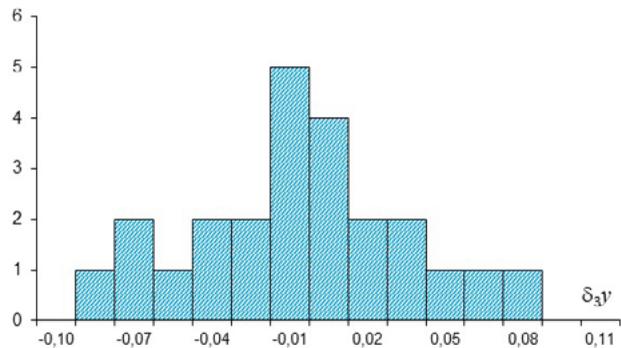


Рис. 5. Гистограмма распределения погрешности прогнозирования для реальных данных об изменении погрешности y ЧЗ–86

Fig. 5. Histogram of the distribution of the forecasting error for real data on the error change in the ЧЗ–86

Так же, по аналогии с методической погрешностью, была исследована зависимость величины погрешности от числа апостериорных данных. Представленная зависимость (рис. 6 (I) и табл. 4 (I)) показывает суммарную погрешность прогноза, получаемого с помощью

Таблица 3. Зависимость погрешности $\delta_2 y$ от величины σ_n/ϑ_1 , показывающей значение относительной погрешности измерений

Table 3. Dependence of the error $\delta_2 y$ on the value σ_n/ϑ_1 showing the value of the relative measurement error

$\sigma_n/\vartheta_1, \%$	2	10	20	40	60	100
$\delta_2 y, \%$	2,16	9,89	20,15	58	115	280

разработанной в [1] модели индивидуального прогнозирования на основе исходных данных об изменении погрешности у реального РЭ.

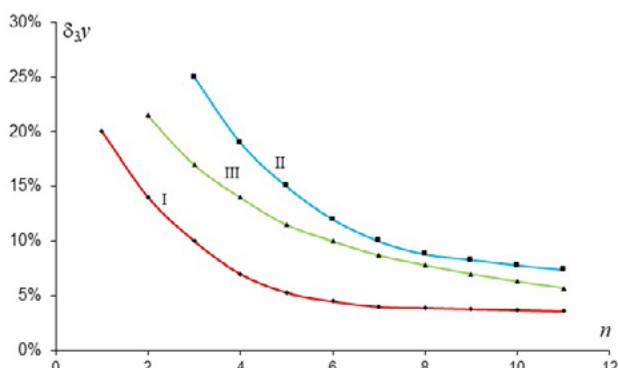


Рис. 6. Погрешности прогнозирования: по разработанной модели (I); по МНК (II); по методу Фридмана (III)

Fig. 6. Forecasting errors: according to the developed model (I); according to LSM (II); according to the Friedman method (III)

Величина суммарной погрешности показывает, что она является достаточно небольшой. Вместе с погрешностью прогнозирования, разработанной в [1] модели, исследовалась погрешность оценок прогнозируемых параметров, получаемых с помощью еще двух методов: МНК (рис. 6 (II) и табл. 4 (II)) и методом, предложенным Фридманом [11, 12], для прогнозирования значения погрешности и корректировки интервалов между аттестациями (рис. 6 (III) и табл. 4 (III)).

Сравнение указанных методов с разработанной моделью показало, что результаты, наиболее близкие к реальным данным, дает применение именно разработанной модели индивидуального прогнозирования погрешности РЭ.

Таким образом, были рассмотрены все составляющие суммарной погрешности. Однако необходимо рассмотреть еще один важный вопрос – вопрос расчета априорной оценки погрешности прогнозируемого параметра. При прогнозировании требуется заранее указать тот доверительный интервал, в котором находится реальное значение прогнозируемого параметра (погрешности РЭ).

Для такой оценки «рассеивания» прогноза вокруг действительного значения необходимо знать закон распределения строящейся оценки прогнозируемого параметра. То есть, каким образом распределена величина $\hat{y}(t_{дог})$. Выражение для функции распределения этой величины уже было получено в [13].

Для оценки доверительного интервала необходимо задаться доверительной вероятностью. Как правило, при оценке точности измерений используют доверительную вероятность, равную $P_{дов} = 0,95$, но можно использовать и другое значение этой вероятности.

Зная уровень доверительной вероятности и функцию распределения оценки погрешности, значение доверительного интервала легко устанавливается численными методами.

Заключение

Точность метода прогнозирования и ее априорная оценка при прогнозировании являются одними из ключевых вопросов. В ходе исследования этих вопросов дана оценка различных составляющих погрешности прогнозирования и приведено сравнение различных методов и математических моделей прогнозирования. Сравнительный анализ показал: разработанная математическая модель индивидуального прогнозирования изменения погрешности РЭ обладает более высокой точностью по сравнению с рассмотренными известными методами прогнозирования и дает удовлетворительные результаты уже практически с самого первого измерения. Учитывая тот факт, что предложенные в [13] выражения, в отличие от известных [14–16], позволяют перейти от найденных с применением исследуемой модели индивидуального прогнозирования изменений погрешности рабочего эталона оценок параметров прогнозирующей функции к прогнозированию вероятности их метрологической исправности. Возможно также учесть удельные затраты на метрологическое обслуживание и ущерб от применения рабочего эталона в метрологически неисправном состоянии. Таким образом, решение задачи уточнения (корректировки) оптимального значения интервала между аттестациями рабочего эталона

Таблица 4. Зависимость суммарной погрешности прогноза модели индивидуального прогнозирования
Table 4. Dependence of the total forecast error of the individual forecast model

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
δ₃у (I), %	20,1	14,2	9,9	7,0	5,3	4,5	4,0	3,9	3,8	3,7	3,6
δ₃у (II), %	-	32,4	25,0	19,0	15,1	11,9	10,0	8,8	8,3	7,8	7,4
δ₃у (III), %	29,6	21,5	17,0	14,1	11,5	10,0	8,7	7,8	7,0	6,3	5,7

с использованием модели индивидуального прогнозирования погрешности рабочего эталона с учетом априорной информации на этапе опытной эксплуатации РЭ приобретает особую актуальность. Разработанная методика позволяет не только сократить прямые затраты на метрологическое обслуживание, но и сократить затраты времени на оценку технического состояния РЭ по сравнению с традиционными методами в среднем на 20–25 %.

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 governmental, for-profit, or non-profit organizations.

Вклад соавторов: Новиков А. Н. – определение замысла и методологии статьи, анализ литературы, проведение математических исследований, работа с текстом

статьи; Пузанков С. В. – обработка экспериментальных данных, анализ результатов, участие в общем редактировании статьи; Окрепилов М. В. – концепция и инициирование исследований, методическая поддержка, участие в общем редактировании статьи.

Contribution of the authors: Novikov A. N. – definition of the idea and methodology of the article, analysis of the literature, mathematical research, work on the text of the article; Puzankov S. V. – processing of experimental data, analysis of the results, participation in the general editing of the article; Okrepilov M. V. – concept and initiation of research, methodological support, participation in the general editing of the article.

Конфликт интересов: Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов. Автор М. В. Окрепилов является членом редакционной коллегии журнала «Эталоны. Стандартные образцы».

Conflict of interest: The authors declare no conflict of interest. M. V. Okrepilov is a member of the Editorial Board of the journal «Measurement Standards. Reference Materials».

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Новиков А. Н., Кравцов А. Н., Ширямов О. А. Математическая модель прогнозирования изменения значения критической составляющей погрешности рабочего эталона единицы величины с учетом априорной информации // Труды Военно-космической академии имени А. Ф. Можайского. 2018. Вып. 656. С. 198–203.
2. Силин В. Б., Заковряшин А. И. Автоматическое прогнозирование состояния аппаратуры управления и наблюдения. М.: Энергия, 1983. 336 с.
3. Новицкий П. В., Зограф И. А., Лабунец В. С. Динамика погрешностей средств измерений. Л.: Энергоатомиздат. Ленингр. отделение, 1990. 192 с.
4. Кузнецов В. А., Петров В. А. Закон распределения погрешности измерений с учетом времени эксплуатации измерительных приборов // Измерительная техника. 1992. № 7. С. 5–6.
5. Prediction intervals for exponential smoothing using two new classes of state space models / R. J. Hyndman [et al.] // Journal of Forecasting. 2005. Vol. 4(1). P. 17–37.
6. Новиков А. Н., Миронов А. Н., Пузанков С. В. Методика построения математической модели изменения во времени критической составляющей погрешности измерений в бортовых измерительных системах космических аппаратов с метрологическим самоконтролем // Информация и Космос. 2016. № 2. С. 118–126.
7. Окоренков В. Ю. Метрологическая надежность метеорологических информационно-измерительных систем // Труды Главной геофизической обсерватории им. А. И. Воейкова. 2010. № 561. С. 194–212.
8. Чернышова Т. И., Каменская М. А. Математическое моделирование электронных измерительных средств при оценке их метрологической надежности // Вестник Тамбовского государственного технического университета. 2010. Т. 16. № 4. С. 770–775.
9. Алексеев В. В., Грубо Е. О., Королев П. Г. Структуры и алгоритмы коррекции основной погрешности измерительного канала с использованием измеряемой величины // Вестник Тихоокеанского государственного университета. 2010. № 4. С. 23–32.
10. Гаскаров Д. В., Голинкевич Т. А., Мозгалевский А. В. Прогнозирование технического состояния и надежности радиоэлектронной аппаратуры. М.: Сов. радио, 1974. 224 с.
11. Беляев Б. М., Новиков В. В., Фридман А. Э. Порядок назначения и корректировки межповерочных интервалов средств измерений // Метрология. 1991. № 9. С. 46–52.
12. Фридман А. Э. Метрологическая надежность средств измерений и определение межповерочных интервалов // Метрология. 1991. № 9. С. 52–61.
13. Новиков А. Н. Определение параметров метрологического обслуживания средств измерений по технико-экономическому критерию // Вестник метролога. 2022. № 4. С. 12–18.
14. Жаднов В. В. Методы повышения достоверности оценки межповерочных интервалов электронных измерительных приборов // Качество. Инновации. Образование. 2015. № 11(126). С. 20–27.
15. Гусеница Я. Н., Шерстобитов С. А., Малахов А. В. Метод обоснования межповерочных интервалов средств измерений // Научно-технические технологии в космических исследованиях Земли. 2016. Т. 8. № 1. С. 44–48.

16. Новиков А. Н. Алгоритм индивидуального прогнозирования предельных экономически целесообразных сроков эксплуатации измерительных комплексов // Вестник СибГУТИ. 2016. № 4. С. 19–24.

REFERENCES

- Novikov A. N., Kravtsov A. N., Shiryamov O. A. Mathematical model for predicting the change in the value of the critical component of the error of the working standard of the unit of magnitude taking into account a priori information. *Proceedings of the A. F. Mozhaisky Military Space Academy*. 2018;656:198–203. (In Russ.).
- Silin V.B., Zakovryashin A. I. Automatic forecasting of control and observation equipment state. Moscow: Energia; 1983. 336 с. (In Russ.).
- Novitskiy P. V., Zograf I. A., Labunets V. S. Dynamics of the measurement means errors. Leningrad: Energoatomizdat Leningr. otdniye; 1990. 192 p. (In Russ.).
- Kuznetsov, V.A.; Petrov, V. A. Law of the measurement error distribution taking into account the operation time of measuring devices. *Izmeritel'naya tekhnika*. 1992;7:5–6. (In Russ.).
- Hyndman R. J., Koehler A. B., Ord J. K., Snyder R. D. Prediction intervals for exponential smoothing using two new classes of state space models. *Journal of Forecasting*. 2005;4(1):17–37.
- Novikov A. N., Mironov A. N., Puzankov S. V. Methodology of building a mathematical model of time variation of the critical component of measurement error in onboard measurement systems of spacecrafts with metrological self-control. *Information and Space*. 2016;(2):118–126. (In Russ.).
- Okorenkov V. Y. Metrological reliability of meteorological information-measuring systems. *Proceedings of the Main Geophysical Observatory named after A. I. Voyeykov*. 2010;561:194–212. (In Russ.).
- Chernyshova T. I., Kamenskaya M. A. Mathematical modeling of electronic measuring instruments in assessing their metrological reliability. *Bulletin of Tambov State Technical University*. 2010;16(4):770–775. (In Russ.).
- Alekseev V. V., Grubo E. O., Korolev P. G. Structures and algorithms of the main error correction of the measuring channel using the measured value. *Pacific State University herald*. 2010;4:23–32. (In Russ.).
- Gaskarov D. V., Golinkevich T. A., Mozgalevskiy A. V. Forecasting of the technical state and reliability of the radio-electronic equipment. Moscow: Sov. Radio; 1974. 224 p. (In Russ.).
- Belyaev B. M., Novikov V. V., Friedman A. E. Procedure of assignment and adjustment of the verification intervals for measuring instruments. *Metrology*. 1991;(9):46–52. (In Russ.).
- Friedman A. E. Metrological reliability of measuring instruments and determination of interverification intervals. *Metrology*. 1991;(9):52–61. (In Russ.).
- Novikov A. N. Determination of parameters of metrological maintenance of measuring instruments by technical and economic criterion. *Metrologist herald*. 2022;(4):12–18. (In Russ.).
- Zhadnov V. V. Methods of increasing the reliability of the estimation of the verification intervals of the electronic measuring devices. *Quality. Innovations. Education*. 2015;11(126):20–27. (In Russ.).
- Gusenitsa Y. N., Sherstobitov S. A., Malakhov A. V. Method of substantiation of the interval of verification of measuring instruments. *Science-intensive technologies in Earth observation space research*. 2016;8(1):44–48. (In Russ.).
- Novikov A. N. Algorithm of the individual forecasting of the limiting economically feasible operation terms of the measuring complexes. *SibGUTI herald*. 2016;(4):1–24. (In Russ.).

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

ГОСТ 34100.3.1–2017/ISO/IEC Guide 98–3/Suppl 1:2008 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения. Дополнение 1. Трансформирование распределений с использованием метода Монте-Карло = Uncertainty of measurement. Part 3. Guide to the expression of uncertainty in measurement. Supplement 1. Propagation of distributions using a Monte-Carlo method : межгосударственный стандарт : внесен Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии : принят Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 июля 2017 г. N101-П) : издание официальное : дата введения 2018.09.01 / разработан Рабочей группой WG 1 Объединенного комитета по руководствам в метрологии JCGM. Москва : Стандартинформ, 2018. 77 с. Текст : непосредственный.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Новиков Александр Николаевич – канд. техн. наук, доцент кафедры метрологического обеспечения вооружения, военной и специальной техники Военно-космической академии имени А. Ф. Можайского
197198, Россия, г. Санкт-Петербург, Ждановская ул., 13
e-mail: vka@mil.ru

Пузанков Сергей Владимирович – адъюнкт кафедры метрологического обеспечения вооружения, военной и специальной техники Военно-космической академии имени А. Ф. Можайского
197198, Россия, г. Санкт-Петербург, Ждановская ул., 13
e-mail: vka@mil.ru

Окрепилов Михаил Владимирович – д-р техн. наук, доцент, заместитель генерального директора по качеству и образовательной деятельности ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

190005, Россия, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19
e-mail: m.v.okrepilov@vniim.ru
ORCID: 0000-0001-9815-1795

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Aleksandr N. Novikov – Cand. Sci. (Eng.), Associate Professor of the department of metrological support of weapons, military and special equipment of the A. F. Mozhaysky Military-Space Academy
13 Zhdanovskaya str., Saint Petersburg, 197198, Russia
e-mail: vka@mil.ru.

Sergey V. Puzankov – Adjunct of the department of metrological support of weapons, military and special equipment of the A. F. Mozhaysky Military-Space Academy

13 Zhdanovskaya str., Saint Petersburg, 197198, Russia
e-mail: vka@mil.ru.

Mikhail V. Okrepilov – Dr. Sci. (Eng.), Associate Professor, Deputy Director of quality and educational activity of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology (VNIIM)

19 Moskovskiy ave., Saint Petersburg, 190005, Russia
e-mail: m.v.okrepilov@vniim.ru
ORCID: 0000-0001-9815-1795

■ РЕЕСТР УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ, ПРЕДСТАВЛЕННЫХ 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 с конца 2023 по начало 2024 года 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».

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 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 сличительных (сравнительные) испытаниях и других видах 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/дм³.

СО представляет собой раствор оксида неодима (III) с массовой долей основного вещества не менее 99,9 % в 1,4 моль/дм³ азотной кислоты. СО может поставляться в объемах 5 см³, 10 см³, 8 см³, 15 см³, 30 см³, 50 см³, 100 см³ в зависимости от потребностей заказчика в запаянных стеклянных ампулах вместимостью 5 см³, 10 см³ или в полипропиленовых банках вместимостью 8 см³, 15 см³, 30 см³, 50 см³, 100 см³.

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 искус-

ственную газовую смесь определяемого компонента – диоксида серы (SO₂) и газа-разбавителя – азота (N₂), 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 дм³ до 10 дм³, снабженном этикеткой. Баллон оборудован вентилем из нержавеющей стали ВС 16. Исходные вещества для приготовления СО – диоксид серы (SO₂) и азот (N₂) – 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, 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, 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 (N₂), 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 или в металлокомпозитном баллоне по ТУ 2296-002-23204567-01, ТУ 3695-011-13833523-14 вместимостью от 4 дм³ до 10 дм³, снабженном этикеткой. Баллон оборудован вентилем из нержавеющей стали ВС 16. Исходные вещества для приготовления СО – карбонилсульфид (COS) и азот (N₂) – 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 (да-

лее – 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, 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 сероводорода, %. Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь определяемого компонента – сероводорода (H_2S) и газа-разбавителя – азота (N_2), 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 дм³, снабженном этикеткой. Баллон оборудован вентилем из нержавеющей стали ВС 16. Исходные вещества для приготовления СО – сероводород (H_2S) и азот (N_2) – 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, %. Стандартный образец (далее – СО) представляет собой чистое органическое вещество – мезитилен, расфасованное по $(2,0 \pm 0,2)$ см³ в ампулу из светлого стекла номинальным объемом 5 см³, 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 $(2,0 \pm 0,2)$ см³ в ампулу из светлого стекла номинальным объемом 5 см³, 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, %. СО представляет собой чистое органическое вещество – о-ксилол, расфасованное по $(2,0 \pm 0,2)$ см³ в ампулу из светлого стекла номинальным объемом 5 см³, 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 рефе-

рентных 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, %. СО представляет собой чистое органическое вещество – п-ксилол, расфасованное по $(2,0 \pm 0,2)$ см³ в ампулу из светлого стекла номинальным объемом 5 см³, 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; 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 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, %. СО представляет собой чистое органическое вещество – толуол, расфасованное по $(2,0 \pm 0,2)$ см³ в ампулу из светлого стекла номинальным объемом 5 см³, 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 $(2,0 \pm 0,2)$ см³ в ампулу из светлого стекла номинальным объемом 5 см³, снабженную этикеткой.

ГСО 12373-2023

СО СОСТАВА ПЕСТИЦИДА ЦИБУТРИНА (Цбт-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 цибутрина в воздушных средах и других объектах контроля, в т. ч. продукции химической и лакокрасочной промышленности; межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний и других видов метрологических работ.

Область применения: лакокрасочная 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 цибутрина, %. СО представляет собой чистое органическое вещество – цибутрин, расфасованное по (100 ± 10) мг в вials из темного стекла номинальным объемом 4 см³, снабженные этикеткой.

ГСО 12374-2023

СО УДЕЛЬНОЙ ЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ПРОВОДИМОСТИ ЖИДКОСТИ (УЭП-20)

СО предназначен для хранения и передачи единицы удельной электрической проводимости от ГЭТ 132 разрядным эталонам; поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей; контроля метрологических характеристик при проведении испытаний средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений удельной электрической проводимости жидкостей, полученных по методикам (методам) измерений в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами; проведения межлабораторных сравнительных (сличительных) испытаний для оценки пригодности нестандартизированных методик и проверки квалификации испытательных лабораторий.

Область применения: пищевая и легкая промышленность, нефтехимическая промышленность, сельское хозяйство, охрана окружающей среды, гидрология, экология, фармакология и медицина, пищевая промышленность, электронная промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: удельная электрическая проводимость жидкости, См/м.

СО представляет собой водный раствор калия хлористого, расфасованный объемом не менее 500 см³ в стеклянные флаконы (бутыли) или полимерные флаконы (бутыли) номинальным объемом 500 см³, герметично укупоренные завинчивающейся крышкой, снабженные этикетками.

ГСО 12375–2023/ГСО 12379–2023**СО АКТИВНОСТИ РАДИОНУКЛИДОВ (набор АР-ЖС-ВНИИМ)**

СО предназначены для передачи единицы активности радионуклидов рабочим эталонам 2-го разряда и средствам измерений; калибровки, поверки, испытаний в целях утверждения типа средств измерений радиометрической и спектрометрической аппаратуры; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений активности и удельной активности радионуклидов в водных пробах природных и технологических объектов; проведения межлабораторных сравнительных испытаний.

Область применения: метрологический надзор, охрана окружающей среды, государственный санитарно-эпидемиологический надзор.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: активность радионуклида, Бк. СО представляют собой смесь радионуклидного раствора и жидкого сцинтиллятора (объем смеси не менее 10 см³) во флаконе из полиэтилена низкого давления вместимостью 20 см³ с герметичной крышкой и термоусадочным колпаком. Экземпляр СО не вскрывается и не подлежит дополнительным манипуляциям при установке в прибор для измерений. Количество типов СО в наборе – 5 шт.

ГСО 12380–2023**СО СОСТАВА N-НИТРОЗОДИМЕТИЛАМИНА (NDMA)**

СО предназначен для хранения и передачи единиц величин – массовой доли основного компонента; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли N-нитрозодиметиламина (NDMA) в продуктах питания, объектах окружающей среды, тканях и жидкостях человека; использования в качестве матрицы при разработке стандартных образцов и приготвлении калибровочных растворов; установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений.

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: пищевая промышленность, здравоохранение, охрана окружающей среды, научно-исследовательская деятельность, сельскохозяйственная и промышленная биотехнологии, осуществление мероприятий государственного контроля (надзора).

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля N-нитрозодиметиламина (NDMA), %.

Материал СО представляет собой N-нитрозодиметиламин (NDMA) в виде желтой жидкости с острым характерным запахом. Материал расфасован по 0,05 см³ в вials темного стекла, герметично укупленные завинчивающейся крышкой из инертного материала (с тефлоновой прокладкой), вместимостью 2 см³ с этикеткой. Вials помещены в картонные футляры, устройство которых предохраняет СО от резких ударов и загрязнения.

ГСО 12381–2023**СО ЧУГУНА ПЕРЕДЕЛЬНОГО НОДУЛЯРНОГО (ИСО ЧГ58)**

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

СО может применяться для поверки средств измерений при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений; для калибровки средств измерений при условии соответствия его метрологических и технических характеристик требованиям методик калибровки; для испы-

таний средств измерений и стандартных образцов в целях утверждения типа при условии соответствия его метрологических характеристик требованиям программ испытаний.

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

Способ аттестации: межлабораторный эксперимент, сравнение со стандартным образцом.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов, %.

Материал СО приготовлен из чугуна передельного нодулярного в виде усеченного конуса высотой (25–30) мм, диаметром верхнего основания – (36–40) мм, нижнего основания – (38–42) мм (ГОСТ 7565–81, ГОСТ Р ИСО 14284–2009). СО имеет структуру отбеленного чугуна.

ГСО 12382–2023**СО СОСТАВА МУЛЬТИЭЛЕМЕНТНОГО РАСТВОРА МЕТАЛЛОВ (ИСП – СО Multi 1)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли и массовой концентрации металлов (лития, кобальта, кадмия, цинка, бария, свинца) в различных веществах и материалах методами атомной абсорбции (ААС), оптико-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-ОЭС) и масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС); поверки и (или) калибровки средств измерений; установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений; контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа.

Стандартный образец (СО) может применяться в других видах метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: химическая, металлургическая, пищевая промышленность, охрана окружающей среды, геология.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля металлов (лития, кобальта, кадмия, цинка, бария, свинца), млн⁻¹ (мг/кг); массовая концентрация металлов (лития, кобальта, кадмия, цинка, бария, свинца), мг/дм³.

СО представляет собой раствор металлов или их соединений в разбавленной азотной кислоте. Материал СО расфасован в банки из полиэтилена высокого давления (HDPE) с навинчивающейся крышкой и этикеткой. Номинальные объемы банок 15 см³, 30 см³ или 60 см³. Дополнительно банка упакована в парафиновую ленту и вакуумную упаковку.

ГСО 12383–2023**СО СОСТАВА РАСТВОРА ЦИНКА (ИСП – СО Zn)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли и массовой концентрации цинка в различных веществах и материалах методами атомной абсорбции (ААС), оптико-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-ОЭС) и масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС); поверки и (или) калибровки средств измерений; установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений; контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа.

Стандартный образец (СО) может использоваться для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: химическая, металлургическая, пищевая промышленность, охрана окружающей среды, геология.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля цинка, млн^{-1} (мг/кг); массовая концентрация цинка, мг/дм^3 .

СО представляет собой раствор металлического цинка в разбавленной азотной кислоте. Материал СО расфасован в банки из полиэтилена высокого давления (HDPE) с этикетками в комплекте с герметично закрывающейся винтовой крышкой номинальными объемами 30 см^3 , 60 см^3 или 125 см^3 , с дополнительной упаковкой крышки в парафиновую ленту и вакуумную упаковку.

ГСО 12384-2023

СО СОСТАВА РАСТВОРА ИОНОВ ГАФНИЯ (IV)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли ионов гафния (IV) в водных растворах, в том числе получаемых после подготовки проб к измерениям, методами титриметрического, фотометрического, атомно-эмиссионного и масс-спектрального анализов при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках измерений.

СО может быть использован для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при условии соответствия требованиям методики измерений; для поверки средств измерений при условии их соответствия обязательным требованиям, установленным в методиках поверки средств измерений; для калибровки средств измерений при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках калибровки средств измерений.

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

Способ аттестации: расчетно-экспериментальный.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля ионов гафния (IV), $\%$ (г/кг).

СО представляет собой раствор ионов гафния (IV), полученный растворением во фтороводородной кислоте гафния электролитического марки ГФЭ-1. Фоном является 2 % раствор фтороводородной кислоты. Материал СО объемом 6 см^3 помещен в герметично закрытую навинчивающейся крышкой полипропиленовую емкость с этикеткой. Полипропиленовая емкость помещена в картонную коробку, на которую наклеена этикетка.

ГСО 12385-2023/ГСО 12387-2023

СО МАССОВОЙ ДОЛИ ВОДЫ В ОРГАНИЧЕСКОЙ ЖИДКОСТИ (набор АКВА-M-Water Standard)

СО предназначены для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли воды в органических жидкостях (не реагирующих с реактивом Карла Фишера) методом кулонометрического и волюметрического титрования по Карлу Фишеру. СО могут использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики измерений; поверки средств измерений при условии соответствия СО обязательным требованиям, установленным в методиках поверки средств измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики калибровки; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа, при соответствии метрологических характеристик СО требованиям программ испытаний; других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

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

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля воды, $\%$ (мг/г).

СО представляют собой смеси органических жидкостей и воды, расфасованные в стеклянные ампулы, упакованные в коробку, снабженную этикеткой. Исходные вещества, используемые для приготовления материала СО, и объем фасовки указаны в таблице 1 в Описании типа СО. Количество типов СО в наборе – 3.

ГСО 12388-2023

СО СОСТАВА МУКИ МИНДАЛЬНОЙ (ММ-1 СО УНИМ)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли влаги, азота, белка, жира, золы в муке миндальной, орехах и продуктах их переработки. 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 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 методики калибровки; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа, при соответствии метрологических характеристик стандартного образца 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: использование Государственных эталонов единиц величин, применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля влаги, $\%$; массовая доля азота, $\%$; массовая доля белка, $\%$; массовая доля жира, $\%$; массовая доля золы, $\%$.

СО представляет собой муку миндальную тонкого помола, расфасованную по (30–50) г в двойные герметичные полиэтиленовые или металлизированные пакеты с этикеткой.

ГСО 12389-2023

СО МАССОВОЙ ДОЛИ ВОДОРОДА В ТИТАНОВЫХ СПЛАВАХ (комплект)

СО предназначены для контроля точности результатов измерений массовой доли водорода в титановых сплавах; аттестации методик измерений; установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений.

СО может применяться для поверки средств измерений при условии соответствия стандартного образца обязательным требованиям, установленным в методиках поверки средств измерений.

Область применения: цветная металлургия, научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля водорода, $\%$. Материал СО изготовлен из прутков титанового сплава марки ВТ6 (ГОСТ 19807–91) методом насыщения водородом. Экземпляры СО представляют собой цилиндры высотой (40–45) мм, диаметром (40 ± 5) мм или кусочки массой около 0,1 г. 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. Кусочки массой не менее 10 г расфасованы в пластиковые или стеклянные флаконы, на которые наклеены этикетки. Комплект упакован в картонную коробку, на которую наклеена этикетка. Количество экземпляров СО в комплекте – 4.

ГСО 12390–2023**СО СОРБЦИОННЫХ СВОЙСТВ ДИОКСИДА ТИТАНА (TiO₂ СО УНИИМ)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений сорбционных характеристик (удельной адсорбции азота при температуре жидкого азота и заданных относительных давлениях, удельной поверхности, удельного объема пор, среднего диаметра пор) пористых веществ; поверки и калибровки средств измерений сорбционных характеристик (удельной адсорбции азота при температуре жидкого азота и заданных относительных давлениях, удельной поверхности, удельного объема пор, среднего диаметра пор).

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

Область применения: наноиндустрия, научные исследования.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: удельная адсорбция азота при температуре жидкого азота в диапазоне относительных давлений P/P₀ от 0,9 · 10⁻³ до 0,992, моль/кг; удельная поверхность, м²/г; удельный объем пор, см³/г; средний диаметр пор, нм.

СО представляет собой порошок диоксида титана, расфасованный по 4 г в стеклянные банки с завинчивающимися крышками, этикетками.

ГСО 12391–2023**СО СОСТАВА СОЕВОЙ МУКИ (СПП-1 СО УНИИМ)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли азота, белка и соевого ингибитора трипсина в соевой муке, поверки средств измерений массовой доли азота, белка.

СО может использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики калибровки; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа при соответствии метрологических характеристик требованиям программ испытаний; других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: пищевая, химическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин, применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля азота, %; массовая доля белка, %; массовая доля соевого ингибитора трипсина, млн⁻¹ (мг/кг).

СО представляет собой соевую муку, расфасованную по (10–30) г по требованию заказчиков в герметичные двойные полиэтиленовые пакеты или пластиковые банки с крышками, с этикеткой.

ГСО 12392–2023**СО СОСТАВА ИЗОЛЯТА СОЕВОГО БЕЛКА (СПП-2 СО УНИИМ)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли азота, белка и соевого ингибитора трипсина в изоляте соевого белка; поверки средств измерений массовой доли азота, белка.

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 стан-

дартного образца требованиям методики калибровки; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа при соответствии метрологических характеристик требованиям программ испытаний; других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: пищевая, химическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин, применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля азота, %; массовая доля белка, %; массовая доля соевого ингибитора трипсина, млн⁻¹ (мг/кг).

СО представляет собой соевый изолят, расфасованный по (10–30) г по требованию заказчиков в герметичные двойные полиэтиленовые пакеты или пластиковые банки с крышками, с этикеткой.

ГСО 12393–2023**СО СОСТАВА СОИ (АЛ-1 СО Glycine max)**

СО предназначен для калибровки средств измерений массовой доли азота (белка) в сое и соевых продуктах; контроля точности результатов измерений массовой доли азота (белка) в сое и соевых продуктах. Стандартный образец (СО) может применяться при установлении характеристик методик определения незаявленного ингредиента сои в пищевых продуктах и продовольственном сырье, методик выявления остаточных количеств пищевого аллергена – сои – в пищевых продуктах, метрологических характеристик методик измерений массовой доли сои в пищевых продуктах и продовольственном сырье; идентификации сои путем проведения контроля видоспецифичной ДНК и других методов (методик), основанных на ПЦР; для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: пищевая и сельскохозяйственная промышленность, государственный надзор (контроль), контроль пищевой продукции на соответствие ТР ТС 022/2011 (маркировка аллергенов), научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля азота, %; массовая доля белка, %.

СО представляет собой соевую муку, расфасованную по (100 ± 2) мг в вials с герметичными кримповыми крышками. Вialю снабжают этикеткой и упаковывают в полиэтиленовый пакет с замком ziplock или герметично запаянный полиэтиленовый пакет. Материал СО идентифицирован методом проверки соответствия нуклеотидной последовательности митохондриальной ДНК Glycine max (oxidase subunit I gene (COI), complete cds) и мультисеквенированием геномной ДНК Glycine max (SIRE1–13 retroelement, partial sequence), представленным в базе данных GenBank, EMBL и DDBJ.

ГСО 12394–2023**СО СОСТАВА МЯСА ИНДЕЙКИ (МП-4 СО Meleagris gallopavo)**

СО предназначен для калибровки средств измерений массовой доли азота, белка в мясе индейки, контроля точности результатов измерений массовой доли азота, белка в мясе индейки.

Стандартный образец (СО) может применяться при установлении характеристик методик определения видовой принадлежности мясных ингредиентов в готовой продукции и мясе, метрологических характеристик методик измерений массовой доли мясного ингредиента индейки в готовой продукции и мясе; для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: пищевая и сельскохозяйственная промышленность, государственный надзор (контроль), научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля азота, белка, %. СО представляет собой сухой лиофилизированный порошок, приготовленный из мяса индейки по таблице 1 в Описании типа СО, расфасован массой от 7 до 70 мг в виалы с герметичными кримповыми крышками (масса одного экземпляра СО эквивалентна 100 мг исходного продукта). Виала снабжается этикеткой и упаковывается в полиэтиленовый пакет с замком зиплок или герметично запаянный полиэтиленовый пакет.

ГСО 12395-2023

СО СОСТАВА АМОКСИЦИЛЛИНА ТРИГИДРАТА

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли амоксициллина в материалах и лекарственных средствах, в состав которых входит амоксициллин.

Стандартный образец (СО) может использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик калибровки средств измерений; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли амоксициллина в продуктах питания и продовольственном сырье, кормах для животных, объектах окружающей среды, в том числе с применением метода добавок; определения подлинности амоксициллина, входящего в состав лекарственных средств; определения чувствительности патогенных микроорганизмов к амоксициллину.

Область применения: фармацевтическая промышленность, ветеринария, осуществление мероприятий государственного контроля (надзора), пищевая промышленность, научные исследования, санитарно-эпидемиологический надзор.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля амоксициллина, %. Материалом СО является субстанция амоксициллина тригидрата, представляющая собой порошок белого или почти белого цвета. Материал СО расфасован по (110 ± 10) мг в запаянные стеклянные ампулы с этикетками.

ГСО 12396-2023

СО СОСТАВА СУЛЬФАДИАЗИНА

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли сульфадиазина в материалах и лекарственных средствах, в состав которых входит сульфадиазин.

Стандартный образец (СО) может использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик калибровки средств измерений; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли сульфадиазина в продуктах питания и продовольственном сырье, кормах для животных, объектах окружающей среды в том числе с применением метода добавок; определения подлинности сульфадиазина, входящего в состав лекарственных средств; определения чувствительности патогенных микроорганизмов к сульфадиазину.

Область применения: фармацевтическая промышленность, ветеринария, осуществление мероприятий государственного контроля (надзора), пищевая промышленность, научные исследования, санитарно-эпидемиологический надзор.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля сульфадиазина, %. Материалом СО является субстанция сульфадиазина, представляющая собой порошок или кристаллы белого, желтовато-белого или

розовато-белого цвета. Материал СО расфасован по (110 ± 10) мг в запаянные стеклянные ампулы с этикетками.

ГСО 12397-2023

СО СОСТАВА СПЛАВА ЦИРКОНИЯ (СО Э110)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений при определении массовой доли азота в сплаве циркония марки Э110 (ТУ 95 166–95) по аттестованным методикам измерений методом спектрофотометрии; других видов 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 азота, %.

СО представляет собой сплав циркония марки Э110 серо-стального цвета в виде стружки, выпускаемый АО ЧМЗ по ТУ 95 166–95, расфасованный массой по (300 ± 10) г в стеклянную банку с этикеткой и завинчивающейся крышкой.

ГСО 12398-2023

СО ДИНАМИЧЕСКИХ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ СТАЛИ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКОЙ ХОЛОДНОКАТАНОЙ ИЗОТРОПНОЙ (ДМС ИЗС СО УНИИМ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений динамических магнитных свойств образцов электротехнических сталей при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям методик измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методик калибровки; установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики при соответствии метрологических и технических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений.

СО может применяться для поверки средств измерений при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в методиках поверки средств измерений; контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа, при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям программ испытаний.

Область применения: черная металлургия и электротехническая промышленность, научные исследования, контроль качества продукции и другие отрасли.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин, применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: удельная мощность магнитных потерь (удельные магнитные потери), Руд, Вт/кг; амплитуда магнитной индукции, Вт, Тл.

СО изготовлен из стали электротехнической холоднокатаной изотропной по ГОСТ 21427.2–83, ГОСТ Р 59727–2021 и состоит из полос длиной от 280 до 500 мм; шириной $(30,0 \pm 0,2)$ мм; толщиной от 0,1 до 0,5 мм. Количество полос в стандартном образце кратно четырем, минимальное количество полос в стандартном образце – 12, половина полос нарезана вдоль направления прокатки, другая – поперёк. Площадь поперечного сечения стандартного образца от $0,3 \cdot 10^{-4}$ до $1,5 \cdot 10^{-4}$ м². На каждую полосу нанесена маркировка с указанием номера катушки аппарата Эпштейна и номера полосы в катушке. СО упакован в коробку из немагнитного материала с этикеткой. Упаковка обеспечивает защиту от ударов и механических повреждений.

ГСО 12399-2023

СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ В ВОЗДУХЕ (АиГ-ТГ-1)

СО предназначен для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик

средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе 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; передачи единицы молярной доли компонентов стандартным образцам утвержденного типа 2-го разряда.

Область применения: нефтеперерабатывающая, химическая промышленность, 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, состоящую из определяемых компонентов, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО, в газе-разбавителе воздухе. Газовая смесь находится под давлением от 1 до 10 МПа в баллоне вместимостью от 1 до 50 дм³, оборудованном латунным вентиляем типа КВ-1М, КВ-1П, КВБ-53М, ВЛ-16, вентиляем из нержавеющей стали типа ВС-16, ВС-16М, ВС-16Л или другим вентиляем с аналогичными характеристиками согласно ГОСТ Р 8.776-2011. В зависимости от компонентного состава СО в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 применяются следующие виды баллонов: баллоны из алюминиевого сплава по ТУ 1417-016-03455343-2015, ТУ 1417-017-03455343-2015, ТУ 25.29.12-002-20810646-2020; баллоны из алюминиевого сплава фирмы Luxfer; баллоны с внутренним силикатно-эмалевым покрытием по ТУ 1412-001-25932992-2016; баллоны из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949-73 (в том числе со специализированным внутренним покрытием «церезин» для приготовления и хранения газовой смеси с молярной долей оксида углерода менее 0,1 %). 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 12400-2023

СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ В ВОЗДУХЕ (Air-TT-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: нефтеперерабатывающая, химическая промышленность, 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, состоящую из определяемых компонентов, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО, в газе-разбавителе воздухе. Газовая смесь находится под давлением от 1 до 10 МПа в баллоне вместимостью от 1 до 50 дм³, оборудованном латунным вентиляем типа КВ-1М, КВ-1П, КВБ-53М, ВЛ-16, вентиляем из нержавеющей стали типа ВС-16, ВС-16М, ВС-16Л или другим вентиляем с аналогичными характеристиками согласно ГОСТ Р 8.776-2011. В зависимости от компонентного состава СО в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 применяются следующие виды баллонов:

баллоны из алюминиевого сплава по ТУ 1417-016-03455343-2015, ТУ 1417-017-03455343-2015, ТУ 25.29.12-002-20810646-2020; баллоны из алюминиевого сплава фирмы Luxfer; баллоны с внутренним силикатно-эмалевым покрытием по ТУ 1412-001-25932992-2016; баллоны из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949-73 (в том числе со специализированным внутренним покрытием «церезин» для приготовления и хранения газовой смеси с молярной долей оксида углерода менее 0,1 %). 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 12401-2023

СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ ИНЕРТНЫХ, ПОСТОЯННЫХ И УГЛЕВОДОРОДНЫХ ГАЗОВ (ИПУ-ТГ-1)

СО предназначен для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе 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; передачи единицы молярной доли компонентов стандартным образцам утвержденного типа 2-го разряда.

Область применения: нефтеперерабатывающая, химическая промышленность, 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, состоящую из определяемых компонентов, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Газовая смесь находится под давлением от 1 до 10 МПа в баллоне вместимостью от 1 до 50 дм³, оборудованном латунным вентиляем типа КВ-1М, КВ-1П, КВБ-53М, ВЛ-16, вентиляем из нержавеющей стали типа ВС-16, ВС-16М, ВС-16Л или другим вентиляем с аналогичными характеристиками согласно ГОСТ Р 8.776-2011. В зависимости от компонентного состава СО в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 применяются следующие виды баллонов: баллоны из алюминиевого сплава по ТУ 1417-016-03455343-2015, ТУ 1417-017-03455343-2015, ТУ 25.29.12-002-20810646-2020; баллоны из алюминиевого сплава фирмы Luxfer; баллоны с внутренним силикатно-эмалевым покрытием по ТУ 1412-001-25932992-2016; баллоны из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949-73 (в том числе со специализированным внутренним покрытием «церезин» для приготовления и хранения газовой смеси с молярной долей оксида углерода менее 0,1 %). 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 12402-2023

СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ ИНЕРТНЫХ, ПОСТОЯННЫХ И УГЛЕВОДОРОДНЫХ ГАЗОВ (ИПУ-ТГ-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: нефтеперерабатывающая, химическая промышленность, 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, состоящую из определяемых компонентов, приведенных в таблице 1 в Описании типа СО. Газовая смесь находится под давлением от 1 до 10 МПа в баллоне вместимостью от 1 до 50 дм³, оборудованном латунным вентилем типа КВ-1М, КВ-1П, КВБ-53М, ВЛ-16, вентилем из нержавеющей стали типа ВС-16, ВС-16М, ВС-16Л или другим вентилем с аналогичными характеристиками согласно ГОСТ Р 8.776-2011. В зависимости от компонентного состава СО в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 применяются следующие виды баллонов: баллоны из алюминиевого сплава по ТУ 1417-016-03455343-2015, ТУ 1417-017-03455343-2015, ТУ 25.29.12-002-20810646-2020; баллоны из алюминиевого сплава фирмы Luxfer; баллоны с внутренним силикатно-эмалевым покрытием по ТУ 1412-001-25932992-2016; баллоны из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949-73 (в том числе со специализированным внутренним покрытием «черезин» для приготовления и хранения газовой смеси с молярной долей оксида углерода менее 0,1 %). СО запрещается изготавливать во взрывопожароопасных концентрациях, с сочетанием компонентов, способных вступать друг с другом в химические реакции, с нестабильными 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 12403-2023

СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ В ВОДОРОДЕ (H₂-ТГ-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: нефтеперерабатывающая, химическая промышленность, 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, состоящую из определяемых компонентов – оксида углерода (СО), диоксида углерода (СО₂), метана (СН₄), кислорода (О₂), азота (N₂) – в газе-разбавителе водороде (H₂). Исходные вещества, применяемые для приготовления стандартных образцов, приведены в таблице 1 в Описании типа СО. Газовая смесь находится под давлением от 1 до 10 МПа в баллоне вместимостью от 1 до 50 дм³, оборудованном латунным вентилем типа КВ-1М, КВ-1П, КВБ-53М, ВЛ-16, вентилем из нержавеющей стали типа ВС-16, ВС-16М, ВС-16Л или другим вентилем с аналогичными характеристиками согласно ГОСТ Р 8.776-2011. В зависимости от компонентного состава СО в соответствии с тре-

бованиями ГОСТ Р 8.776-2011 применяются следующие виды баллонов: баллоны из алюминиевого сплава по ТУ 1417-016-03455343-2015, ТУ 1417-017-03455343-2015, ТУ 25.29.12-002-20810646-2020; баллоны из алюминиевого сплава фирмы Luxfer; баллоны с внутренним силикатно-эмалевым покрытием по ТУ 1412-001-25932992-2016; баллоны из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949-73 (в том числе со специализированным внутренним покрытием «черезин» для приготовления и хранения газовой смеси с молярной долей оксида углерода менее 0,1 %). 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 12404-2023

СО СТАЛИ ЛЕГИРОВАННОЙ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКОЙ (ИСО С9)

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

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

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

Способ аттестации: межлабораторный эксперимент, сравнение со стандартным образцом.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов, %.

Материал СО приготовлен из стали легированной электротехнической анизотропной (ГОСТ 32482-2013, ГОСТ 21427.4-78) в виде неокисленной стружки толщиной не более 0,4 мм (ГОСТ 7565-81, ГОСТ Р ИСО 14284-2009). Материал расфасован по (100-300) г в банки, на которые наклеены этикетки. Банки упакованы в коробки с этикетками.

ГСО 12405-2023

СО УДЕЛЬНОЙ ЭНЕРГИИ (ТЕПЛОТЫ) СГОРАНИЯ НЕФТЕПРОДУКТОВ (СО УЭС-ПА-1)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений удельной высшей и низшей энергии (теплоты) сгорания нефтепродуктов по ГОСТ 21261-2021, ГОСТ 34210-2017, ASTM D240 19, ГОСТ 33299-2015, ASTM D4809-18; аттестации и валидации методик измерений высшей и низшей удельной энергии (теплоты) сгорания нефтепродуктов; 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 методики измерений.

Область применения: нефтехимическая, нефтеперерабатывающая, химическая промышленность.

Способ аттестации: межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО: удельная высшая энергия (теплота) сгорания, кДж/кг; удельная низшая энергия (теплота) сгорания, кДж/кг.

СО представляет собой стабилизированное реактивное топливо, расфасованное во флакон с этикеткой, закрытый полиэтиленовой пробкой с плотно завинчивающейся крышкой, объем материала во флаконе не менее 50 см³ или не менее 100 см³.

ГСО 12406–2024/ГСО 12408–2024

СО СОСТАВА И СВОЙСТВ ГЛИНОЗЁМА МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОГО МАРКИ Г-00 (набор СО РУСАЛ Гл)

СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений состава и свойств глинозёма, установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартных образцов требованиям методики измерений.

СО могут применяться для поверки (калибровки) средств измерений при условии соответствия метрологических характеристик стандартного образца требованиям соответствующих методик поверки (калибровки), а также для других видов метрологического контроля.

Область применения: выполнение работ по оценке соответствия промышленной продукции и продукции других видов; цветная металлургическая, химическая и др. промышленность.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин, межлабораторный эксперимент, применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля компонентов, %; массовая доля воды и летучих веществ (потеря массы при прокаливании при (300–1 100) °С), %; массовая доля частиц размером менее 20, 45, 125, 145 мкм, %; удельная поверхность, м²/г; угол естественного откоса, °; насыпная плотность, г/см³.

Материалом СО является глинозём металлургический марки Г-00, сведения о производителе материала СО указаны в таблице 1 Описания типа СО. СО представляет собой порошок серого цвета размером частиц не более 0,2 мм, расфасованный не менее 100 г в пластмассовые банки с завинчивающейся крышкой, с этикеткой. Количество типов СО в наборе – 3.

ГСО 12409–2024

СО СОСТАВА ДРОТАВЕРИНА ГИДРОХЛОРИДА (МЗЗ-167)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли дротаверина гидрохлорида в материалах и лекарственных средствах. СО может использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; калибровки средств измерений при условии соответствия требованиям методик калибровки; характеристики стандартных образцов, материалов.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, ветеринарная промышленность, охрана окружающей среды, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля дротаверина гидрохлорида, %.

СО представляет собой субстанцию дротаверина гидрохлорида, кристаллический порошок от светло-желтого с зеленоватым оттенком до желтого с зеленоватым оттенком цвета, расфасованный массой от 100 до 500 мг во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в зиплок-пакет. Флакон и зиплок-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12410–2024/ГСО 12416–2024

СО СОСТАВА БАББИТОВ СВИНЦОВЫХ (набор VSB16.2)

СО предназначены для контроля точности результатов измерений массовой доли элементов при определении состава баббитов свин-

цовых (ГОСТ 1320–74) спектральными и химическими методами анализа; 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.

Область применения: металлургия.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов, %.

Материал СО получают методом плавления из свинца марки С1 (ГОСТ 3778–98), сурьмы марки Су000 (ГОСТ 1089–82), олова высокой чистоты марки ОВЧ-0000 (ТУ 48–0220–39–90), меди марки М00 (ГОСТ 859–2001), висмута марки Ви-00 (ГОСТ 10928–90), серебра марки СрА-1 (ГОСТ 28595–90), кадмия марки Кд0А (ГОСТ 1467–93) с введением примесей в виде двойных лигатур на основе свинца, олова, меди и цинка. СО представляют собой цилиндры диаметром (40–50) 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. Набор состоит из семи экземпляров.

ГСО 12417–2024

СО ИЗОТОПНОГО СОСТАВА КРИПТОНА (ИСК-ВНИИМ-ЭС)

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: газовая, химическая промышленность, экология, научные исследования.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: молярная доля компонента, %. Стандартный образец (далее – СО) представляет собой криптон газобразный, имеющий в своем составе изотопы криптон-78 (⁷⁸Kr), криптон-80 (⁸⁰Kr), криптон-82 (⁸²Kr), криптон-83 (⁸³Kr), криптон-84 (⁸⁴Kr), криптон-86 (⁸⁶Kr). Газ находится под давлением от 1 до 15 МПа в баллоне из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949–73; или баллоне из алюминиевого сплава по ТУ 1411-016-03455343-2015, ТУ 1411-001-20810646-2015, ТУ 25.29.12-002-20810646-2020; или баллоне из алюминиевого сплава AA6061 (Luxfer) вместимостью от 1 до 50 дм³ с латунным вентилям типа KB-1M, KB-1P, KB5-53M, VL-16 или вентилям из нержавеющей стали типа BC-16, BC-16L, BC-16M. Исходные вещества, применяемые для приготовления СО, приведены в таблице 1 Описания типа СО.

ГСО 12418–2024

СО СОСТАВА БЕНЗАТИНА БЕНЗИЛПЕНИЦИЛЛИНА (В ФОРМЕ ТЕТРАГИДРАТА) (ГИЛС – Бензатина бензилпенициллин)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли бензатина бензилпенициллина в субстанции бензатина бензилпенициллина тетраги-

драта, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит бензатина бензилпенициллин.

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 бензатина бензилпенициллина, %.

СО представляет собой субстанцию бензатина бензилпенициллина тетрагидрата, белый или почти белый порошок, расфасованный по 200 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12419-2024

СО СОСТАВА МЕФЛОХИНА ГИДРОХЛОРИДА (ГИЛС – Мефлохин)

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

СО представляет собой субстанцию мефлохина гидрохлорида, белого или светло-желтого цвета кристаллический порошок, расфасованный по 100 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12420-2024/ГСО 12421-2024

СО СОСТАВА МУКИ ДЛЯ МАКАРОННЫХ ИЗДЕЛИЙ (набор ММИ-1 СО УНИИМ)

СО предназначены для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли азота и белка в муке для макаронных изделий.

СО могут использоваться при установлении и контроле стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; при выявлении наличия и последующем количественном определении муки из мягкой пшеницы в муке из твердой пшеницы для макаронных изделий и изделий макаронных в соответствии с методиками (методами) измерений, основанными на электрофорезе и иммуноферментном анализе; для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: пищевая промышленность, оценка соответствия пищевой продукции обязательным требованиям, научные исследования.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля азота, %; массовая доля белка, %.

СО представляют собой муку для макаронных изделий, изготовленную АО «МАКФА» из пшеницы по таблице 1 Описания типа СО, измельченную до частиц с крупностью не более 0,2 мм, расфасованную по (2–5) г в двойные герметичные полиэтиленовые или металлизированные пакеты с этикеткой. Количество типов СО в наборе – 2.

ГСО 12422-2024/ГСО 12423-2024

СО СОСТАВА МАКАРОННЫХ ИЗДЕЛИЙ (набор МИ-1 СО УНИИМ)

СО предназначены для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли азота и белка в макаронных изделиях.

СО могут использоваться при установлении и контроле стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений; при выявлении наличия и последующем количественном определении муки из мягкой пшеницы в изделиях макаронных методами электрофореза и иммуноферментного анализа в соответствии с ГОСТ 31750–2012 и другими аттестованными в установленном порядке методами (методиками) измерений; для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: пищевая промышленность, оценка соответствия пищевой продукции обязательным требованиям, научные исследования.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля азота, %; массовая доля белка, %.

Материалами СО являются макаронные изделия в форме вермишели кремового (желтоватого) цвета, изготовленные ФГАНУ «НИИХП». Сведения о об исходных материалах и материалах СО указаны в таблице 1 Описания типа СО. Материалы СО расфасованы по (2–5) г в двойные герметичные полиэтиленовые или металлизированные пакеты с этикеткой. Количество типов СО в наборе – 2.

ГСО 12424-2024

СО ЧУГУНА ЛЕГИРОВАННОГО ТИПА ЧНХМД (ИСО Ч49)

СО предназначен для аттестации, валидации и верификации методик измерений, контроля точности результатов измерений, установления и контроля стабильности градуировочных характеристик при определении состава чугунов легированных спектральными методами. СО может применяться для проверки средств измерений при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках проверки средств измерений; для калибровки средств измерений при условии соответствия его метрологических и технических характеристик требованиям методик калибровки; для испытаний средств измерений и стандартных образцов в целях утверждения типа при условии соответствия его метрологических характеристик требованиям программ испытаний.

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

Способ аттестации: межлабораторный эксперимент, сравнение со стандартным образцом.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов, %.

Материал СО приготовлен из чугуна легированного типа ЧНХМД (ГОСТ 7769–82) в виде монолитных экзemplяров в форме усеченной четырехгранной пирамиды высотой (20–25) мм, со стороны верхнего основания (28–35) мм, нижнего – (32–38) мм (ГОСТ 7565–81, ГОСТ Р ИСО 14284–2009).

ГСО 12425–2024**СО МАССОВОЙ ДОЛИ ЗОЛЫ (ЗОЛЬНОСТИ) В НЕФТЕПРОДУКТАХ (ЗЛ-0,1-ЭК)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли золы (зольности) в нефти и нефтепродуктах по ГОСТ 1461–75, ГОСТ 28583–90 (ИСО 6245–82), ГОСТ 34193–2017, ГОСТ ISO 6245–2016, ASTM D482–19.

Область применения: нефтяная, нефтеперерабатывающая, химическая промышленность.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля золы (зольность), %.

Материал СО представляет собой раствор 2-этилгексаноата цинка в смеси жидких углеводородов, расфасованный объемом не менее 40 см³, 100 см³, 250 см³ во флаконы из темного стекла с завинчивающейся крышкой и этикеткой.

ГСО 12426–2024**СО МАССОВОЙ ДОЛИ ЗОЛЫ (ЗОЛЬНОСТИ) В НЕФТЕПРОДУКТАХ (ЗЛ-0,02-ЭК)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли золы (зольности) в нефти и нефтепродуктах по ГОСТ 1461–75, ГОСТ 28583–90 (ИСО 6245–82), ГОСТ 34193–2017, ГОСТ ISO 6245–2016, ASTM D482–19.

Область применения: нефтяная, нефтеперерабатывающая, химическая промышленность.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля золы (зольность), %.

Материал СО представляет собой раствор 2-этилгексаноата цинка в смеси жидких углеводородов, расфасованный объемом не менее 40 см³, 100 см³, 250 см³ во флаконы из темного стекла с завинчивающейся крышкой и этикеткой.

ГСО 12427–2024**СО МАССОВОЙ ДОЛИ ЗОЛЫ (ЗОЛЬНОСТИ) В НЕФТЕПРОДУКТАХ (ЗЛ-0,003-ЭК)**

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли золы (зольности) в нефти и нефтепродуктах по ГОСТ 1461–75, ГОСТ 28583–90 (ИСО 6245–82), ГОСТ 34193–2017, ГОСТ ISO 6245–2016, ASTM D482–19.

Область применения: нефтяная, нефтеперерабатывающая, химическая промышленность.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля золы (зольность), %.

Материал СО представляет собой раствор 2-этилгексаноата цинка в смеси жидких углеводородов, расфасованный объемом не менее 40 см³, 100 см³, 250 см³ во флаконы из темного стекла с завинчивающейся крышкой и этикеткой.

ГСО 12428–2024**СО МУТНОСТИ ВОДЫ (ФОРМАЗИНОВАЯ СУСПЕНЗИЯ) (МФ-ЭК)**

СО предназначен для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений (СИ) при соответствии метрологических характеристик стандартного образца (СО) требованиям методики измерений; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений мутности питьевой, природной и сточных вод по ГОСТ Р 57164–2016, ПНД Ф 14.1:2:3:4.213–05, ISO 7027–1:2016, ASTM D7315–17.

СО может применяться для проверки СИ при условии соответствия СО обязательным требованиям, установленным в методиках проверки СИ; для калибровки СИ при условии соответствия СО обязательным требованиям, установленным в методиках калибровки СИ; для испытаний СИ в целях утверждения типа при условии соответствия

их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в программах испытаний СИ в целях утверждения типа.

Область применения: санэпиднадзор, охрана окружающей среды, здравоохранение, испытания и контроль качества продукции.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: мутность (по формазиновой шкале), единица мутности по формазину (ЕМФ).

Материал СО представляет собой формазиновую суспензию, расфасованную объемом не менее 5 см³ в запаянные стеклянные ампулы. Ампулы упакованы в блистерный футляр, помещенный в картонную коробку. На ампулы и картонную коробку наклеиваются этикетки.

ГСО 12429–2024**СО МАССОВОЙ ДОЛИ СЕРЫ В ДИЗЕЛЬНОМ ТОПЛИВЕ (СДТ-М-ЭК)**

СО предназначен для установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений (СИ), предназначенных для определения массовой доли серы в дизельном топливе рентгенофлуоресцентным методом и методом ультрафиолетовой флуоресценции; аттестации методик измерений массовой доли серы в дизельном топливе.

СО может применяться для контроля точности результатов измерений массовой доли серы в дизельном топливе при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО требованиям методик измерений; для проверки средств измерений при условии соответствия СО обязательным требованиям, установленным в методиках проверки СИ; для испытаний СИ в целях утверждения типа при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в программах испытаний СИ в целях утверждения типа.

Область применения: нефтяная, нефтеперерабатывающая, химическая промышленность.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля серы, млн⁻¹ (мг/кг). Материал СО представляет собой дизельное топливо марки ДТ-Л-К5 по ГОСТ 32511–2013, расфасованное объемом не менее 50 см³, 100 см³ во флаконы из темного стекла с завинчивающейся крышкой с этикеткой или объемом не менее 5 см³ в запаянные стеклянные ампулы с этикеткой.

ГСО 12430–2024/ГСО 12438–2024**СО МАССОВОЙ ДОЛИ СЕРЫ В ДИЗЕЛЬНОМ ТОПЛИВЕ (набор СДТ-ЭК)**

СО предназначены для установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений (СИ), предназначенных для определения массовой доли серы в дизельном топливе рентгенофлуоресцентным методом и методом ультрафиолетовой флуоресценции; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли серы в дизельном топливе рентгенофлуоресцентным методом по ГОСТ Р 51947–2002, ГОСТ Р 50442–92, ГОСТ Р 53203–2008, ГОСТ ISO 8754–2013, ГОСТ ISO 14596–2016, ГОСТ 32139–2019, ASTM D2622–21, ASTM D4294–21, ГОСТ Р 52660–2006 (ЕН ИСО 20884:2011), ГОСТ ISO 20884–2016, ГОСТ ISO 13032–2014, ГОСТ Р ЕН ИСО 20847–2010, ГОСТ 33194–2014 и методом ультрафиолетовой флуоресценции по ГОСТ Р 56342–2015, ГОСТ Р 56341–2015, ГОСТ ISO 20846–2016, ASTM D5453–19a.

СО могут применяться для проверки средств измерений при условии соответствия СО обязательным требованиям, установленным в методиках проверки СИ; для испытаний СИ в целях утверждения типа при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в программах испытаний СИ в целях утверждения типа.

Область применения: нефтяная, нефтеперерабатывающая, химическая промышленность.

Способ аттестации: расчетно-экспериментальный.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля серы, млн⁻¹ (мг/кг).

Материалы СО представляют собой растворы серосодержащего вещества (дибутилдисульфида или дибутилсульфида) в дизельном топливе, расфасованные объемом не менее 50 см³, 100 см³ во флаконы из темного стекла с завинчивающейся крышкой с этикеткой или объемом не менее 5 см³ в запаянные стеклянные ампулы с этикеткой. Количество типов СО в наборе – 9.

ГСО 12439-2024

СО ПЕРМАНГАНТНОЙ ОКИСЛЯЕМОСТИ ВОДЫ (ПО-СХ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений перманганатной окисляемости природной, сточной и питьевой вод, контроля метрологических характеристик средств измерений при испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

СО может применяться для установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики калибровки.

Область применения: охрана окружающей среды и гидрометеорология.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: перманганатная окисляемость (массовая концентрация кислорода, необходимого для полного окисления всех органических и неорганических веществ в 1 см³ воды), мг/см³ (мг/дм³).

СО представляет собой раствор натрия щавелевокислого в дистиллированной воде. СО расфасован в стеклянные флаконы с уплотнительной пробкой и герметичной крышкой или в запаянные стеклянные ампулы. Объем экземпляра СО в ампуле или флаконе не менее 5 см³. Каждый флакон или ампула снабжается этикеткой и помещается в картонную коробку.

ГСО 12440-2024

СО СОСТАВА БИПЕРИДЕНА (БИПЕРИДЕНА ГИДРОХЛОРИДА)

(ГИЛС – Бипериден)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли биперидена гидрохлорида в субстанции биперидена гидрохлорида, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит биперидена 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 биперидена гидрохлорида, %.

СО представляет собой субстанцию биперидена гидрохлорида, 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 12441-2024

СО СОСТАВА КЛОМИПРАМИНА (КЛОМИПРАМИНА ГИДРОХЛОРИДА)

(ГИЛС – Кломипрамин)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли кломипрамина гидрохлорида в субстанции кломипрамина гидрохлорида, фармацев-

тических препаратах и материалах, в состав которых входит кломипрамина 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 кломипрамина гидрохлорида, %.

СО представляет собой субстанцию кломипрамина гидрохлорида, белый или почти белый с желтоватым оттенком 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 12442-2024

СО СОСТАВА ПАПАВЕРИНА ГИДРОХЛОРИДА (МЗЗ-130)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли папаверина 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; характеристизации стандартных образцов, материалов.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, ветеринарная промышленность, охрана окружающей среды, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля папаверина гидрохлорида, %.

СО представляет собой субстанцию папаверина гидрохлорида, белый или почти белый кристаллический порошок либо белые или почти белые кристаллы, расфасованные массой от 100 до 500 мг во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в зиплок-пакет. Флакон и зиплок-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12443-2024

СО СОСТАВА ЛИМОННОЙ КИСЛОТЫ МОНОГИДРАТА (МЗЗ-174)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли лимонной кислоты в материалах, лекарственных средствах, продуктах питания и пищевом сырье.

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; характеристизации стандартных образцов, материалов.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, пищевая промышленность, ветеринарная промышленность, охрана окружающей среды, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля лимонной кислоты, %.

СО представляет собой субстанцию лимонной кислоты моногидрата, белый или почти белый кристаллический порошок, бесцветные кри-

сталлы или гранулы, расфасованные массой от 100 до 500 мг во флаконы из стекла объемом 10 см³ с обжимными колпачками, помещенные в зиплок-пакет. Флакон и зиплок-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12444-2024

СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ЧЕТЫРЕХХЛОРИСТОМ УГЛЕРОДЕ (СО УНИИМ ТСН)

СО предназначен для установления и контроля стабильности калибровочной (градуировочной) характеристики, калибровки средств измерений, используемых для измерения массовой концентрации нефтепродуктов в объектах окружающей среды методом ИК-спектрометрии.

СО может быть использован для аттестации методик измерений и контроля точности измерений результатов измерений массовой концентрации нефтепродуктов в объектах окружающей среды методом ИК-спектрометрии; для поверки средств измерений при условии соответствия СО обязательным требованиям, установленным в методиках поверки средств измерений.

Область применения: охрана окружающей среды.

Способ аттестации: расчетно-экспериментальный.

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

Материалом СО является раствор смеси нефтепродуктов в четыреххлористом углероде. Состав смеси нефтепродуктов: изооктан (ГСО 7323-96) – 37,5 %; н-гексадекан (ГСО 11731-2021) – 37,5 %; бензол (ГСО 11988-2022) – 25 %. Материал СО расфасован по 3 см³ или по 5 см³ в стеклянные ампулы. Каждый экземпляр СО имеет этикетку.

ГСО 12445-2024

СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ, СОДЕРЖАЩЕЙ МЕТАН (СН₄-ГТТ-1)

СО предназначен для поверки, калибровки, установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик

средств измерений при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

Область применения: нефтеперерабатывающая, химическая промышленность, контроль технологических процессов, атмосферного воздуха и промышленных выбросов.

Способ аттестации: расчетно-экспериментальный.

Аттестованная характеристика СО: объемная доля компонента, %. Стандартный образец (далее – СО) представляет собой искусственную газовую смесь, состоящую из определяемого компонента метана (СН₄) и газа-разбавителя воздуха, азота (N₂), гелия (He) или аргона (Ar). Исходные вещества, применяемые для приготовления стандартного образца, приведены в таблице 1 в Описании типа СО. Газовая смесь находится под давлением от 5 до 10 МПа в баллоне вместимостью от 1 до 50 дм³, оборудованном латунным вентилям типа KB-1M, KB-1P, KBB-53M, VL-16, вентилям из нержавеющей стали типа BC-16, BC-16M, BC-16L или другим вентилям с аналогичными характеристиками. В соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.776-2011 применяются следующие виды баллонов: баллоны из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949-73 вместимостью от 1 до 50 дм³; баллоны из нержавеющей стали по ТУ 14-3-429-75, ТУ 14-3-298-74 вместимостью от 1 до 40 дм³; баллоны безосколочные металлокомпозитные (внутренний лейнер из нержавеющей стали) по ТУ 7551-004-23204567-01, ТУ 7551-002-23204567-01, ТУ 7551-003-23204567-01 вместимостью от 1 до 9 дм³; баллоны малолитражные алюминиевые по ТУ 1411-001-20810646-2015, ТУ 1417-016-03455343-2015, ТУ 1417-017-03455343-2015, ТУ 25.29.12-002-20810646-2020 вместимостью от 1 до 10 дм³; баллоны алюминиевые Luxfer вместимостью от 1 до 50 дм³. Запрещается изготавливать СО во взрывопожароопасных концентрациях. Значение объемной доли метана в смеси с воздухом в СО не должно превышать 2,5 %.

СВЕДЕНИЯ О СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦАХ УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ, В КОТОРЫЕ БЫЛИ ВНЕСЕНЫ ИЗМЕНЕНИЯ В ЧАСТИ СРОКА ДЕЙСТВИЯ УТВЕРЖДЕННОГО ТИПА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА

В. В. Сулова

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

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

Решение о внесении изменений в сведения об утвержденном типе СО принимается Росстандартом в форме приказа с продлением срока действия на последующие 5 лет с даты окончания действия утвержденного типа СО.

СО утвержденного типа, в сведения о которых внесены изменения в части срока действия СО с середины 2023 по начало 2024 года, представлены в таблице.

¹ Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 № 2905 «Об утверждении порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, порядка утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений, внесения изменений в сведения о них, порядка выдачи сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, формы сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений и порядка их нанесения».

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

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до
<i>Приказ Росстандарта № 1193 от 08.06.2023</i>			
ГСО 11144–2018/ ГСО 11147–2018	СО состава каши зерновой сухой для детского питания (набор КС-1СО УНИИМ)	серийное	01.11.2029
ГСО 11168–2018	СО состава восстановленного молока (ВМ СО УНИИМ)	серийное	29.12.2029
ГСО 9311–2009	СО массовой концентрации свинца бензинах (КСБ-1)	серийное	07.09.2029
ГСО 10435–2014	СО давления насыщенных паров газожидкостной равновесной системы (углеводороды) (ДНП-2)	серийное	07.09.2029
ГСО 10436–2014	СО давления насыщенных паров газожидкостной равновесной системы (углеводороды) (ДНП-3)	серийное	07.09.2029
ГСО 10437–2014	СО давления насыщенных паров газожидкостной равновесной системы (углеводороды) (ДНП-4)	серийное	07.09.2029
ГСО 10438–2014	СО давления насыщенных паров газожидкостной равновесной системы (углеводороды) (ДНП-5)	серийное	07.09.2029
ГСО 10439–2014	СО давления насыщенных паров газожидкостной равновесной системы (углеводороды) (ДНП-6)	серийное	20.09.2029
ГСО 10778–2016	СО массовой доли полициклических ароматических углеводородов в дизельном топливе (ИНТЕГРСО МД ПОЛИ АУ-1)	серийное	20.09.2029
ГСО 10779–2016	СО массовой доли полициклических ароматических углеводородов в дизельном топливе (ИНТЕГРСО МД ПОЛИ АУ-2)	серийное	07.09.2029
ГСО 7141–95М	СО состава растворов бензола в метаноле(набор 4/ОР)	серийное	29.06.2029
ГСО 7142–95М	СО состава растворов хлорбензола в метаноле (набор 5/ОР)	серийное	29.06.2029
ГСО 7334–96/ 7336–96	СО состава растворов четыреххлористого углерода в метаноле (набор 7/ОР)	серийное	29.06.2029
<i>Приказ Росстандарта № 1346 от 29.06.2023</i>			
ГСО 11132–2018	СО массовых долей элементов в наноструктурированном катализаторе (СО-ЭКОАЛЬЯНС-1)	серийное	05.09.2029
ГСО 11133–2018	СО массовых долей элементов в наноструктурированном катализаторе (СО-ЭКОАЛЬЯНС-2)	серийное	05.09.2029
<i>Приказ Росстандарта № 1347 от 29.06.2023</i>			
ГСО 8455–2003	СО состава концентрата сиенитового алюмощелочного	единичное	31.10.2043
<i>Приказ Росстандарта № 1417 от 07.07.2023</i>			
ГСО 8522–2004	СО поверхностной плотности цинкового покрытия на стали (комплект ПП-2-Ц/Ст)	серийное	21.08.2029
ГСО 9274–2008	СО поверхностной плотности цинковой пленки на стали (комплект Zn/Fe)	серийное	21.08.2029
<i>Приказ Росстандарта № 1514 от 28.07.2023</i>			
ГСО 10286–2013	СО состава баббитов оловянных (комплект VSB83)	единичное	02.09.2031
ГСО 10487–2014	СО состава баббита свинцового марки Б16 (комплект VSB16)	единичное	02.06.2032

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до
<i>Приказ Росстандарта № 1515 от 28.07.2023</i>			
ГСО 7272–96	СО состава водного раствора ионов металлов РМ-2 (железо, никель, свинец, марганец, цинк)	серийное	01.11.2029
ГСО 7324–96	СО состава водного раствора ионов металлов РМ-1 (титан, молибден, сурьма)	серийное	01.11.2029
ГСО 7325–96	СО состава водного раствора ионов металлов РМ-3 (алюминий, мышьяк, кадмий, кобальт, хром, медь)	серийное	01.11.2029
ГСО 7423–97	СО состава тетрахлорэтилена	серийное	23.10.2029
ГСО 7436–98	СО состава водного раствора хлорид-ионов (40А)	серийное	23.10.2029
ГСО 7437–98	СО состава водного раствора сульфат-ионов (41А)	серийное	23.10.2029
ГСО 8362–2003	СО состава раствора додецилсульфата натрия (43А)	серийное	23.10.2029
ГСО 9283–2008	СО общей минерализации воды	серийное	01.11.2029
ГСО 9284–2008	СО общей жесткости воды	серийное	01.11.2029
<i>Приказ Росстандарта № 1890 от 13.09.2023</i>			
ГСО 718–83П	СО ферробора типа ФБ20 (Ф21)	серийное	01.11.2029
ГСО 1302–93П	СО чугуна передельного типа П2 (Ч1)	серийное	01.11.2029
ГСО 1690–93П	СО чугуна литейного типа Л6 (Ч4)	серийное	01.11.2029
ГСО 3273–91/ 3278–91П	СО сталей легированных типа Р9К5 (комплект СО ЛГ21-ЛГ26)	серийное	01.11.2029
ГСО 8424–2003	СО чугуна легированного типа ЧХ16 (Ч18)	серийное	01.11.2029
ГСО 9099–2008	СО шлака доменного (Ш14)	серийное	01.11.2029
<i>Приказ Росстандарта № 1925 от 18.09.2023</i>			
ГСО 8608–2004	СО состава оксида меди (комплект ОМ)	единичное	31.12.2033
ГСО 10314–2013	СО состава кобальта (ЭКО-1)	единичное	01.12.2033
<i>Приказ Росстандарта № 2041 от 28.09.2023</i>			
ГСО 2216–81	СО состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия) 1-го разряда	серийное	20.09.2029
ГСО 3219–85	СО состава натрия щавелевокислого 1-го разряда	серийное	01.11.2029
ГСО 10237–2013	СО массовой концентрации иммуноглобулинов класса G к бактерии <i>Treponema pallidum</i> в сыворотке, плазме крови человека (<i>Treponema pallidum</i> -IgG)	серийное	29.06.2029
ГСО 10280–2013	СО массовой концентрации антигена HBsAg вируса гепатита В в сыворотке, плазме крови человека (HBsAg ВГВ)	серийное	29.06.2029
ГСО 10281–2013	СО массовой концентрации антигена р24 вируса иммунодефицита человека первого типа в сыворотке, плазме крови человека (р24 ВИЧ-1)	серийное	29.06.2029
<i>Приказ Росстандарта № 2213 от 19.10.2023</i>			
ГСО 10352–2013	СО состава никеля (НСУ-1)	единичное	01.01.2029
ГСО 10393–2014	СО состава никеля (НКП-1)	единичное	01.01.2034

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до
<i>Приказ Росстандарта № 2214 от 19.10.2023</i>			
ГСО 11113–2018	СО состава искусственной газовой смеси на основе постоянных и углеводородных газов (ПУ-Т-1)	серийное	13.07.2029
ГСО 10398–2014	СО цетанового числа дизельного топлива(СО ЦЧ-ПА)	серийное	28.01.2029
ГСО 10399–2014	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (СО МСН-ПА)	серийное	28.01.2029
ГСО 10400–2014	СО pH водной вытяжки нефтепродуктов (СО ВКЩ-ПА)	серийное	28.01.2029
ГСО 11272–2019	СО массовой доли сульфатной золы нефтепродуктов (СО СЗН-ПА)	серийное	28.01.2029
<i>Приказ Росстандарта № 2215 от 19.10.2023</i>			
ГСО 81–88П	СО шамота типа ШЧС-30 (К2)	серийное	19.12.2029
ГСО 2527–83	СО полупродукта глиноземистого типа ХПГ70 (Ш12)	серийное	19.12.2029
ГСО 4302–88	СО карбида кремния типа КК (К9)	серийное	19.12.2029
ГСО 6507–92	СО оксида железа (III) типа МР-1 (Р26)	серийное	19.12.2029
ГСО 8422–2003	СО окатышей железорудных офлюсованных (Р28)	серийное	19.12.2029
ГСО 8423–2003	СО окатышей железорудных нефлюсованных (Р29)	серийное	19.12.2029
ГСО 8456–2003	СО сталей легированных типов 12Х25Н16Г7АР, 10Х14АГ15, 40Х15Н7Г7Ф2МС, 10Х14Г14Н4Т, 08Х18Г8Н2Т (комплект СО РГ19 – РГ23)	серийное	19.12.2029
ГСО 8457–2003	СО чугунов магниевых типов АЧВ-1, АЧВ-2 (комплект СО ЧМ5 – ЧМ8)	серийное	19.12.2029
ГСО 8458–2003	СО стали легированной типа 40Х13 (С60)	серийное	19.12.2029
ГСО 9110–2008	СО стали легированной типа ШХ15 (7–6)	серийное	19.12.2029
<i>Приказ Росстандарта № 2319 от 03.11.2023</i>			
ГСО 8888–2007	СО состава пестицида альфа-ГХЦГ	серийное	28.01.2029
ГСО 8890–2007	СО состава пестицида гамма-ГХЦГ (линдана)	серийное	28.01.2029
ГСО 8891–2007	СО состава пестицида 4,4'-ДДД	серийное	28.01.2029
ГСО 8892–2007	СО состава пестицида 4,4'-ДДТ	серийное	28.01.2029
ГСО 8893–2007	СО состава пестицида 4,4'-ДДЭ	серийное	28.01.2029
ГСО 8069–94	СО коксучемости нефтепродуктов (КК-1)	серийное	20.02.2029
ГСО 8070–94	СО коксучемости нефтепродуктов (КК-2)	серийное	20.02.2029
ГСО 8072–94	СО коксучемости нефтепродуктов (КК-4)	серийное	20.02.2029
ГСО 8385–2003	СО кислотного числа нефтепродуктов (КЧ-1)	серийное	20.02.2029
ГСО 8386–2003	СО кислотного числа нефтепродуктов (КЧ-2)	серийное	20.02.2029
ГСО 8428–2003	СО кислотности нефтепродуктов (К-1)	серийное	13.02.2029
ГСО 8638–2004	СО pH водной вытяжки нефтепродуктов (ВКЩ)	серийное	13.02.2029
ГСО 8829–2006	СО pH водной вытяжки нефтепродуктов (ВКЩ-2)	серийное	13.02.2029

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до
ГСО 9279–2008	СО состава раствора глюкозы и лактата (РГЛ-1)	серийное	14.02.2029
ГСО 9280–2008	СО состава раствора глюкозы и лактата (РГЛ-2)	серийное	14.02.2029
ГСО 9281–2008	СО состава раствора глюкозы и лактата (РГЛ-3)	серийное	14.02.2029
<i>Приказ Росстандарта № 2526 от 28.11.2023</i>			
ГСО 9234–2008	СО состава концентрата магнитных ценосфер (КМЦ-1)	единичное	31.01.2036
ГСО 9235–2008	СО состава концентрата магнитных ценосфер (КМЦ-2)	единичное	31.01.2036
ГСО 9236–2008	СО состава концентрата магнитных микросфер (КММ-1)	единичное	31.01.2036
ГСО 9237–2008	СО состава золы уноса угля КАТЭКа (ЗУК-2)	единичное	31.01.2036
<i>Приказ Росстандарта № 2594 от 04.12.2023</i>			
ГСО 968–93П	СО стали легированной типа 37Х12Н8Г8МФБ (С31)	серийное	18.01.2029
ГСО 1414–92П	СО стали углеродистой типа 40 (У4)	серийное	18.01.2029
ГСО 2381–82	СО феррофосфора типа ФФ16 (Ф28)	серийное	18.01.2029
ГСО 9289–2009	СО сталей углеродистых и легированных типов 60С2Г, К78ХСФ, 30Л, 55С2, 70С2ХА (комплект СО УГ87-УГ92)	серийное	18.01.2029
ГСО 7398–97	СО фракционного состава нефти и нефтепродуктов (СРМ 1310–010–010301)	серийное	13.02.2029
ГСО 7895–2001	СО температуры плавления кофеина	серийное	14.02.2029
ГСО 9260–2008	СО массовой доли воды в нефтепродуктах (ВН-0,1-НС)	серийное	23.10.2029
ГСО 9261–2008	СО массовой доли воды в нефтепродуктах (ВН-0,5-НС)	серийное	23.10.2029
ГСО 9262–2008	СО массовой доли воды в нефтепродуктах (ВН-1,0-НС)	серийное	23.10.2029
ГСО 11169–2018	СО предельной температуры фильтруемости дизельного топлива на холодном фильтре (ПТФ-10-НС)	серийное	29.12.2029
ГСО 11170–2018	СО предельной температуры фильтруемости дизельного топлива на холодном фильтре (ПТФ-20-НС)	серийное	29.12.2029
ГСО 11171–2018	СО предельной температуры фильтруемости дизельного топлива на холодном фильтре (ПТФ-30-НС)	серийное	29.12.2029
ГСО 11172–2018	СО предельной температуры фильтруемости дизельного топлива на холодном фильтре (ПТФ-40-НС)	серийное	29.12.2029
ГСО 11173–2018	СО температур текучести и застывания нефтепродуктов (ТТЗ-10-НС)	серийное	29.12.2029
ГСО 11174–2018	СО температур текучести и застывания нефтепродуктов (ТТЗ-20-НС)	серийное	29.12.2029
ГСО 11175–2018	СО температур текучести и застывания нефтепродуктов (ТТЗ-30-НС)	серийное	29.12.2029
ГСО 11176–2018	СО температур текучести и застывания нефтепродуктов (ТТЗ-40-НС)	серийное	29.12.2029
ГСО 11177–2018	СО температур текучести и застывания нефтепродуктов (ТТЗ-50-НС)	серийное	29.12.2029
ГСО 8577–2004	СО самовоспламеняемости дизельных топлив (цетанового числа) (ЦЧ-1)	серийное	26.03.2029
ГСО 8931–2008	СО самовоспламеняемости (цетанового числа) первичного эталонного топлива (ЦЧ ПЭТ-1)	серийное	26.03.2029

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до
ГСО 8932–2008	СО самовоспламеняемости (цетанового числа) первичного эталонного топлива (ЦЧ ПЭТ-2)	серийное	26.03.2029
ГСО 11293–2019	СО массовой концентрации хлористых солей в нефти (имитатор) (ХС-1)	серийное	25.03.2029
ГСО 11294–2019	СО массовой концентрации хлористых солей в нефти (имитатор) (ХС-2)	серийное	25.03.2029
ГСО 11295–2019	СО массовой концентрации хлористых солей в нефти (имитатор) (ХС-3)	серийное	25.03.2029
<i>Приказ Росстандарта № 2595 от 04.12.2023</i>			
ГСО 11268–2019/ ГСО 11270–2019	СО состава комбикормов (набор КК-1СО УНИИМ)	серийное	28.01.2029
ГСО 11271–2019	СО яичного порошка (ЯП-1СО УНИИМ)	серийное	28.01.2029
ГСО 11274–2019/ ГСО 11276–2019	СО состава мясных продуктов сублимационной сушки (набор МП-1СО УНИИМ)	серийное	13.02.2029
<i>Приказ Росстандарта № 2711 от 15.12.2023</i>			
ГСО 10409–2014	СО плотности асфальтобетона (имитатор) комплект	серийное	20.02.2029
ГСО 11279–2019/ ГСО 11283–2019	СО массовой доли жира, белка, влаги в продуктах переработки масличных культур (набор ППМКСО УНИИМ)	серийное	25.03.2029
ГСО 11284–2019/ ГСО 11289–2019	СО массовой доли жира, белка, влаги в семенах масличных культур (набор СМКСО УНИИМ)	серийное	25.03.2029
ГСО 9288–2009	СО состава почвы (ТЭП В)	серийное	26.03.2029
ГСО 9450–2009	СО минерального состава воды природной (СО МСВ Ж)	серийное	26.07.2029
ГСО 9511–2009	СО минерального состава воды природной (СО МСВ ХПК)	серийное	26.07.2029
ГСО 9565–2010	СО минерального состава воды природной (СО МСВ ПО)	серийное	27.09.2029
ГСО 10448–2014	СО минерального состава воды природной (МСВ NH ₄)	серийное	12.04.2029
ГСО 11273–2019	СО минерального состава воды природной (МСВ БТ)	серийное	13.02.2029
ГСО 11310–2019	СО массовой доли нитратов в соке из плодов и овощей	серийное	29.04.2029
ГСО 11398–2019	СО цветности воды по хром-кобальтовой шкале (Цв Cr-Co)	серийное	07.10.2029
ГСО 11432–2019	СО минерального состава воды природной (МСВ Цв)	серийное	15.11.2029
<i>Приказ Росстандарта № 2712 от 15.12.2023</i>			
ГСО 8245–2003	СО состава люизита (2-хлорвинилдихлорарсина)	серийное	23.10.2029
ГСО 8246–2003	СО состава зарина (O-изопропилметилфторфосфоната)	серийное	23.10.2029
ГСО 8247–2003	СО состава зомана (O-пинаколилметилфторфосфоната)	серийное	23.10.2029
ГСО 8248–2003	СО состава иприта (бис(2-хлорэтил)сульфида)	серийное	23.10.2029
ГСО 8907–2007	СО состава диизобутилдиметилпирофосфоната	серийное	23.10.2029
ГСО 8908–2007	СО состава N, N-диэтиламиноэтилмеркаптана	серийное	23.10.2029

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до
<i>Приказ Росстандарта № 2811 от 27.12.2023</i>			
ГСО 11299–2019	СО состава и свойств угля каменного марки Д (СО-46)	единичное	27.03.2029
ГСО 11300–2019	СО состава и свойств угля каменного марки Ж (СО-47)	единичное	27.03.2029
<i>Приказ Росстандарта № 2812 от 27.12.2023</i>			
ГСО 8610–2004	СО массовой доли серы в минеральном масле (комплект SMO10)	серийное	20.02.2029
ГСО 8611–2004	СО массовой доли серы в минеральном масле (комплект SMO10(HL))	серийное	20.02.2029
ГСО 9321–2009	СО массовой доли серы в дизельном топливе (комплект ULSD)	серийное	20.02.2029
<i>Приказ Росстандарта № 8 от 11.01.2024</i>			
ГСО 8156–2002	СО плотности (нефть, нефтепродукты) (ПЛ-1)	серийное	29.04.2029
ГСО 8157–2002	СО плотности (нефть, нефтепродукты) (ПЛ-2)	серийное	29.04.2029
ГСО 8158–2002	СО плотности (нефть, нефтепродукты) (ПЛ-3)	серийное	29.04.2029
ГСО 8913–2007	СО массовой доли воды (нефтепродукты) (ВМКТ-1)	серийное	29.04.2029
ГСО 11277–2019	СО массовой концентрации железа, осажденного на фильтр АФА-ХА из воздушной среды (В-Fe-02СО УНИИМ)	серийное	25.03.2029
ГСО 11278–2019	СО массовой концентрации марганца, осажденного на фильтр АФА-ХА из воздушной среды (В-Mn-03СО УНИИМ)	серийное	25.03.2029
ГСО 8049–94	СО состава додецилсульфата натрия	серийное	06.12.2029
ГСО 8578–2004	СО состава раствора анионных поверхностно-активных веществ (ПАВ)	серийное	29.04.2029
<i>Приказ Росстандарта № 61 от 15.01.2024</i>			
ГСО 10442–2014	СО температуры помутнения нефтепродуктов (СО ТПМТ-ПА)	серийное	26.03.2029
ГСО 10443–2014	СО йодного числа нефтепродуктов (имитатор) (СО ИЧ-ПА)	серийное	26.03.2029
ГСО 11290–2019	СО массовой доли механических примесей в нефтепродуктах (СО МПН-ПА-0)	серийное	25.03.2029
ГСО 11296–2019	СО вязкости жидкости (СО ВЖ-1-ПА)	серийное	26.03.2029
ГСО 11297–2019	СО вязкости жидкости (СО ВЖ-2-ПА)	серийное	26.03.2029
ГСО 11298–2019	СО вязкости жидкости (СО ВЖ-3-ПА)	серийное	26.03.2029
<i>Приказ Росстандарта № 287 от 02.02.2024</i>			
ГСО 9422–2009	СО состава меди (МГ-4)	единичное	01.04.2029
ГСО 10397–2014	СО состава никеля (ГНМ-1)	единичное	01.03.2029
<i>Приказ Росстандарта № 320 от 07.02.2024</i>			
ГСО 11291–2019	СО молярной концентрации неорганических веществ в крови	серийное	25.03.2029
ГСО 11292–2019	СО содержания калия, кальция, магния в сыворотке крови (комплект)	серийное	25.03.2029
ГСО 7485–98	СО состава нефти (ССН-1)	серийное	19.04.2029

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до
ГСО 7486–98	СО состава и свойств нефти (ССН-2)	серийное	19.04.2029
ГСО 7487–98	СО давления насыщенных паров нефти (ССН-3)	серийное	19.04.2029
ГСО 8546–2004	СО фракционного состава нефти (ФС-ТЦСМ)	серийное	19.04.2029
ГСО 8547–2004	СО массовой доли парафина в нефти (МДПН-ТЦСМ)	серийное	19.04.2029
ГСО 11232–2018	СО массовой доли хлорорганических соединений в нефти (ХОН-ТЦСМ)	серийное	19.12.2029
ГСО 11311–2019	СО массовой доли воды в нефти (ВН-ТЦСМ)	серийное	29.04.2029
ГСО 11375–2019	СО фракционного состава нефти (ФСН-ТЦСМ)	серийное	16.09.2029
<i>Приказ Росстандарта № 486 от 26.02.2024</i>			
ГСО 9285–2009	СО общей щелочности воды	серийное	10.04.2029
ГСО 9329–2009	СО состава раствора бромид-ионов	серийное	10.04.2029
ГСО 10445–2014	СО состава раствора ионов кремния (КР-2)	серийное	10.04.2029
ГСО 9231–2008	СО состава почвы (ТЭП К)	серийное	21.11.2029
ГСО 8048–94	СО химического и биологического потребления кислорода в воде	серийное	06.12.2029

ИНФОРМАЦИЯ ДЛЯ АВТОРОВ И ЧИТАТЕЛЕЙ

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

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

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

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

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

ОСНОВНЫЕ РАЗДЕЛЫ ЖУРНАЛА:

Передовая статья

- Научно-методические подходы, концепции

Оригинальные статьи

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

Методические материалы. Нормативы. Стандарты. Международные стандарты

Переводы

Материалы конференций

Информация. Новости. События

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

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

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

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

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

Статьи, содержащие результаты диссертационных работ, публикуются вне очереди.

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

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

Журнал входит в «Перечень ведущих рецензируемых журналов и изданий, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученых степеней доктора и кандидата наук» Высшей аттестационной комиссии по следующей номенклатуре научных специальностей:

- 2.2.4. Приборы и методы измерения (по видам измерений) (технические науки);
- 2.2.4. Приборы и методы измерения (по видам измерений) (физико-математические науки);
- 2.2.8. Методы и приборы контроля и диагностики материалов, изделий, веществ и природной среды (технические науки);
- 2.2.10. Метрология и метрологическое обеспечение (технические науки);
- 2.2.12. Приборы, системы и изделия медицинского назначения (технические науки);
- 2.2.12. Приборы, системы и изделия медицинского назначения (физико-математические науки).

Международный справочник научных изданий Ulrichsweb Global Serials Directory;
Базы данных Всероссийского института научной и технической информации Российской академии наук (ВИНИТИ РАН)

Russian Science Citation Index на платформе Web of science; Ядро РИНЦ;
научная электронная библиотека Elibrary.ru; Российская государственная библиотека; ресурс Google scholar;
Техэксперт: Нормы, правила и стандарты РФ; электронная библиотека КиберЛенинка; научно-информационное пространство Соционет; Open Archives; Research Bible; Academic Keys; Dimensions; Lens; Research; WorldCat; Base; Mendeley; Baidu; EBSCO.

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



INFORMATION FOR AUTHORS AND READERS OF THE JOURNAL

Journal «Measurement standards. Reference materials» until 2020 was published under the name «Reference materials».

«Measurement standards. Reference materials» has a thematic focus and publishes results of basic and applied research of specialists working in the sphere of metrology and interdisciplinary sciences related to the issues of reference materials on the territory of the Russian Federation and abroad.

Priority tasks and areas of the journal consist in creating an open platform for the exchange of scientific information reflecting scientific views, results and achievements of basic and applied research of specialists working in the sphere of metrology and interdisciplinary sciences related to the issues of reference materials, as well as promotion of issues related to reference materials as a technical, regulatory and guidance base necessary for assuring uniformity and accuracy of measurements, related to issues of development and implementation of new standards for units of physical quantities, as well as issues related to standard samples of the composition and properties of substances and materials in the Russian Federation and abroad.

The published materials correspond to the group of specialties:

05.11.00 – instrument making, metrology and information-measuring instruments and systems;

on the following topics:

- methods of chemical analysis (chemical and physico-chemical methods, atomic and molecular spectroscopy, chromatography, x-ray spectroscopy, mass spectrometry, nuclear-physical methods of analysis, etc.);
- analytical instruments;
- mathematical support for chemical analysis;
- metrological assurance of chemical analysis;
- creating new scientific, technical, regulatory and guidance solutions ensuring enhancement of product quality;
- conducting basic scientific research into discovery and use of new physical effects in order to create new and perfect existing measurement methods and instruments of the highest accuracy;
- perfecting the system of measurement uniformity assurance in the country;
- developing and implementing new state measurement standards of measurement units allowing to increase uniformity and accuracy of measurements considerably.

The journal accepts for publication editorials and original articles, analytical, scientific and research, scientific and methodological materials, as well as materials intended for consultation and information; translations of published articles from foreign journals (with the consent of the right holder for the translation and publication); reviews; commentaries and event reports.

Any author who submits a manuscript that has not been published before and that is not intended for simultaneous publication in other periodicals can be published in the journal irrespective of the author's place of residence, nationality and having an academic degree or not. Reception of articles for publication in the journal is implemented on an ongoing basis.

SECTIONS:

Editorial

- Scientific and methodological approaches, concepts

Original papers

- Development, production of reference materials
- Use of reference materials

- Measurement standards
- Comparisons of reference materials
- Modern methods of analyzing substances and materials

Guidance papers

Norms. Standards

International standards

Translations

Conference proceedings

Info. News. Events

For complex expert evaluation, all manuscripts undergo «double-blind» review.

All reviewers are acknowledged experts in areas they are responsible for. Reviews are stored in the publishing house and the editorial office for 5 years.

The editorial staff sends the authors of the submitted materials copies of reviews or a substantiated refusal.

The editorial staff of the journal forwards copies of reviews to the Ministry of Education and Science of the Russian Federation by request.

The journal follows the standards of editorial ethics in line with the international practice of editing, reviewing, publishing, authorship of scientific publications and recommendations of the Committee on Publication Ethics.

Papers containing results of thesis works are published on a priority basis.

There is no publication or royalty fee.

An author who submitted a paper gets a printed version of the journal and an extra electronic version of the paper.

Authors and advertisers bear responsibility for the reliability of information in the published papers and advertising materials, as well as for the absence of data in the materials that are not subject to open publication.

The opinions expressed by authors in the journal do not necessarily reflect those of the editorial staff.

The journal is a part of the list of Russian reviewed scientific journals in which main scientific results of doctorate and candidate thesis works should be published.

International directory of scientific publications

Ulrichsweb Global Serials Directory;

The database of the All-Russian Institute for Scientific and Technical Information of the Russian Academy of Sciences (VINITI RAS)

The journal is indexed and archived in:

the Russian State Library

Russian Science Citation Index (RSCI)

electronic library «CyberLeninka»

The journal is a member of Cross Ref

The materials of the journal are available under Creative Commons «Attribution» 4.0 license.



ПРАВИЛА ДЛЯ АВТОРОВ

С целью повышения качества рукописей, публикуемых в журнале, и их соответствия международным требованиям, предъявляемым к научным публикациям, редакционная коллегия журнала просит авторов соблюдать правила, представленные ниже.

В журнале «Эталоны. Стандартные образцы» публикуются передовые и оригинальные статьи, материалы аналитического, научно-исследовательского, научно-методического, консультативного и информационного характера; переводы статей, опубликованных в зарубежных журналах (при согласии правообладателя на перевод и публикацию); обзоры; комментарии и отчеты о мероприятиях.

Не допускается направление в редакцию уже опубликованных статей или статей, отправленных на публикацию в другие журналы.

Мониторинг несанкционированного цитирования осуществляется с помощью системы «Антиплагиат».

Журнал приветствует статьи, имеющие потенциально высокий импакт-фактор и/или содержащие материал о значительных достижениях в указанных направлениях.

Условия опубликования статьи:

- представляемая для публикации статья должна быть ранее нигде не опубликованной, актуальной, обладать новизной, содержать постановку задач (проблем), описание основных результатов исследования, полученных автором, выводы;
- соответствовать правилам оформления, представленным ниже (а также на сайте журнала);
- с авторов плата за публикацию не взимается, авторское вознаграждение не выплачивается;
- статьи, содержащие результаты диссертационных работ, публикуются вне очереди.

Правила предоставления статьи

- статья направляется в редакцию журнала по адресу: 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4, УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им Д.И. Менделеева», главному редактору и на e-mail: uniim@uniim.ru;
- статья представляется в бумажном виде и на электронном носителе (по e-mail или на диске) в формате Microsoft Word. Бумажный вариант должен полностью соответствовать электронному;
- текст статьи тщательно вычитывается и подписывается автором(ами), который(е) несет(ут) ответственность за научно-теоретический уровень публикуемого материала;
- при подаче статьи в редакцию автор соглашается с положениями лицензионного договора, размещенного на сайте журнала.

Правила оформления статьи

При наборе статьи рекомендуется учитывать следующее:

1. Шрифт – Times New Roman, размер – 12 пт, межстрочный интервал – одинарный, форматирование – по ширине; все поля – по 20 мм, нумерация страниц обязательна. Объем статьи – до 20 страниц формата А4 (если статья превышает этот объем, то редакция вправе опубликовать статью частями, в 2 номерах). Особое внимание следует уделить качеству

перевода метаданных статьи на английский язык. Желательно, чтобы перевод был выполнен носителем английского языка.

2. Необходимо указать УДК (<http://www.udk-codes.net>).

3. Заголовок статьи лаконично (не более 10 слов) и точно отражает содержание статьи, тематику и результаты проведенного научного исследования.

Приводится на русском и английском языках.

4. Аффiliation авторов. И.О.Ф. автора; полное наименование организации (сокращенное наименование организации), г. Город, Российская Федерация; ORCID; e-mail.

Очередность упоминания авторов напрямую зависит от их вклада в выполненную работу. Первым указывается автор, внесший наибольший вклад. При формировании перечня авторов необходимо соблюдать этические нормы соавторства, разработанные COPE (Committee on Publishing Ethics, <http://publicationethics.org>) (см. главу 4).

5. Аннотация на русском языке: выполняет функцию расширенного названия статьи и представляет ее содержание. Включает в себя основные разделы: Введение; Материалы и методы; Результаты исследования; Обсуждение и заключение.

Аннотация на английском языке, Abstract, информирует читателя об основных положениях статьи. Кратко обобщает исходные данные, цель, методы, результаты, выводы и область применения результатов всей работы. Abstract состоит из 200–250 слов. Abstract четко обозначает следующие составные части: Introduction; Materials and Methods; Results; Discussion and Conclusion.

6. Ключевые слова (8–12 слов / фраз) являются поисковым образом научной статьи. В связи с этим они отражают основные положения, достижения, результаты, терминологию научного исследования. Приводятся на русском и английском языках.

7. Благодарности. В этом разделе упоминаются люди, помогавшие автору подготовить настоящую статью; организации, оказавшие финансовую поддержку. Хорошим тоном

считается выражение благодарности анонимным рецензентам. Приводятся на русском и английском языках.

8. Основной текст статьи излагается на русском или английском языках и содержит следующие обязательные разделы:

1) Введение – постановка научной проблемы, ее актуальность, связь с важнейшими задачами, которые необходимо решить, значение для развития определенной отрасли науки или практической деятельности.

2) Обзор литературы. Описываются основные (последние по времени) исследования и публикации, на которые опирается автор; современные взгляды на проблему; трудности при разработке данной темы; выделение нерешенных вопросов в пределах общей проблемы, которым посвящена статья.

3) Материалы и методы. В данном разделе описываются процесс организации эксперимента, примененные методики, использованная аппаратура; даются подробные сведения об объекте исследования; указывается последовательность выполнения исследования и обосновывается выбор используемых методов (наблюдение, опрос, тестирование, эксперимент, лабораторный опыт и т. д.).

4) Результаты исследования. Это основной раздел, цель которого при помощи анализа, обобщения и разъяснения данных доказать рабочую гипотезу (гипотезы). Результаты исследования излагаются кратко, но при этом содержат достаточно информации для оценки сделанных выводов. Также обосновывается, почему для анализа были выбраны именно эти данные. Все названия, подписи и структурные элементы графиков, таблиц, схем и т. д. оформляются на русском и английском языках.

5) Обсуждение и заключение. В заключении суммируются результаты осмысления темы, делаются выводы, обобщения и рекомендации, вытекающие из работы, подчеркивается их практическая значимость, а также определяются основные направления для дальнейшего исследования в этой области.

6) Благодарности. В этом разделе упоминаются люди, помогавшие автору подготовить настоящую статью; организации, оказавшие финансовую поддержку. Хорошим тоном считается выражение благодарности анонимным рецензентам. Приводятся на русском и английском языках.

7) Вклад соавторов. В конце рукописи рекомендуется включить примечание, в котором разъясняется фактический вклад каждого соавтора в выполненную работу. Приводится на русском и английском языках.

9. Библиографическое описание документов оформляется в соответствии с требованиями ГОСТ Р 7.0.5–2008. Ссылаться нужно в первую очередь на оригинальные источники из научных журналов, включенных в глобальные индексы цитирования. Желательно использовать 20–40 источников. Из них за последние 3 года – не менее 50 %, иностранных – не менее

пяти источников, самоцитирование – не более трех источников. Следует указать DOI или адрес доступа в сети «Интернет». Оформляется на русском и английском языках.

10. Аффiliation авторов. Ф.И.О. (полное), ученое звание, должность, организация(-и), адрес организации(-й) (требуется указать все места работы автора, в которых выполнялись исследования (постоянное место, место выполнения проекта и др.)), ORCID, электронная почта, телефон, почтовый адрес для отправки авторского экземпляра. Приводится на русском и английском языках.

Правила рецензирования статьи

В журнале «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

