Measurement standards

Reference materials

ЭТАЛОНЫ СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ





В период с 2 по 5 сентября 2025 года

в гостиничном комплексе «AZIMUT» (г. Ярославль, Россия)

ФГУП «ВНИИФТРИ» Росстандарта организует

VII Международную научно-техническую конференцию «Метрология физико-химических измерений»

- √ На конференции с докладами выступят российские и зарубежные эксперты в области химических и биологических измерений.
- ✓ Мероприятие пройдет на русском и английском языках.
- ✓ Конференция предоставит возможность узнать о новейших достижениях в области физико-химических измерений, найти отличную платформу для дискуссий и обмена опытом с коллегами, а также с другими учеными и предпринимателями, связанными с измерениями в данной сфере.
- ✓ Все участники получат соответствующий Сертификат.

ОСНОВНЫЕ ТЕМЫ КОНФЕРЕНЦИИ

- Эталоны, ключевые и пилотные сличения, прослеживаемость.
- Электрохимия: рН-метрия, рХ-метрия, кондуктометрия и др.
- Измерения дисперсных параметров гетерогенных сред, в том числе аэрозолей.
- Дзета-потенциал.
- Измерения свойств и параметров твердых веществ и материалов.

- Измерения аэроионов.
- Стандартные образцы.
- Законодательная и прикладная метрология в сферах:
 - экология и охрана окружающей среды, основные параметры атмосферы, рабочие зоны, чистые помещения;
 - продукты питания и вода; пабораторная диагностика в здравоохранении; мелкопузырьковые технологии.

Рассматриваются и другие темы докладов, связанные с физико-химическими измерениями.

Крайний срок подачи тезисов докладов 25 июня 2025 г. Просьба зафиксировать в календаре эти даты!

- Планируется издание сборника тезисов.
- Лучшие научные статьи по решению Программного комитета будут направлены
 в научно-технические журналы из числа информационных партнеров конференции,
 входящих в "Белый список" и перечень ВАК (К1).

Следите за информацией на сайте: http://conference.vniiftri.ru.

Ждем вас на нашей конференции!

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ПАРТНЕРЫ













им. Д.И. Менделеева

ЭТАЛОНЫ. СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Научно-технический журнал

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

Моргунова Елена Михайловна председатель Государственного комитета по стандартизации

Республики Беларусь

Осинцева Елена Валерьевна канд. хим. наук, Уральский филиал ФГАОУ ДПО «АСМС (учебная)»,

г. Екатеринбург, Россия

Походун Анатолий Иванович

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

Слаев Валерий Абдуллович д-р техн. наук, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»,

г. Санкт-Петербург, Россия

Степановских Валерий Васильевич

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

Сясько Владимир Александрович д-р техн. наук, 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»,

г. 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, Φ ГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»,

г. Санкт-Петербург, Россия

ТЕХНИЧЕСКИЙ СЕКРЕТАРЬ Тараева Наталия Сергеевна

Уханова Маргарита Дмитриевна

ВЕРСТКА. ПВЕТОКОРРЕКПИЯ

Таскаев Владислав Васильевич

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

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

Знаком информационной продукции не маркируется.

Подписано в печать 25.03.2025. Дата выхода в свет 28.03.2025. Формат 60×90 1/8. Печать офсетная. Бумага ВХИ. Усл. печ. л. 13,63. Тираж 200 экз. Заказ № 12325.

Свободная цена.

Отпечатано в ИП Копыльцов П.И., г. Воронеж, ул. Любы Шевцовой, 34. Тел. (995) 49-48-47-7.

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)

УЧРЕЛИТЕЛЬ ЖУРНАЛА

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеевах 190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19.

РЕЛАКНИЯ И ИЗЛАТЕЛЬ

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

РЕДАКЦИОННЫЙ СОВЕТ

Барановская Василиса Борисовна д-р хим. наук, НИТУ МИСИС; ИОНХ РАН; АО «Гиредмет»; ААЦ «Аналитика», г. Москва, Россия

Булатов Андрей Васильевич

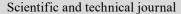
д-р хим. наук, профессор РАН; СПбГУ, ООО «Петроаналитика», г. Санкт-Петербург, Россия

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

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

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

MEASUREMENT STANDARDS. REFERENCE MATERIALS





им. Д.И. Менделеева

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: El No. FS 77-79330 dated October 9, 2020. ISSN 2687-0886 (Print)

FOUNDER:

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

EDITORIAL OFFICE & PUBLISHER

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

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

EDITOR-IN-CHIEF

Sergey V. Medvedevskikh

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

DEPUTY CHIEF EDITOR

Mikhail V. Okrepilov

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

EDITORIAL TEAM

Egor P. Sobina

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

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

EDITORIAL BOARD

Vasilisa B. Baranovskaya

Dr. (Chem. Sci.), NUST MISIS; IGIC RAS; JSC Giredmet; AAC Analitika, Moscow, Russia

Andrey V. Bulatov

Dr. (Chem. Sci.), Professor of the Russian Academy of Sciences; St. Petersburg State University, Petroanalitika LLC, St. Petersburg, Russia

Aleksandr S. Katkov

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

The journal has been published since 2005, until 2020 it was published under the name "Reference materals". 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.

Leonid A. Konopelko

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

Anatoliy I. Krylov

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

Boris Va. Litvinov

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

Elena M. Morgunova

Chairman of the State Committee for Standardization of the Republic of Belarus

Elena V. Osintseva

Cand. Sci. (Chem.), Ural branch of the «ASMC (educational)», Yekaterinburg, Russia

Anatoliy I. Pokhodun

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

Valeriy A. Slayev

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

Valeriy V. Stepanovskikh

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

Vladimir A. Svasko

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

Anna G. Chunovkina

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

Natalya V. Shelekhova

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

Aleksei V. Shchelchkov

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

Anatoly B. Yakovley

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

EXECUTIVE SECRETARY

Elena A. Kognovitskaya

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

TECHNICAL SECRETARY

Natalia S. Taraeva

PROOF-READER

Margarita D. Uhanova

LAYOUT, COLOUR CORRECTION

Vladislav V. Taskaev

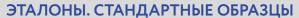
 $Subscription index in the electronic catalog of agencies \\ \textit{``Pressa Rossii'} - E\,102263.$

Reprinting of materials in whole or in part for educational or research purposes is possible only with reference to the journal's imprint with the obligatory indication of the copyright holder and the authors' names.

Signed for printing: 25.03.2025. Date of publication: 28.03.2025. Sheet size $60 \times 90 \, 1/8$. Offset printing. Royal paper. Conventional printed sheets 13,63. Number of copies 200. Order No 12325.

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

Printed by IP Kopiltsov P. I., Voronezh, Lyuba Shevtsova St., 34, Russia. Tel. (995) 49-48-47-7.





Научно-технический журнал

2025. Tom 21, №1

ЭТАЛОНЫ			
С. В. Медведевских, Р. А. Тетерук	5	Методика выбора способа определения интервалов между аттестациями эталонов	
Т. А. Эйхвальд	14	О перспективах развития жидкостной манометрии в области низкого абсолютного давления (0,1–1 000 Па)	
СОВРЕМЕННЫЕ М	ЕТО	ДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ	
А. А. Юшина, М. К. Аленичев, А. В. Саакян, А. Д. Левин	22	Мера волновых чисел рамановских сдвигов и возможности ее применения для количественного анализа	
Л. А. Трибушевская	38	Разработка поверочной схемы для средств измерений деформации, используемых при одноосных испытаниях	
И. Н. Матвеева	53	Разработка методик измерений характеристик пластичности сталей при испытании на статическое растяжение	
Н. С. Козлова, Е. В. Забелина, В. М. Касимова	72	Особенности испытаний и контроля оптических качеств диэлектрических монокристаллов	
		НЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ, ДЕРАЛЬНОМ ИНФОРМАЦИОННОМ ФОНДЕ	
В.В. Суслова	86	Сведения о новых типах стандартных образцов	
В.В. Суслова	100	Сведения о стандартных образцах утвержденных типов, в которые были внесены изменения в части срока действия утвержденного типа стандартного образца	





Scientific and technical journal

2025. Vol. 21, no. 1

MEASUREMENT STANDARDS			
S. V. Medvedevskikh, R. A. Teteruk	5	Methodology for Selecting a Method for Determining Intervals Between Certifications of Standards	
T. A. Eikhvald	14	On the Development Prospects of Liquid Manometry in the Field of Low Absolute Pressure (0.1–1 000 Pa)	
MODERN METHODS	OF.	ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS	
A. A. Yushina, M. K. Alenichev, A. V. Saakian, A. D. Levin	22	The Raman Shift Wavenumber Measure and the Possibilities of its Application for Quantitative Analysis	
L. A. Tribushevskaia	38	Development of a Verification Schedule for Deformation Measuring Instruments Used in Uniaxial Tests	
I. N. Matveeva	53	Development of Methods for Measuring the Characteristics of Steel Ductility During Static Tensile Testing	
NS. Kozlova, E. V. Zabelina, V. M. Kasimova	72	Features of Testing and Monitoring Optical Qualities of Dielectric Single Crystals	
		IAINTAINING THE STATE REGISTER PROVED REFERENCE MATERIALS	
V. V. Suslova	86	Data on New Reference Materials Approved	
V. V. Suslova	100	Data on Type Approved Reference Materials the Validity Period of Which Has Been Extended	

In a facility of the contraction of the contraction

ЭТАЛОНЫ

Научная статья УДК 53.089.6(006.011) https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-1-5-13





Методика выбора способа определения интервалов между аттестациями эталонов

С. В. Медведевских 🕩 🖂, Р. А. Тетерук 🕩

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия

S.v.medvedevskih@vniim.ru

Аннотация: Воспроизведение и хранение единиц величин осуществляется с помощью эталонов – средств измерений, обладающих наивысшей точностью, — наиболее значимого звена в метрологической цепи передачи единиц. Процедура аттестации эталонов единиц величин — ключевое событие, подтверждающее возможности эталонов обеспечивать точность и единообразие измерений. Решающий фактор процедуры аттестации эталонов — верное определение интервалов между аттестациями.

Генеральная линия развития законодательной базы метрологии в Российской Федерации нацелена на укрепление порядка и дисциплины в области обеспечения единства измерений. Невыполнение процедуры аттестации юридическими лицами влечет за собой значительные штрафы. Следовательно, совершенствование методик определения интервалов между аттестациями эталонов обретает все большую актуальность в современной метрологии.

Цель представленной в статье работы – решение методических проблем определения интервалов между аттестациями эталонов единиц величин. В публикации раскрыты возникающие при определении интервалов между аттестациями эталонов противоречия, а также недостатки действующего порядка аттестации и их методические причины.

В качестве решения выявленных проблем обозначены направления совершенствования существующего научно-методического аппарата определения интервалов между аттестациями. В частности, предложено дерево принятия решений как инструмент, позволяющий на основе анализа состава исходных данных выбрать один из способов определения интервалов между аттестациями.

Ключевые слова: аттестация, эталон, подтверждение соответствия, интервал между аттестациями, аттестация эталона, межаттестационный интервал, метрологическая надежность, эталон единиц величин

Принятые сокращения: МАИ – интервалы между аттестациями эталона; МКИ – интервалы между калибровками; МПИ – интервалы между поверками; СИ – средства измерений; МХ – метрологические характеристики.

Ссылка при цитировании: *Медведевских С. В., Тетерук Р. А.* Методика выбора способа определения интервалов между аттестациями эталонов // Эталоны. Стандартные образцы. 2025. Т. 21, № 1. С. 5-13. https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-1-5-13.

Статья поступила в редакцию 14.10.2024; одобрена после рецензирования 23.01.2025; принята к публикации 25.03.2025.

MEASUREMENT STANDARDS

Research Article

Methodology for Selecting a Method for Determining Intervals Between Certifications of Standards

Sergey V. Medvedevskikh D , Roman A. Teteruk D

D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, St. Petersburg, Russia s.v.medvedevskih@vniim.ru

Abstract: Reproduction and storage of measurement units are carried out using standards – measuring instruments with the highest accuracy, a key link in the metrological chain of transferring units. The procedure for certification of measurement standards is a key event that confirms the ability of standards to ensure the accuracy and uniformity of measurements. The key factor in the standard certification procedure is the correct definition of the intervals between certifications.

The main direction of development of the legislative base of metrology in the Russian Federation is strengthening the order and discipline in the field of ensuring the uniformity of measurements. Failure to comply with the certification procedure by legal entities entails significant fines. The improvement of methods for determining intervals between certifications of standards is becoming more relevant in modern metrology.

The purpose of the work is a solution of methodological problems of determining intervals between certifications of measurement standards. The publication reveals the contradictions that arise when determining the intervals between certifications of standards, as well as the disadvantages of the current certification procedure and their methodological reasons.

As a solution to the identified problems, directions for improving the existing scientific and methodological apparatus for determining intervals between certifications are identified. In particular, a decision tree is proposed as a tool that allows choosing one of the methods for determining intervals between certifications based on an analysis of the composition of the initial data.

Keywords: certification, standard, confirmation of conformity, interval between certifications, certification of a standard, intercertification interval, metrological reliability, measurement standard

Abbreviations used: MI – measuring instruments; MC – metrological characteristics.

For citation: Medvedevskikh S. V., Teteruk R. A. Methodology for selecting a method for determining intervals between certifications of standards. *Measurement Standards. Reference Materials.* 2025;21(1):5–13. (In Russ.). https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-1-5-13.

The article was submitted 14.10.2024; approved after reviewing 23.01.2025; accepted for publication 25.03.2025.

Введение

Эталон представляет собой средство или комплекс средств измерений, предназначенных для воспроизведения или хранения шкалы или единицы величины и передачи ее размера подчиненным средствам. В Российской

Федерации эталоны утверждены официальными законодательными актами.

Представляется необходимым обосновать соответствие темы описанной в настоящей статье работы основополагающим для метрологии нормативным документам.

В соответствии со статьей 7 Федерального закона № 102-ФЗ¹ порядок утверждения и содержания государственных первичных эталонов устанавливает Правительство РФ. Во исполнение указанной статьи Правительство РФ в Постановлении № 734² определяет порядок:

- установления обязательных требований к эталонам;
 - оценки их соответствия требованиям;
- передачи единиц от государственных эталонов;
- утверждения, содержания, сличения и применения государственных первичных эталонов.

Приказ № 379³ регламентирует для юридических лиц и индивидуальных предпринимателей необходимые для разработки нормативных документов в области обеспечения единства измерений процедуры аттестации и утверждения эталонов. Невыполнение процедуры аттестации юридическими лицами влечет за собой значительные штрафы.

Вопросы аттестации эталонов и определения МАИ отражены в ряде работ [1–3]. При определении МАИ может быть назначен завышенный МАИ, в течение которого метрологические характеристики эталона могут выйти за предельные значения. И наоборот, может быть назначен заниженный МАИ, что приведет к излишним затратам на поверку или аттестацию эталона. Однако тяжесть последствий от выхода значений нормированных МХ эталона за предельные значения в период МАИ может быть значительно выше, чем у СИ. Связано это с тем, что при передаче единицы от эталона в соответствии с Государственной поверочной схемой нижестоящим эталонам и СИ появляются как ошибочные отбраковки метрологически исправных СИ или эталонов, так и ошибочное признание работоспособным СИ или

эталона, МХ которого уже вышли за заданные пределы. Перечисленные факторы приводят к тому, что показания значительного числа СИ и эталонов становятся недостоверными.

Цель представленной в статье работы – устранение методических проблем определения МАИ эталонов единиц величин.

Предполагается решить ряд задач:

- раскрыть возникающие при определении МАИ противоречия, недостатки действующего порядка аттестации и их методические причины;
- сформулировать предложения по совершенствованию существующего научно-методического аппарата определения МАИ для решения выявленных проблем;
- обозначить направления совершенствования:
- разработать так называемое дерево принятия решений в качестве инструмента, позволяющего организаторам процедуры аттестации на основе анализа состава исходных данных выбрать один из способов определения МАИ.

Материалы и методы

Исследование опирается на действующие в Российской Федерации нормативно-правовые документы, регламентирующие порядок аттестации и применения эталонов: Постановление Правительства РФ № 734, Приказ Минпромторга России № 456⁴. Однако определяющий порядок назначения и корректировки межповерочных интервалов эталонов ГОСТ 8.565–99⁵ не соответствует терминологии и требованиям современных

 $^{^{1}}$ Об обеспечении единства измерений : Федеральный закон № 102-ФЗ от 26.06.2008.

² Об эталонах единиц величин, используемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений: Постановление Правительства Российской Федерации № 734 от 23 сентября 2010 г.

³ Об утверждении временного порядка аттестации и утверждения эталонов единиц величин, используемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений: Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 379 от 31 мая 2012 г.

⁴ Об утверждении требований к содержанию и построению государственных поверочных схем и локальных поверочных схем, в том числе к их разработке, утверждению и изменению, требований к оформлению материалов первичной аттестации и периодической аттестации эталонов единиц величин, используемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, формы свидетельства об аттестации эталона единицы величины, требований к оформлению правил содержания и применения эталона единицы величины к его применению: Приказ Минпромторга Российской Федерации № 456 от 11 февраля 2020 г.

⁵ ГОСТ 8.565–99 Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок установления и корректировки межповерочных интервалов эталонов.

нормативно-правовых документов и требует существенной переработки.

Существующий научно-методический аппарат определения МАИ изложен в РМГ 74-2004⁶ и успешно применяется инженерами-метрологами. Тем не менее, для него характерен ряд недостатков, главный из которых - необходимость использования исходных данных, значения которых, как правило, недоступны при первичной аттестации эталона. Так, для определения МАИ по экономическому критерию требуются, например, значения ошибок первого и второго рода при передаче единицы от эталона нижестоящим эталонам и СИ. Такая информация далеко не всегда может быть получена, тем более - при первичной аттестации эталона. Отчасти этих недостатков лишены методы определения МКИ7. Однако эти методы предполагают наличие достаточно большого объема данных о проведенных калибровках, а точнее – об определенных при калибровках выходах МХ эталонов за установленные пределы. То есть все эти методы основаны на обработке ряда наблюдений в течение времени, представляющих из себя бинарные данные («в допуске» или «не в допуске»). Более того, они ориентированы на корректировку МКИ, а не на определение начального МКИ.

Другая не решенная РМГ 74—2004 проблема — определение МАИ эталона, который имеет в своем составе СИ с МПИ ниже или выше, чем предполагаемый МАИ этого эталона. Между тем, если точностные характеристики входящего в состав эталона СИ избыточны, периодическую аттестацию эталона не обязательно проводить не реже, чем МПИ этого СИ. И наоборот, поверку СИ и аттестацию эталона нужно проводить чаще, чем установленный для СИ МПИ, если влияние МХ этого СИ на МХ эталона является значительным.

Кроме того, никак не описаны критерии, которые эксплуатирующее эталон лицо может положить в основу решения о внеплановой аттестации или техническом обслуживании, хотя зачастую все исходные данные для принятия такого решения есть.

Также необходимо отметить, что из всего предложенного научно-методического аппарата наиболее востребован метод определения МАИ на основе данных о функциональной надежности эталона (средней наработки на отказ). Это обусловлено тем, что изготовители эталонов не всегда проводят испытания на определение стабильности, в связи с чем при аттестации эталонов могут отсутствовать данные для определения МАИ по каким-либо другим методам. К тому же экономические показатели эксплуатации эталона также заранее могут быть неизвестны. Как следствие, наименее точный метод определения МАИ (ввиду известных отличий показателей функциональной надежности от показателей метрологической надежности) является наиболее применимым на практике.

Для разрешения указанного противоречия предлагается совершенствовать существующий научно-методический аппарат определения МАИ в описанных ниже направлениях.

- 1. Разработать способы определять первичный МАИ эталона в условиях ограниченного набора исходных данных.
- 2. Разработать способ эксплуатирующему эталон лицу обоснованно принимать решения о внеплановом техническом обслуживании или неплановой аттестации эталона.
- 3. Разработать способ при определении МАИ учесть степень влияния МХ СИ, входящих в состав эталона, на МХ эталона.
- 4. Разработать методику выбора способа определения МАИ на основе анализа состава исходных данных.

Одновременно при разработке необходимо учитывать следующие факторы и ограничения:

- для применения способов определения МАИ должно быть достаточно квалификации инженера-метролога, какие-либо специальные требования не должны предъявляться;
- научно-методический аппарат должен обеспечивать возможность определения как начального, так и последующих МАИ при любом наборе исходных данных.

⁶ РМГ 74—2004 Рекомендации по межгосударственной стандартизации. Государственная система обеспечения единства измерений. Методы определения межповерочных и межкалибровочных интервалов средств измерений.

⁷ RP-1. Establishment and adjustment of calibration intervals. recommended practice RP-1. National conference of standards laboratories international calibration interval committee, 2010.

Учитывая указанные ограничения и проблемы, представляется логичным в ходе совершенствования научно-методического аппарата определения МАИ обеспечить в зависимости от целей, задач и исходных данных возможность применения как существующих, так и разрабатываемых методов определения МАИ. В связи с этим предлагается включить в методологию определения МАИ:

- -методы, описанные в РМГ 74-2004;
- -ряд методов, описанных в RP-1;
- новые разработанные методы.

Существующие и разработанные методы определения МАИ включают практически весь спектр задач, решаемых при определении МАИ. Однако для удобства их выбора и применения целесообразно разработать методику, по которой проводящее аттестацию эталона лицо сможет определить метод или набор методов, исходя из состава и полноты исходных данных, а также целей и задач определения МАИ.

Результаты и обсуждение

Структурируем методы определения МАИ и исходные данные для их применения.

- 1. Определение МАИ на основе принципа минимизации суммарного риска эксплуатации:
 - а) стоимость аттестации;
 - б) стоимость ущерба от неисправного эталона;
 - в) нестабильность эталона.
- 2. Анализ уравнения измерений и составляющих погрешностей (неопределенностей): уравнение измерений.
- 3. Структурный анализ и определение вклада структурных элементов в погрешности:
- а) информация о структуре эталона (элементах, из которых он состоит, и их взаимосвязях);
- б) информация о метрологической и (или) функциональной надежности элементов эталона.
 - 4. Статистические методы:
- а) периодическая информация об изменении МХ эталона (информация о поверках, калибровках, градуировках эталона);
- б) информация о метрологических отказах эталона.
- 5. Методы теории разладки при периодическом наблюдении МХ: оперативная информация об изменении наблюдаемых метрологических или технических характеристик эталона.

6. Определение МАИ на основе показателей функциональной надежности: средняя наработка на отказ.

Для удобства пользователя целесообразно методику выбора метода определения МАИ на основе анализа состава исходных данных выразить в виде дерева принятия решения [4–5] (рис. 1–4). Предложенный подход позволяет пользователю выбрать метод или методы определения МАИ, основываясь на его целях и составе исходных данных.

Заключение

Отписанная в статье методика положена в основу разрабатываемого в настоящее время ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» проекта нормативного документа, содержащего общие требования к аттестации эталонов и определению МАИ. В данном документе предлагаются методы и алгоритмы решения указанных выше задач. Кроме того, данный документ разъясняет положения нормативно-правовых актов Российской Федерации и предназначен для использования аккредитованными на поверку, калибровку и испытания СИ лабораториями в Российской Федерации.

Благодарности: Исследование проводилось на производственно-научной базе ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Acknowledgments: The study was conducted at the research and scientific base of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology.

Вклад соавторов: Авторы внесли равный вклад в работу.

Contribution of the authors: Авторы внесли равный вклад в работу The authors contributed equally to the paper.

Конфликт интересов: Медведевских С. В. является главным редактором журнала «Эталоны. Стандартные образцы», но не имеет никакого отношения к решению опубликовать эту статью. Статья прошла принятую в журнале процедуру рецензирования. Авторы являются сотрудниками учредителя журнала. Однако при написании рукописи статьи авторы руководствовались соображениями научной ценности полученного материала и заявляют

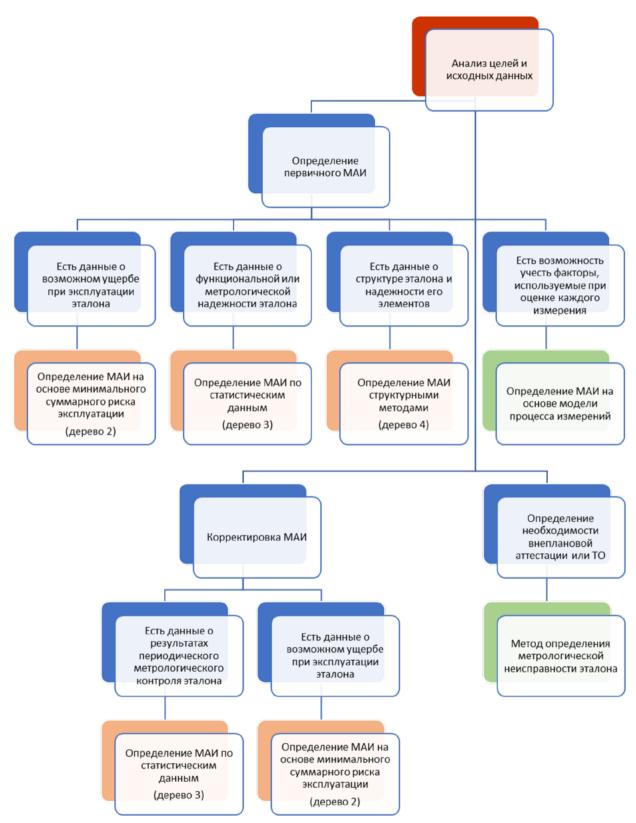
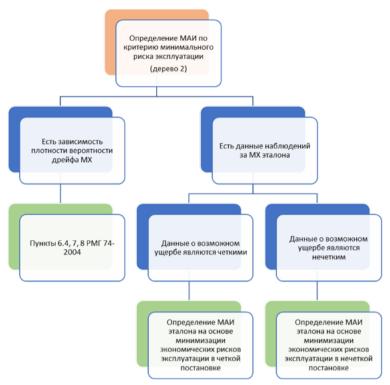


Рис. 1. Дерево выбора метода определения МАИ

Fig. 1. The selection tree of the method for determining the interval between certifications



Puc. 2. Дерево выбора метода определения МАИ по критерию минимального риска эксплуатации Fig. 2. The selection tree of the method for determining the interval between certifications based on the criterion of minimum risk of operation

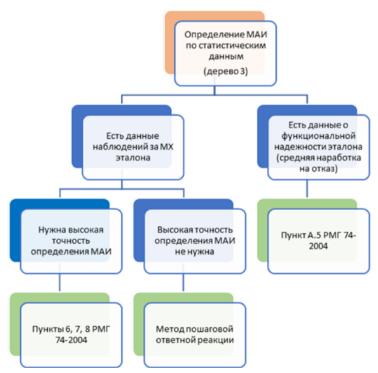


Рис. 3. Дерево выбора метода определения МАИ по статистическим данным

Fig. 3. The selection tree of the method for determining the interval between attestations based on statistical data



Рис. 4. Дерево выбора метода определения МАИ структурными методами

Fig. 4. The selection tree of the method for determining the interval between certifications by structural methods

о беспристрастности оценки полученных данных. Об иных конфликтах интересов авторы не заявляли.

Conflict of interest: Medvedevskikh S. V. is the editor-in-chief of the journal «Measurement Standards. Reference Materials», but this has nothing to do with the decision to publish this article. The article has undergone the peer review procedure adopted by the journal. The authors are employees of the journal's founder. However, the authors were guided by reasons of the scientific value of the obtained material and declare the impartiality of the assessment of the obtained data. The authors declared no other conflicts of interest.

Финансирование: Статья подготовлена во исполнение Государственного контракта № ГК 120–61/2024 в рамках работ по НИР «Аттестапия».

Funding: The article was prepared in pursuance of State Contract No. GK 120–61/2024 as part of the research work «Certification.»

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

- 1. Дорохов А., Гончаров А. Выбор оптимального по критерию готовности интервала между аттестациями эталона // Информация и космос. 2019. № 3. С. 89–92.
- 2. *Горюнова С. М., Хамраева Д. К., Сопин В. Ф.* Организация процедур аттестации и утверждения эталонов единиц величин, используемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений // Вестник Казанского технологического университета. 2012. № 16. С. 236–239.
- 3. *Кобитович К. Я.* Проведение первичной и периодической аттестации государственных эталонов // Новая наука: техника и технологии : Международное научное периодическое издание по итогам Международной научно-практической конференции, Уфа, 17 февраля 2017 г. Стерлитамак : АМИ, 2017. 131 с.
- 4. *von Winterfeldt D., Edwards W.* «Decision trees». Decision Analysis and Behavioral Research. Cambridge: University Press, 1986. P. 63–89.
- 5. Абдулов П. В. Введение в теорию принятия решений. М.: Книга по Требованию, 2013. 188 с.

REFERENCES

- 1. Dorokhov A., Goncharov A. The choice of the interval between certification of the standard, optimal by the criterion of availability. *Information and space*. 2019;3:89–92. (In Russ.).
- 2. Goryunova S. M., Khamraeva D. K., Sopin V. F. Organization of procedures for certification and approval of measurement standards used in the sphere of state regulation of assurance of measurement uniformity. *Vestnik Kazan National Research Technological University*. 2012;16:236–239. (In Russ.).
- 3. Kobitovich K. Я. Carrying out primary and periodic attestation of state standards. In: *Novaya nauka: texnika i texnologii : International scientific periodical on the results of the International Scientific and Practical Conference*, Ufa, 17 February 2017. Sterlitamak: AMI; 2017. 131 p. (In Russ.).
- 4. von Winterfeldt D., Edwards W. "Decision trees". Decision Analysis and Behavioral Research. Cambridge: University Press: 1986. P. 63–89.
- 5. Abdulov P. V. Introduction to the Theory of Decision Making. Moscow: Kniga po Trebovaniyu; 2013. 188 p. (In Russ.).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Медведевских Сергей Викторович – канд. техн. наук, руководитель отделения механических измерений ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» 190005, Россия, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19 e-mail: s.v.medvedevskih@vniim.ru https://orcid.org/0000-0003-3084-1612

Тетерук Роман Анатольевич — канд. техн. наук, руководитель научно-исследовательского отдела госэталонов в области измерений давления ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

190005, Россия, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19 e-mail: r.a.teteruk@vniim.ru https://orcid.org/0000-0002-8057-5220

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Sergej V. Medvedevskikh – Cand. Sci. (Eng.), head of mechanical measurements department, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology

19 Moskovsky ave., St. Petersburg,190005, Russia e-mail: s.v.medvedevskih@vniim.ru https://orcid.org/0000-0003-3084-1612

Roman A. Teteruk – Cand. Sci. (Engin.), Head of the Research Department of State Measurement Standards in the field of pressure measurements, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology

19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia e-mail: r.a.teteruk@vniim.ru https://orcid.org/0000-0002-8057-5220

ЭТАЛОНЫ

Обзорная статья УДК 531.787.4:006.91 https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-1-14-21





О перспективах развития жидкостной манометрии в области низкого абсолютного давления (0,1–1000 Па)

Т. А. Эйхвальд 🖂

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия ⊠ eichwald@mail.ru

Аннотация: В данной статье определяются возможные пути совершенствования лазерного интерференционного масляного манометра из состава ГЭТ 101-2011 — Государственного первичного эталона единицы давления для области абсолютного давления в диапазоне $1 \cdot 10^{-1} \div 7 \cdot 10^{5}$ Па, основанные на анализе результатов исследований, проведенных во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева в период с 2018 по 2021 год.

В статье описан принцип действия лазерного интерференционного масляного манометра из состава ГЭТ 101-2011 и бюджет его погрешностей. Приведено сравнение метрологических характеристик лазерного интерференционного масляного манометра с зарубежными аналогами на основе результатов международных ключевых сличений. Рассмотрены проблемы измерения низкого абсолютного давления в диапазоне 0,1—1 000 Па с помощью лазерного интерференционного масляного манометра и возможные пути решения данных проблем. Описано исследование влияния эффектов дегазации и сжимаемости на значение плотности рабочей жидкости лазерного интерференционного масляного манометра, приведен анализ результатов исследования. Описана идея повышения разрешения измерений давления с помощью лазерного интерференционного масляного манометра. Произведен анализ возможностей измерения давления с помощью лазерного интерференционного масляного манометра при условии оснащения его оптическим интерференционным устройством с фазовой модуляцией с целью увеличения разрешения манометра и с учетом результатов исследований физико-химических свойств рабочей жидкости манометра.

Фактический материал для анализа почерпнут из публикаций в отечественных и зарубежных источниках. Эмпирические данные взяты из опыта работы научно-исследовательского отдела государственных эталонов в области измерений давления, где трудится автор статьи.

Ключевые слова: первичный эталон, абсолютное давление, жидкостный манометр, интерференция, фазовая модуляция

Принятые сокращения: ГЭТ 101-2011 — Государственный первичный эталон единицы давления для области абсолютного давления в диапазоне от 1 · 10⁻¹ ÷ 7 · 10⁵ Па; ЛИММ — лазерный интерференционный масляный манометр; ВНИИМ — Всероссийский научно-исследовательский институт им. Д. И. Менделеева, Россия; NIST — National Institute of Standards and Technology, USA; РТВ — Physikalische-Technische Bundesanstalt National Metrology Institute, Germany; НМИ — национальный метрологический институт.

Ссылка при цитировании: Эйхвальд Т. А. О перспективах развития жидкостной манометрии в области низкого абсолютного давления $(0,1-1\,000\,\Pi a)$ // Эталоны. Стандартные образцы. 2025. Т. 21, № 1. С. 14—21. https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-1-14-21.

Статья поступила в редакцию 28.10.2024; одобрена после рецензирования 23.12.2024; принята к публикации 25.03.2025.

MEASUREMENT STANDARDS

Review Article

On the Development Prospects of Liquid Manometry in the Field of Low Absolute Pressure (0.1–1000 Pa)

Tatiana A. Eikhvald ⋈

Abstract: The article describes the principle of operation of a laser interferometric oil manometer from the GET 101-2011 – State Primary Measurement Standard for the pressure unit in the field of absolute pressure in the range $1 \cdot 10^{-1} \div 7 \cdot 10^{5}$ Pa and its error budget. The article compares the metrological characteristics of the laser interferometric oil manometer with foreign analogues based on the results of international key comparisons. The problems of measuring low absolute pressure in the range of 0.1-1000 Pa using the laser interferometric oil manometer and possible solutions to these problems are considered. A study of the influence of degassing and compressibility effects on the density of the working fluid of the laser interferometric oil manometer is described, and an analysis of the research results is presented. The idea of increasing the resolution of pressure measurements using the laser interferometric oil manometer is described. An analysis of the possibilities of measuring pressure using the laser interferometric oil manometer is carried out, provided that it is equipped with an optical interferometric device with phase modulation in order to increase the resolution of the pressure manometer and taking into account the research results of the physico-chemical properties of the working fluid of the pressure manometer.

Keywords: primary standard, absolute pressure, liquid manometer, interference, phase modulation

Abbreviations used: GET 101-2011 – State Primary Measurement Standard for the pressure unit in the field of absolute pressure in the range $1 \cdot 10^{-1} \div 7 \cdot 10^{5}$ Pa; LIOM – laser interferometric oil manometer; VNIIM – D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, Russia; NIST – National Institute of Standards and Technology, USA; PTB – Physikalische-Technische Bundesanstalt National Metrology Institute, Germany; NMI – national metrological institute.

For citation: Eikhvald T. A. On the development prospects of liquid manometry in the field of low absolute pressure (0.1–1 000 Pa). *Measurement Standards. Reference Materials.* 2025;21(1):14–21. (In Russ.). https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-14-21.

The article was submitted 28.10.2024; approved after reviewing 23.12.2024; accepted for publication 25.03.2025.

Введение

В настоящее время первичными эталонами давления в области низких абсолютных давлений 0,1–1 000 Па служат установки со статической экспансией газа и жидкостные манометры. Вместе с тем ряд стран (США, Германия, Швеция) ведет работы по созданию первичных оптических манометров, принцип действия которых основан на измерении показателя преломления газа при известной его температуре. Однако в современной метрологии такие установки пока не применяются в качестве первичных средств измерения давления. Наивысшей точностью в диапазоне 1–1 000 Па обладает ультразвуковой жидкостный масляный манометр NIST (США).

В 2000-е гг. во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева велись работы по созданию ЛИММ для измерения абсолютного давления газа в диапазоне 0,1–1 000 Па. В 2011 г. ЛИММ вошел в состав ГЭТ 101-2011 [1]. Вместе с ЛИММ в состав ГЭТ 101-2011 были включены также лазерный интерференционный ртутный манометр (ЛИРМ) и грузопоршневой манометр с газовой смазкой.

В 2012–2018 гг. прошли ключевые сличения ССМ.Р-К4.2012 [2] в области абсолютного давления в диапазоне 1–10 000 Па, в которых ГЭТ 101-2011 принял участие наряду с эталонами США, ФРГ, Японии, Чехии, Мексики. В диапазоне сличений 1–1 000 Па Государственный первичный эталон РФ представлял ЛИММ. Положительные результаты сличений [2] позволили подтвердить заявленные метрологические характеристики ГЭТ 101-2011, однако выявились и некоторые проблемы ЛИММ, которые будут подробно рассмотрены ниже.

В дальнейшем некоторые страны также решили идти по пути развития жидкостной

манометрии, несмотря на сложность создания и использования устройств такого типа. Причем, например, в 2014 г. в КНР был разработан аналог ультразвукового масляного манометра NIST [3, 4]. В РТВ (Германия) в 2015 г. начались работы по созданию интерференционного лазерного масляного манометра, аналогичного по принципу действия ЛИММ, но обладающего существенно более высоким разрешением [5].

Цель настоящей статьи — определить возможные пути совершенствования измерения низкого абсолютного давления в области 0,1–1 000 Па в Российской Федерации и оценить возможности усовершенствованного ЛИММ. Для этого в статье будут решены следующие задачи:

- описан принцип действия ЛИММ и его метрологические характеристики;
- приведены проблемы, выявленные по результатам международных ключевых сличений;
- сформулированы возможные методы их решения;
- проведен анализ метрологических характеристик ЛИММ после его совершенствования.

Материалы и методы ЛИММ: принцип действия, уравнение измерений, источники

уравнение измерений, источники неопределенностей

ЛИММ представляет собой U-образный жидкостный манометр, разность уровней масла в котором измеряется с помощью интерферометра (рис. 1) [6].

Изменение разности давлений в коленах манометра приводит к изменению разности уровней жидкости и, следовательно, к сдвигу интерференционной картины, поэтому уравнение измерений ЛИММ имеет вид

$$p - p_0 = \rho g \frac{N \lambda}{4} \,, \tag{1}$$

где p — значение измеряемого давления газа; p_0 — остаточное давление газа в колене сравнения; ρ — плотность масла; g — ускорение свободного падения; N — количество сосчитанных

 $^{^1}$ ГЭТ 101-2011 Государственный первичный эталон единицы давления для области абсолютного давления в диапазоне $1\cdot10-1\div7\cdot105$ Па / Институт-хранитель ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397807 (дата обращения: 29.10.2023).

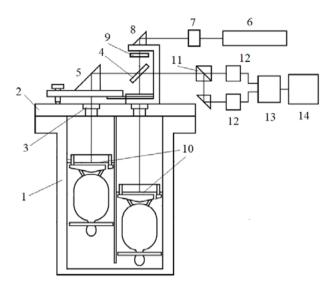


Рис. 1. Принципиальная схема ЛИММ:

1 – корпус ЛИММ; 2 – верхний фланец корпуса; 3 – окна из оптического стекла; 4 – светоделительная пластинка; 5 – поворотная призма; 6 – гелийнеоновый лазер; 7 – оптический изолятор;

8 – поворотная призма; 9 – полуволновая фазовая пластинка; 10 – демпфирующие поплавки;

11 — поляризационный делитель; 12 — фотодиоды; 13 — электронный блок сопряжения с компьютером; 14 — управляющий компьютер

Fig. 1. Schematic diagram of the LIOM:

1 – LIOM frame; 2 – upper flange; 3 – optical glass windows; 4 – beam splitter; 5 – rotary prism;

6 – helium-neon laser; 7 – optical isolator; 8 – rotary prism; 9 – phase half-wave plate; 10 – damping floats;

11 – polarization splitter; 12 – photodiodes;

13 – electronic unit for interface with a computer; 14 – control computer

импульсов (один импульс соответствует половине интерференционной полосы); λ — длина волны лазерного излучения.

Суммарная стандартная неопределенность ЛИММ в зависимости от измеряемого давления р выражается в Па формулой

$$u_C = 3.6 \cdot 10^{-3} + 0.5 \cdot 10^{-4} \text{ p}(\Pi \text{a}),$$
 (2)

в которой часть, пропорциональная давлению, определяется, в основном, неопределенностью значения плотности рабочей жидкости, а постоянная часть — разрешением манометра, которое в соответствии с (1) при минимальном регистрируемом сигнале N=1 составляет 1,4 мПа. Вклад длины волны лазера и ускорения свободного падения не превосходит 1 ppm.

Проблема измерения плотности масла

Результаты ключевых сличений ССМ.Р-К4.2012 в верхней части диапазона действия ЛИММ (300–1000 Па) выявили наличие следующей проблемы.

На рис. 2 видно, что расхождение показаний ЛИММ с эталонами других участников (без учета эталона CENAM) имеет систематический характер и составляет около 0,02% от измеряемой величины, что более чем в два раза превышает заявленную неопределенность измерений ЛИММ.

Допущено следующее предположение о причинах этого отклонения. Плотность масла

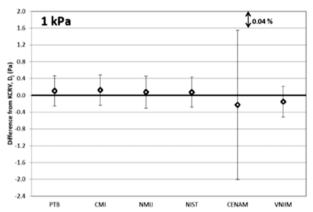


Рис. 2. Результаты сличений ССМ.Р-К4 для давления 1 000 Па [2]

Ось абсцисс: НМИ – участники сличений Ось ординат: отклонение показаний НМИ от референтного значения

Участники сличений: PTB – Physikalische-Technische Bundesanstalt National Metrology Institute, Germany; CMI – Czech Metrology Institute; NMIJ – National Metrology Institute of Japan; NIST – National Institute of Standards and Technology, USA; CENAM – National Metrology Institute Mexico; VNIIM – ВНИИМ, Россия

Fig. 2. The results of the comparisons CCM.P-K4 for a pressure of 1 000 Pa [2]

Abscissa axis: NMI – participant of comparisons Ordinate axis: deviation of NMI readings from the reference value

Comparison participants: PTB – Physikalische-Technische Bundesanstalt National Metrology Institute, Germany; CMI – Czech Metrology Institute; NMIJ – National Metrology Institute of Japan; NIST – National Institute of Standards and Technology, USA; CENAM – National Metrology Institute Mexico; VNIIM – D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, Russia измеряется на эталоне плотности ВНИИМ, и измерения могут быть проведены для пробы масла, в которой обязательно будет присутствовать растворенный воздух, и только при атмосферном давлении. В рабочих же условиях масло находится под вакуумом и перед началом работы ЛИММ подвергается длительному процессу дегазации. Таким образом, совместное влияние факторов дегазации и снятия давления может привести к изменению значения плотности масла.

С целью оценки влияния этих факторов на значение плотности масла в 2017–18 гг. были проведены совместные исследования с РТВ (Германия) в рамках сотрудничества по теме КООМЕТ 724/RU-a/17². Результаты измерений дегазации с помощью плотномера осцилляционного типа (DMA 5000 M) приведены в табл. 1.

Приведенные в табл. 1 данные демонстрируют, что плотность масла в дегазированном состоянии на $0,059 \text{ кг/м}^3$ больше, чем в газонасыщенном, что качественно согласуется, например, с результатами [7].

Плотность масла при снятии с него давления должна быть несколько меньше, чем при атмосферном давлении, вследствие сжимаемости жидкости:

$$\beta = -\left(\frac{1}{V}\right)\left(\frac{dV}{dp}\right)\frac{1}{V} = \left(\frac{1}{\rho}\right)\left(\frac{d\rho}{dp}\right), \quad (3)$$

где V – объем жидкости; ρ – плотность жидкости; p – давление; dV, $d\rho$, dp – их изменения.

Для исследования сжимаемости масла во ВНИИМ был разработан лазерный интерференционный пьезометр [8], позволяющий измерять сжимаемость масла в дегазированном

состоянии и под вакуумом, т. е. в специфических рабочих условиях — в которых масло будет находиться в манометре при измерениях давления. В результате было получено значение сжимаемости масла ВМ-1 β , которое составило $(5,2\pm0,1)\cdot10^{-10}$ Па $^{-1}$. Это означает, что при изменении давления на одну атмосферу относительное изменение плотности масла $\Delta\rho/\rho$ составляет $5,2\cdot10^{-5}$.

Таким образом, очевидно, что эффекты дегазации и сжимаемости оказывают на плотность противоположное действие и практически равны по величине, поэтому не могут приводить к искажениям значения плотности масла, превышающим неопределенность измерения его плотности. Впоследствии при повторных измерениях плотности масла во ВНИИМ был получен результат, отличающийся от применяемого в сличениях, поэтому в дальнейшем необходим более тщательный контроль значения плотности рабочей жидкости ЛИММ. Так, например, в конструкции разрабатываемого в настоящее время в РТВ интерференционного лазерного масляного манометра предусмотрен встроенный денсиметр, позволяющий производить измерения плотности масла in situ непосредственно во время работы манометра [5].

Проблема разрешения ЛИММ

Ключевые сличения ССМ.Р-К4.2012 также показали, что в диапазоне 0,1–10 Па ЛИММ несколько уступает в точности эталонам NIST (США), РТВ (Германия), NMIJ (Япония), что демонстрирует рис. 3 из [2]. Причина этого состоит именно в относительно невысоком разрешении манометра.

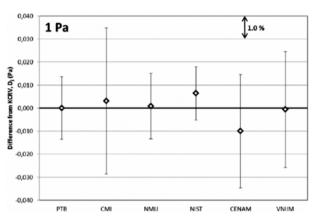
Указанное обстоятельство стимулировало работу по поиску способа повышения разрешения ЛИММ. В 2018—19 гг. во ВНИИМ был разработан метод, позволяющий на порядок

Таблица 1. Результаты измерений дегазации плотномером осцилляционного типа (DMA 5000 M)

Table 1. Measurements results of degassing with an oscillating type densitometer (DMA 5000 M)

Состояние масла ВМ-1	остояние масла ВМ-1 Плотность масла при 20°C, кг/м ³ Неопределенность, и	
Газонасыщенное	859,747	0,050
Дегазированное	859,806	0,050

² KOOMET 724/RU-а/17 Исследование жидкостей манометров – первичные эталоны давления [сайт]. URL: http://www.coomet.org/DB/isapi/isapi.dll



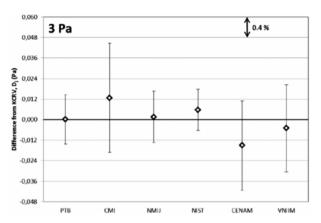


Рис. 3. Результаты сличений ССМ.Р-К4.2012 в точках 1 Па, 3 Па [2]

Ось абсцисс: НМИ – участники сличений

Ось ординат: отклонение показаний НМИ от референтного значения

Участники сличений: PTB – Physikalische-Technische Bundesanstalt National Metrology Institute, Germany; CMI – Czech Metrology Institute; NMIJ – National Metrology Institute of Japan; NIST – National Institute of Standards and Technology, USA; CENAM – National Metrology Institute Mexico; VNIIM – ВНИИМ, Россия

Fig. 3. The results of the comparisons CCM.P-K4.2012 at points 1 Pa, 3 Pa [2]

Abscissa axis: NMI – participant of comparisons

Ordinate axis: deviation of NMI readings from the reference value

Comparison participants: PTB – Physikalische-Technische Bundesanstalt National Metrology Institute, Germany; CMI – Czech Metrology Institute; NMIJ – National Metrology Institute of Japan; NIST – National Institute of Standards and Technology, USA; CENAM – National Metrology Institute Mexico; VNIIM – D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, Russia

увеличить разрешение манометра без внесения существенных изменений в его конструкцию. Идея описана в [9] и состоит в оснащении ЛИММ электронно-оптическим устройством фазовой модуляции, позволяющим производить отсчет при измерении интерференционного сигнала с разрешением 1/255 доли интерференционной полосы. Был создан и исследован макет такого устройства (рис. 4).

Результаты исследований показали, что неопределенность измерения дробной доли полосы не превосходит 5/255. Поскольку процедура измерений ЛИММ предполагает производить два таких отсчета (до и после напуска газа в манометр), результирующая неопределенность составит 1/25 интерференционной полосы, что в 12 раз меньше разрешения существующего ЛИММ из состава ГЭТ 101-2011 и связанной с ним неопределенности.

В аналоге ЛИММ, разрабатываемом в настоящее время в РТВ (Германия), для измерения высоты столба жидкости применяется пара промышленных оптических интерферометров перемещений, имеющих разрешение

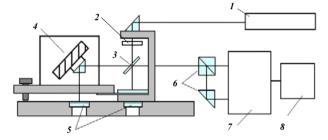


Рис. 4. Схема макета интерферометра для измерения дробных долей полосы:

1 — лазер; 2 — полуволновая фазовая пластина; 3 — светоделительная полупрозрачная пластина; 4 — пьезоактюатор с установленной на нем призмой полного отражения; 5 — плоские зеркала; 6 — поляризационный разделитель и отражающая призма; 7 — электронный блок сопряжения с компьютером; 8 — персональный компьютер

Fig. 4. Diagram of the interferometer layout for measuring fractional unit of a stripe:

1 - laser; 2 - half-wave phase plate; 3 - beam splitting translucent plate; 4 - piezo actuator with a total reflection prism installed on it; 5 - plane mirrors;
6 - polarization separator and reflecting prism;
7 - electronic unit for interface with a computer;
8 - personal computer

порядка 0,1 нм, что соответствует 0,002 интерференционной полосы. Однако исследования показывают, что интерференционный шум, вызванный волнами на поверхности масла, даже при использовании средств виброзащиты составляет порядка 5 нм [5], что по (1) соответствует 0,02 интерференционной полосы и сопоставимо с планируемыми параметрами ЛИММ.

Результаты и обсуждение

На основании представленного в статье анализа результатов измерения плотности масла в дегазированном состоянии и его сжимаемости сделан вывод о том, что введение поправки к значению его плотности, измеренной при нормальных условиях, не требуется. Выявлена необходимость более точного и регулярного контроля плотности масла.

В итоге определен возможный путь совершенствования ЛИММ: оснащение его электронно-оптическим устройством фазовой модуляции позволит увеличить разрешения манометра до 1/255 интерференционной полосы. В итоге это приведет к уменьшению постоянной части неопределенности измерений давления с помощью ЛИММ в диапазоне 0,1–10 Па в 10–12 раз, что при пересчете в единицы измерения давления составит порядка 0,1 мПа.

Заключение

Создание усовершенствованного ЛИММ, оснащенного оптическим интерференционным устройством с фазовой модуляцией, позволит привести возможности отечественной метрологии низкого абсолютного давления в области 0,1—1 000 Па к уровню лучших мировых эталонов в этом диапазоне измерений. В широком смысле это расширит перспективы развития технологий в данной области измерений, укрепит суверенитет Российской Федерации в области измерений низкого абсолютного давления, повысит авторитет ВНИИМ и российской метрологии в целом.

Благодарности: Автор выражает благодарность А. И. Эйхвальду и И. В. Садковской, сотрудникам научно-исследовательского отдела государственных эталонов в области измерений давления ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», принимавшим участие в работах по совершенствованию Государственного первичного эталона единицы давления для области абсолютного давления в диапазоне $1 \cdot 10^{-1} \div 7 \cdot 10^5$ Па.

Acknowledgments: The author expresses gratitude to A. I. Eikhvald and I. V. Sadkovskaya, employees of the Research Department of State Measurement Standards in the field of Pressure Measurements of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, for their participation in the work on improving the State Primary Standard of the unit of pressure for the field of absolute pressure in the range $1 \cdot 10^{-1} \div 7 \cdot 10^5$ Pa.

Вклад автора: Автор подтверждает единоличную ответственность за сбор данных, анализ и интерпретацию результатов, а также подготовку рукописи.

Contribution of the author: The author confirms sole responsibility for the following: data collection, analysis and interpretation of results, and manuscript preparation.

Конфликт интересов: Автор заявляет, что у него нет потенциального конфликта интересов в связи с исследованием, представленным в данной статье.

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

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

Funding: This research did not receive financial support in the form of a grant from any governmental, for-profit, or non-profit organizations.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

- 1. Новый Государственный первичный эталон единицы давления / *И. В. Садковская* [и др.] // Мир измерений. 2012. № 2(132). С. 19–25.
- 2. Final report on the key comparison CCM.P-K4.2012 in absolute pressure from 1 Pa to 10 kPa / *J. Ricker* [et al.] // Metrologia. 2017. Vol. 54. Tech. Suppl. 07002. https://doi.org/10.1088/0026–1394/54/1A/07002

- 3. Heydemann P. L. M., Tilford C. R., Hyland R. W. Ultrasonic manometers for low and medium vacua under development at the National Bureau of Standards // Journal of Vacuum Science and Technology. 1977. Vol. 14. P. 597–605. https://doi.org/10.1116/1.569158
- 4. A new primary standard oil manometer for absolute pressure up to 10 kPa / Y. Li [et al.] // Metrologia. 2015. Vol. 52, № 1. P. 111–120. https://doi.org/10.1088/0026–1394/52/1/111
- 5. Sabuga W., Hashad A. S., Ehlers S. 2D flow model for calculating effective area of piston-cylinder units // ACTA IMEKO. 2020. Vol. 9, № 5. P. 319–324. https://doi.org/10.21014/acta_imeko.v9i5.992
- 6. *Садковская И. В.*, Эйхвальд А. И., Эйхвальд Т. А. Лазерный интерференционный масляный манометр Государственного первичного эталона единицы давления ГЭТ 101-2011 // Измерительная техника. 2019. № 3. С. 3–7. https://doi.org/10.32446/0368–1025it.2019-3-3-7
- 7. Poulter K. F., Nash P. J. An interferometric oil micromanometer // Journal of Physics E: Scientific Instruments. 1979. Vol. 12, № 5. P. 931–936. https://doi.org/10.1088/0022–3735/12/10/012
- 8. *Садковская И. В., Эйхвальд А. И., Эйхвальд Т. А.* Измерение сжимаемости рабочей жидкости лазерного интерференционного масляного манометра с помощью интерференционного пьезометра низкого давления // Измерительная техника. 2018. № 5. С. 47–49.
- 9. *Садковская И. В., Эйхвальд А. И., Эйхвальд Т. А.* Исследование неопределенности измерений лазерного интерференционного масляного манометра высокого разрешения, вносимой оптическим интерферометром с фазовой модуляцией // Приборы. 2021. № 6 (252). С. 9–12.

REFERENCE

- 1. Sadkovskaya I. V., Cvelik V. A., Kovalkov V. P., Eikhvald A. I. New State primary standard of pressure unit. *Mir izmerenij*. 2012;2(132):19–25. (In Russ.).
- Ricker J., Hendricks J., Bock Th., Dominik Pr., Kobata T., Torres J. et al. Final report on the key comparison CCM.P-K4.2012 in absolute pressure from 1 Pa to 10 kPa. *Metrologia*. 2017;54(Technical Supp 107002). https://doi.org/10.1088/0026-1394/54/1A/07002
- 3. Heydemann P. L. M., Tilford C. R., Hyland R. W. Ultrasonic manometers for low and medium vacua under development at the National Bureau of Standards. *Journal of Vacuum Science and Technology*. 1977;14:597–605. https://doi.org/10.1116/1.569158
- 4. Li Y., Yang Y., Wang J., Sun J. A new primary standard oil manometer for absolute pressure up to 10 kPa. *Metrologia*. 2015;52(1):111–120. https://doi.org/10.1088/0026–1394/52/1/111
- 5. Sabuga W., Hashad A. S., Ehlers S. 2D flow model for calculating effective area of piston-cylinder units. *ACTA IMEKO*. 2020;9(5):319–324. https://doi.org/10.21014/acta_imeko.v9i5.992
- 6. Sadkovskaya I. V., Eikhval'd A. I., Eikhval'd T. A. Laser Interference Oil Manometer of State Primary Standard of the Unit of Pressure Get 101-2011. *Measurement Techniques*. 2019;(3):3-7. (In Russ.). https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2019-3-3-7
- 7. Poulter K. F., Nash P. J. An interferometric oil micromanometer. *Journal of Physics E: Scientific Instruments*. 1979;12(5):931–936. https://doi.org/10.1088/0022-3735/12/10/012
- 8. Sadkovskaya I. V., Eikhval'd T. A., Eikhval'd A. I. Measurements of the compressibility of working liquid of a laser interferometric oil manometer with the help of a low-pressure interferometric piezometer. *Measurement Techniques*. 2018;5:47–49. (In Russ.). https://doi.org/10.1007/s11018-018-1455-9
- 9. Sadkovskaya I. V., Eikhval'd T. A., Eikhval'd A. I. Investigation of the measurement uncertainty of a high-resolution laser interference oil pressure gauge introduced by a phase-modulated optical interferometer. *Pribory*. 2021;6:9–12. (In Russ.).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРЕ

Эйхвальд Татьяна Алексеевна — инженер научноисследовательского отдела государственных эталонов в области измерений давления ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

190005, Россия, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19 e-mail: eichwald@mail.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHOR

Tatiana A. Eikhvald – Engineer, Research Department of State Standards in the field of Pressure Measurements, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology

19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia e-mail: eichwald@mail.ru

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Научная статья УДК 543.424.2 https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-1-22-37





Мера волновых чисел рамановских сдвигов и возможности ее применения для количественного анализа

А. А. Юшина , М. К. Аленичев , А. В. Саакян , А. Д. Левин

ФГБУ «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений», г. Москва, Россия

☐ yushina@vniiofi.ru

Аннотация: Рамановская спектроскопия в основном используется для качественного анализа, поскольку интенсивность рамановских линий зависит от прибора, на котором измерен спектр. В то же время высокая селективность рамановских спектров стимулирует интерес к поиску способов их использования также и для количественного анализа. В этой связи особую актуальность приобретает разработка способов эффективного применения рамановской спектроскопии для количественного анализа.

Целью настоящего исследования являлось изучение возможностей применения для количественного анализа по рамановским спектрам разработанной в ФГБУ «ВНИИОФИ» меры, предназначенной для калибровки рамановских приборов по шкале волновых чисел рамановских сдвигов.

Разработанная мера (93847-24 — регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений) представляет собой полимерную пленку из полистирола с добавлением серы. Мера позволяет хранить и передавать единицу волновых чисел рамановских сдвигов для длин волн возбуждения рамановского рассеяния 532, 633 и 785 нм.

В статье описано исследование, в ходе которого рассмотрена возможность применения данной меры для количественного анализа веществ за счет измерения интенсивности рамановских линий в приборно-независимых единицах. Установлено, что применение меры позволяет определять объемную долю индивидуальных веществ (на примере этанола) с относительной случайной погрешностью менее 3% и относительной систематической погрешностью менее 6%. Для анализа многокомпонентных смесей (спиртов, сахаров) с помощью меры строилась многомерная градуировка с применением метода частичных наименьших квадратов. При этом объемная доля компонентов в неизвестном образце определялась с относительной погрешностью, не превышающей 15%.

Практическая значимость полученных результатов исследования позволяет производить калибровку рамановских микроскопов и спектрометров по шкале волновых чисел рамановских сдвигов, а также осуществлять количественный анализ индивидуальных веществ в многокомпонентных системах с помощью рамановской спектроскопии.

Ключевые слова: рамановская спектроскопия, меры, калибровка по шкале волновых чисел, количественный анализ, хемометрика, многокомпонентные смеси

Принятые сокращения: ФИФ ОЕИ – Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений; КР – комбинационное рассеяние; PLS – Partial Least Squares.

Для цитирования: Мера волновых чисел рамановских сдвигов и возможности ее применения для количественного анализа / *А. А. Юшина* [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2025. Т. 21, № 1. С. 22–37. https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-1-22-37.

Статья поступила в редакцию 13.01.2025; одобрена после рецензирования 10.02.2025; принята к публикации 25.03.2025.

MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

Research Article

The Raman Shift Wavenumber Measure and the Possibilities of its Application for Quantitative Analysis

Anna A. Yushina , Mikhail K. Alenichev , Aram V. Saakian , Aleksander D. Levin

All-Russian Research Institute for Optical and Physical Measurements,
Moscow, Russia

☐ yushina@vniiofi.ru

Abstract: Raman spectroscopy is mainly used for qualitative analysis, since the intensity of Raman lines is instrument dependent. At the same time, the high selectivity of Raman spectra stimulates interest in finding ways to use them for quantitative analysis as well, and the development of methods to effectively apply Raman spectroscopy for quantitative analysis is quite relevant.

The aim of the study was to investigate the possibilities of using the measure developed at the All-Russian Scientific Research Institute for Optical and Physical Measurements and designed for calibration of Raman instruments on the Raman shift wavenumber scale for quantitative analysis from Raman spectra.

The developed measure (registration number in the Federal Information Fund for Ensuring Uniformity of Measurements 93847-24) is a polymer film made of polystyrene with sulfur addition and allows storing and transmitting a unit of Raman shift wavenumber for Raman scattering excitation wavelengths of 532, 633 and 785 nm.

The possibility of using this measure for quantitative analysis of substances by measuring the intensity of Raman lines in instrument-independent units is considered. It was found that the use of the measure allows to determine the volume fraction of individual substances (ethanol) with relative random error less than 3% and relative systematic error less than 6%. To analyze multicomponent mixtures (alcohols, sugars) with the help of the measure, a multivariate calibration was constructed using the Partial Least Squares method. In this case, the volume fraction of components in an unknown sample was determined with a relative error not exceeding 15%.

The practical significance of the obtained study results allows to calibrate Raman microscopes and spectrometers on the Raman shift wavenumber scale, as well as to carry out quantitative analysis of individual substances and multicomponent systems using Raman spectroscopy.

Keywords: Raman spectroscopy, measures, wavenumber calibration, quantitative analysis, chemometrics, multicomponent mixtures

Abbreviations used: FIF OEI – Federal Information Fund for Ensuring the Uniformity of Measurements. RS – Raman Scattering; PLS – Partial Least Squares.

For citation: Yushina A. A., Alenichev M. K., Saakian A. V., Levin A. D. The Raman shift wavenumber measure and the possibilities of its application for quantitative analysis. *Measurement Standards. Reference Materials.* 2025;21(1):22–37. (In Russ.). https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-1-22-37.

The article was submitted 13.01.2025; approved after reviewing 10.02.2025; accepted for publication 25.03.2025.

Введение

Рамановская спектроскопия (спектроскопия комбинационного рассеяния (КР) света) — метод спектрального анализа, достаточно широко распространенный, активно развивающийся и совершенствующийся. Рамановская спектроскопия используется для идентификации соединений в химической промышленности, медицинской диагностике, фармацевтике, криминалистике, для деятельности по обеспечению пищевой безопасности и других сферах [1—7].

В последнее время получает все большее распространение обработка данных оптической спектроскопии, в том числе рамановской, методами хемометрики и машинного обучения. Различают два типа подходов для решения задач хемометрики — классификация и регрессия. Классификация (качественный анализ) устанавливает принадлежность образца к определенному классу. Регрессия (количественный анализ) подразумевает построение градуировочных зависимостей между аналитическим сигналом и содержанием анализируемого компонента в пробе [8].

Рамановская спектроскопия в сочетании с методами классификации используется при решении множества задач. Например, для идентификации алкогольных напитков - определения их торговой марки, сорта, географического происхождения [9-11]. Другим перспективным направлением является идентификация углерода: классификация частиц черного углерода по источнику происхождения [12] и анализ двухслойного графена [13]. Кроме того, данный подход может использоваться для выявления фальсификации меда [14], обнаружения микропластика [15] и бактериальных патогенов [16], диагностики опухолей [17] и иного применения в биомедицине, медицинской диагностике и других областях [8].

Пример применения рамановской спектроскопии в сочетании с хемометрической обработкой данных для количественного анализа — исследование по определению органических компонентов в сложных органоминеральных смесях [18].

Применение рамановской спектроскопии для количественного анализа затруднено из-за аппаратной зависимости интенсивности линий комбинационного рассеяния. Для устранения

данной проблемы апробирована разработанная ФГБУ «ВНИИОФИ» мера волновых чисел рамановских сдвигов (далее по тексту – мера) [19]. Указанная мера, первоначально предназначенная для хранения и передачи волновых чисел рамановских сдвигов, была использована с целью получения интенсивности линий КР в более удобных единицах, зависящих только от характеристик исследуемого образца и толщины конфокальной области прибора.

Мера, представляющая собой помещенную в специальную оправку полистирольную пленку с добавлением серы (рис. 1), предназначена для хранения и передачи единицы шкалы волновых чисел рамановских сдвигов. Мера была испытана при длинах волн возбуждения рамановского рассеяния 532, 633 и 785 нм. Метрологическими характеристиками меры являются значения волновых чисел рамановских сдвигов в диапазоне от 80 до 3 000 см⁻¹, предел допускаемой абсолютной погрешности передачи волновых чисел в этом диапазоне не превышает 1 см⁻¹.

Мера успешно прошла испытания в целях утверждения типа средства измерения (93847–24 – регистрационный номер в ФИФ ОЕИ).



Рис. 1. Фотография меры волновых чисел рамановских сдвигов

Fig. 1. Photograph of the Raman shift wavenumber measure

Мера позволяет измерять интенсивность рамановских линий в приборно-независимых единицах (п. н. е). При этом следует иметь в виду, что интенсивность рамановских линий пропорциональна количеству анализируемого вещества (числу молекул или массе), участвующего в рассеянии. Поэтому при измерениях на рамановском спектрометре или микроскопе зависимость интенсивности линии КР

I от массовой концентрации анализируемого компонента C имеет вид

$$I = I_0 \cdot \sigma \cdot A \cdot S \cdot h \cdot C, \tag{1}$$

где I_0 — интенсивность излучения, возбуждающего КР, Вт/см²; σ — массовое сечение КР для используемой спектральной линии, см²/г; A — безразмерный коэффициент, учитывающий особенности прибора, не зависящие от образца (эффективность сбора рассеянного излучения, чувствительность фотоприемника и т. п.); S и h соответственно — поперечное сечение и толщина области в образце, от которой собирается рассеяние (в случае используемой в большинстве рамановских спектрометров и микроскопов конфокальной оптической схемы эта область называется конфокальной), см² и см соответственно; C — концентрация анализируемого компонента, г/см³.

Параметры I_0 , A и S зависят только от характеристик и настроек прибора; параметры σ и C – только от свойств образца; параметр h в случае объемного образца также зависит от прибора (равен толщине его конфокальной области $h_{\kappa on\phi}$); в случае образца в виде пленки — ее толщине $h_{n\pi}$.

Численное значение интенсивности линии образца в предлагаемых единицах равно отношению регистрируемой прибором интенсивности линии КР исследуемого вещества к опорной интенсивности линии меры, расположенной вблизи используемой линии образца по шкале волновых чисел. Из (1) следует, что при измерениях спектров КР на разных приборах (либо на одном приборе при различных конфокальных объективах или диафрагмах) интенсивность линии КР исследуемого вещества в этих единицах $I_{nорм}$ определяется выражением

$$I_{\text{\tiny HODM}} = \frac{I_{\text{\tiny O}\acute{o}p.}}{I_{\text{\tiny MODM}}} = (\frac{h_{\text{\tiny KOH}\acute{p}.} \cdot C_{\text{\tiny O}\acute{o}p.}}{h_{\text{\tiny MODM}} \cdot C_{\text{\tiny MODM}}}), \tag{2}$$

где $I_{oбp.}$ — интенсивность линии КР образца; $I_{мepa}$ — интенсивность линии КР меры волновых чисел рамановских сдвигов.

Таким образом, интенсивность линии КР в предлагаемых единицах пропорциональна количественному содержанию анализируемого компонента в образце. Единственным параметром прибора, от которого зависит эта

интенсивность, является толщина его конфокальной области.

Далее можно построить градуировочную зависимость интенсивности рамановской линии, выраженной в предлагаемых единицах, от количественного содержания определяемого вещества. Такая зависимость может быть использована для определения количества (молярной концентрации, массовой концентрации или объемной доли) веществ в анализируемых образцах по рамановским спектрам, измеренным на других приборах или на том же приборе, но при измененных условиях. При этом потребуется вводить поправку, учитывающую соотношение толщин конфокальных областей при построении градуировочной зависимости и измерениях в анализируемых образцах.

Целью данного исследования является изучение возможности использования меры волновых чисел рамановских сдвигов на основе пленки из полимерного материала для количественного анализа, в том числе с применением хемометрики.

В задачи исследования входит проверка возможности применения меры для определения объемных долей индивидуальных химических веществ в двух-, трех- и четырехкомпонентных смесях по рамановским спектрам, обработанным с помощью метода частичных наименьших квадратов (Partial Least Squares, PLS).

Материалы и методы Реактивы

Для проведения количественного анализа использовались следующие химические реактивы производства Sigma-Aldrich (Германия): этанол (C_2H_5OH), CAS № 64-17-5, кат. № 493511¹, степень чистоты не менее 95,0 %; метанол (CH_3OH), CAS № 67-56-1, кат. № 34885², степень чистоты не менее 99,9 %; сахароза ($C_{12}H_{22}O_{11}$), CAS № 57-50-1, кат. № S0389³, сте-

¹Ethyl alcohol, Pure 190 proof, ACS spectrophotometric grade, suitable for UV/Vis spectroscopy 64-17-5 // Sigma-Aldrich [Сайт]. URL: https://www.sigmaaldrich.com/RU/en/product/sial/493511 (дата обращения: 27.12.2024).

² Methanol for HPLC, gradient grade, = 99.9 67-56-1 // Sigma-Aldrich [Сайт]. URL: https://www.sigmaaldrich.com/ RU/en/product/sigald/34885 (дата обращения: 27.12.2024).

³ Sucrose 57-50-01, Molecular Biology Grade, S0389, Sigma-Aldrich // Sigma-Aldrich [Сайт]. URL: https://www.

пень чистоты не менее 99,5 %; глюкоза кристаллическая ($C_6H_{12}O_6$), CAS № 50-99-7, кат. № G8270⁴, степень чистоты не менее 99,5 %; фруктоза ($C_6H_{12}O_6$), CAS № 57-48-7, кат. № F0127⁵, степень чистоты не менее 99 %.

Оборудование

Измерения рамановских спектров проводились на раман-люминесцентном портативном спектрометре «ИнСпектр» R532 фирмы «Спектр-М» (Черноголовка, Россия): метрологические характеристики спектрометра (табл. 1).

Измерения массы используемых реагентов проводили на весах лабораторных аналитических Pioneer модификации PA214C I класса

точности, с дискретностью 0,1 мг (38796-08 – регистрационный номер в ФИФ ОЕИ).

Для приготовления растворов использовали дозатор пипеточный одноканальный с переменным объемом от 100 до 1000 мкл ДПОП-1-100-1000 (37432-013 — регистрационный номер в ФИФ ОЕИ). Пределы допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности \pm (от 1,5 до 1,0)%. Предел допускаемого среднеквадратичного отклонения случайной составляющей относительной погрешности от 2,0 до 1,0%.

Методы и процедура исследований

Количественный анализ этанола в водных растворах (двухкомпонентная смесь). Для количественного анализа этанола проводили измерение рамановских спектров образцов растворов этанола со следующими объемными долями вещества: 40, 30, 20 и 10%. Параметры измерения на раман-люминесцентном портативном спектрометре (табл. 2).

Таблица 1. Метрологические характеристики раман-люминесцентного портативного спектрометра «ИнСпектр» R532*

Table 1. Metrological characteristics of the Raman-luminescent portable spectrometer "InSpectr" R532

Наименование характеристики	Значение характеристики
Спектральный диапазон измерений волновых чисел, см-1	от 380 до 3000
Спектральное разрешение, см-1, не более	25
Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения измерений волновых чисел, %, не более	1
Предел допускаемой относительной погрешности измерений волновых чисел, %, не более	± 1

^{*} Приложение к свидетельству № 67741 об утверждении типа средств измерений. Описание типа средства измерений. Экспресс-анализаторы рамановские портативные «ИнСпектр».

Таблица 2. Условия измерения рамановских спектров образцов этанола

Table 2. Conditions for measuring Raman spectra of ethanol samples

Наименование параметра	Значение параметра
Время накопления, мс	2 000
Количество кадров в одном измерении	100
Количество последовательных измерений спектров	10

sigmaaldrich.com/RU/en/product/sigma/s0389 (дата обращения: 27.12.2024).

⁴ D-(+)-Glucose = 99.5 GC50-99-7 // Sigma-Aldrich [Сайт]. URL: https://www.sigmaaldrich.com/RU/en/product/sigma/g8270 (дата обращения: 27.12.2024).

⁵ D-(–)-Fructose = 99 57-48-7 // Sigma-Aldrich [Сайт]. URL: https://www.sigmaaldrich.com/RU/en/product/sigma/f0127 (дата обращения: 27.12.2024).

При указанных условиях измеряли рамановские спектры этанола с разной объемной долей и вычисляли отношение интенсивностей пика этанола к интенсивности близкорасположенного пика меры $(1\,002\,\mathrm{cm}^{-1})\,I_{nonu}$ по (2).

Затем по градуировочному графику в координатах «объемная доля этанола — соотношение интенсивностей» убеждались в линейности зависимости и далее проводили определение концентрации неизвестного образца по одному образцу с известной объемной долей по формуле

$$x_{x} = \frac{x_{1} \cdot I_{nopm,x}}{I_{nopm,l}},\tag{3}$$

где x_1 — известная объемная доля этанола, %; $I_{nopm,1}$ — отношение интенсивностей пиков этанола и меры для образца с известной концентрацией; $I_{nopm,x}$ — отношение интенсивностей пиков этанола и меры для образца с неизвестной объемной долей.

Поскольку спектры КР для построения градуировочных графиков и определения объемной доли компонентов в неизвестных образцах измерялись на одном и том же приборе, не было необходимости ввода упомянутых выше поправок, связанных с толщиной конфокальной области.

Среднее значение определяемой объемной доли этанола рассчитывали по формуле

$$x_{x,cp} = \frac{\sum_{i=1}^{N} x_{x,i}}{N},\tag{4}$$

где $x_{x,i}$ – рассчитанная объемная доля этанола в i-м измерении, %; N – количество измерений.

Относительное среднеквадратическое отклонение случайной составляющей погрешности определения объемной доли этанола оценивали по формуле

$$S = \frac{1}{x_{x,cp}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{N} (x_{x,i} - x_{cp})^{2}}{N - 1}} \cdot 100\%.$$
 (5)

Относительную систематическую составляющую погрешности определения объемной доли этанола оценивали по формуле

$$\Delta = \frac{\left| x_{cp} - x_{\text{\tiny HOM}} \right|}{x_{\text{\tiny HOM}}} \cdot 100\%, \tag{6}$$

где $x_{\text{ном}}$ – объемная доля этанола в образце, определенная по процедуре приготовления.

Относительную погрешность приготовления растворов с использованием пипеточного дозатора рассчитывали по формуле

$$\Theta_{\partial} = \frac{\sqrt{\sum_{j=1}^{M} \Theta_{j}^{2}}}{V_{\partial}} \cdot 100\%, \tag{7}$$

где Θ_j — погрешность j-го дозирования жидкости пипеточным дозатором, равная половине цены деления дозатора; M — число дозирований, необходимых для приготовления раствора; V — объем дозирования, мкл.

Количественный анализ многокомпонентных смесей. Для количественного анализа смеси спиртов была проведена серия измерений рамановских спектров образцов водных смесей этанола и метанола с разными объемными долями. Ниже представлены параметры измерения (табл. 3), соотношение компонентов в образцах (табл. 4).

Для количественного анализа смеси сахаров была проведена серия измерений рамановских спектров образцов водных смесей глюкозы, фруктозы и сахарозы с разными объемными долями. Смеси готовились из модельных растворов глюкозы, фруктозы и сахарозы с массовой концентрацией вещества 1 г/л в каждом. Ниже приведены параметры измерения (табл. 5), соотношение компонентов в образцах (табл. 6).

Количественный анализ веществ в многокомпонентных смесях предполагал исследование наиболее информативных для проведения анализа фрагментов рамановских спектров, интенсивность которых выражена в упоминавшихся выше единицах, и построение многомерной градуировки с применением метода PLS.

Построение многомерной градуировки заключалось в установлении зависимости между информативными фрагментами рамановских спектров образцов обучающего набора, представленными в виде матрицы X (матрицы независимых переменных, или предикторов), Таблица 3. Условия измерения рамановских спектров образцов водных смесей этанола и метанола

Table 3. Conditions for measuring Raman spectra of samples of aqueous mixtures of ethanol and methanol

Наименование параметра	Значение параметра
Время накопления, мс	1 000
Количество кадров в одном измерении	20
Количество последовательных измерений спектров	5

Таблица 4. Соотношение компонентов в образцах водных смесей этанола и метанола Table 4. Ratio of components in samples of aqueous mixtures of ethanol and methanol

№ образца	Объемная доля этанола, %	Объемная доля метанола, %
1	80	10
2	10	80
3	45	45
4	10	10
5	60	30
6	30	60
7	40	20

Таблица 5. Условия измерения рамановских спектров образцов водных смесей глюкозы, фруктозы и сахарозы

Table 5. Conditions for measuring Raman spectra of samples of aqueous mixtures of glucose, fructose and sucrose

Наименование параметра	Значение параметра
Время накопления, мс	1 500
Количество кадров в одном измерении	20
Количество последовательных измерений спектров	5

и значениями объемной доли анализируемых компонентов в этих образцах, представленных в виде матрицы Y (матрицы зависимых переменных, или откликов). Число строк в каждой из этих матриц равно числу образцов обучающего набора n, число столбцов в матрице X соответствует числу волновых чисел f в каждом фрагменте спектра, а в матрице Y — числу анализируемых компонент m.

Под градуировочной моделью понимается регрессионная зависимость в матричном виде,

связывающая предикторы и отклики, то есть позволяющая предсказать концентрации компонентов анализируемого образца по информативному фрагменту его спектра.

В процессе построении такой модели методом PLS происходит понижение размерности задачи путем перехода к новым переменным, обеспечивающим оптимальную корреляцию между предикторами и откликами. Математически такой переход осуществляется путем декомпозиции матриц X и Y. При этом

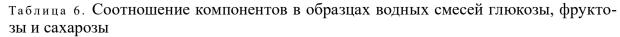


Table 6. Ratio of components in samples of aqueous mixtures of glucose, fructose and sucrose

№ образца	Объемная доля фруктозы, %	Объемная доля глюкозы, %	Объемная доля сахарозы, %
1	50	25	25
2	25	50	25
3	25	25	50
4	33,3	33,3	33,3
5	75	15	10
6	15	10	75
7	20	20	60
8	60	30	10
9	15	70	15
10	60	10	30
11	30	0	70
12	29	71	0
13	80	0	20
14	20	80	0

генерируются новые предикторы, называемые главными компонентами, каждый из которых является линейной комбинацией исходных предикторов. PLS формирует главные компоненты так, чтобы обеспечить их наилучшую корреляцию с откликами, что способствует разработке простой модели с высокой предсказательной способностью.

Метод PLS, подробно описанный в [20], является одним из наиболее эффективных и используемых в хемометрике методов построения многомерных градуировок.

При выполнении исследований использовано два набора спектров: один — для построения градуировки, второй — для проверки ее работоспособности. Все спектры нормировались на спектр меры волновых чисел рамановских сдвигов для представления данных в новых единицах, независимых от всех параметров прибора, кроме толщины конфокальной области.

По градуировочному набору спектров

исследуемых смесей строилась многомерная градуировка, и затем производилась процедура перекрестной валидации (кросс-валидации). Дальнейшая проверка градуировки проводилась с помощью набора спектров, которые не использовались в обучающем наборе.

Все спектры при построении и проверке многомерной градуировки прошли предварительную обработку фильтром Савицкого-Голея (размер окна – 15, степень полинома – 2) и процедуру нормировки. Для количественного анализа смеси спиртов был выбран наиболее информативный диапазон спектра от 117 до 3 000 см⁻¹, для смеси сахаров – от 117 до 1 700 см⁻¹. Для обеих серий анализа определено 7 главных компонент.

Описанные выше операции производились с помощью программы обработки спектров веществ и материалов методами хемометрики и машинного обучения «ИнтелСпектр», разработанной в ФГБУ «ВНИИОФИ» (рег.

№ 2024680485) [21]. Для программной реализации PLSRegression была использована библиотека sklearn Python.

Среднее значение определяемой объемной доли индивидуальных компонентов, относительное среднеквадратическое отклонение случайной составляющей погрешности определения объемной доли, относительную систематическую составляющую погрешности определения объемной доли и относительную погрешность приготовления растворов с использованием пипеточного дозатора вычисляли по формулам (4–7).

Относительную погрешность взвешивания определяли по формуле

$$\Theta_{\scriptscriptstyle e} = \frac{\theta_{\scriptscriptstyle e}}{m_{\scriptscriptstyle u}} \cdot 100\%, \tag{8}$$

где θ_{s} — погрешность взвешивания, равная пределу допускаемой погрешности весов в эксплуатации; m_{u} — масса навески, г.

Относительную погрешность приготовления растворов рассчитывали по формуле

$$\Theta = \sqrt{\Theta_o^2 + \Theta_g^2}.$$
 (9)

Относительную погрешность определения объемной доли компонентов в неизвестном образце при коэффициенте охвата k=2 рассчитывали по формуле

$$S_o = \sqrt{S^2 \cdot t + \Delta^2 + \Theta^2},\tag{10}$$

где t – коэффициент Стьюдента, соответствующий доверительной вероятности P = 0,95 и числу степеней свободы n-l, где n – число измерений.

Результаты и обсуждение

На первом этапе исследования была рассмотрена возможность применения меры волновых чисел рамановских сдвигов для количественного анализа путем сравнения интенсивности пика меры с интенсивностью пика определяемого соединения.

При этом проводилась серия измерений рамановских спектров растворов с разной объемной долей этанола и устанавливалось соотношение между близко расположенными характеристическими пиками этанола и меры (рис. 2). Линейность зависимости между объемной долей этанола и соотношением интенсивностей

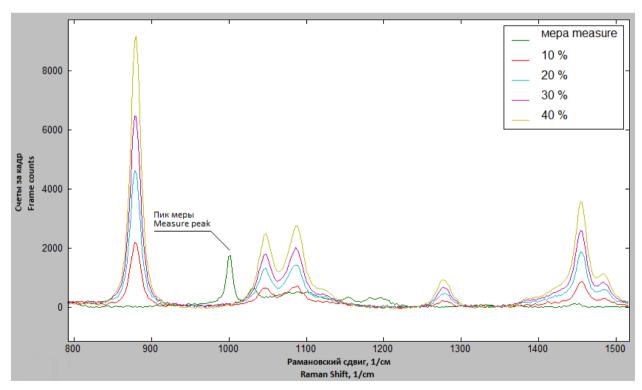


Рис. 2. Фрагменты рамановских спектров меры и растворов с разной объемной долей этанола Fig. 2. Fragments of Raman spectra of measure and ethanol solutions with different volume fraction of ethanol

образца и меры подтверждается градуировочным графиком (рис. 3) (коэффициент детерминации $R^2 = 1,00$).

Линейная зависимость позволила определять объемную долю этанола в неизвестном образце путем сравнения отношения интенсивности его характеристического пика и пика меры с данным отношением для любого образца этанола с известной объемной долей: результаты (табл. 7).

На втором этапе исследования определялась объемная доля этанола и метанола в трехкомпонентной смеси «этанол – метанол – вода» и объемная доля фруктозы, глюкозы и сахарозы в водной смеси сахаров. При этом измерялся ряд рамановских спектров многокомпонентных смесей с разной объемной долей индивидуальных компонентов (рис. 4), и по этим спектрам, отнормированным на меру волновых чисел рамановских сдвигов, строилась

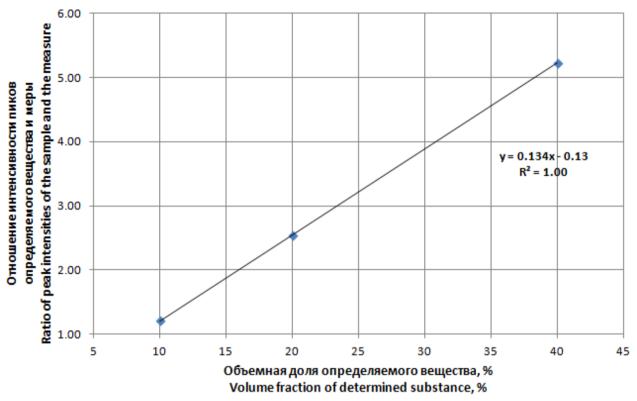


Рис. 3. Градуировочный график для определения объемной доли этанола в неизвестном образце Fig. 3. Calibration graph for determining the ethanol volume fraction in an unknown sample

Таблица 7. Результаты определения объемной доли этанола с помощью меры волновых чисел рамановских сдвигов

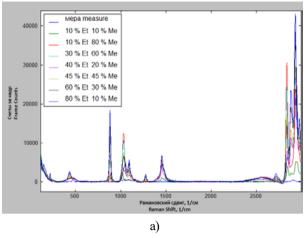
Table 7. Results of determining the ethanol volume fraction using Raman shift wavenumber measure

Результаты измерения	%
Номинальная объемная доля этанола	30
Расчетная объемная доля этанола	28,3
Относительная случайная погрешность измерения	2,2
Относительная систематическая погрешность измерения	5,7

многомерная градуировка методом PLS, а после построения градуировки производилась кросс-валидация (рис. 5).

Результаты проверки многомерной градуировки с помощью отнормированных на меру рамановских спектров многокомпонентных смесей, не использовавшихся при ее построении (табл. 8 и 9).

С помощью градуировки, построенной по рамановским спектрам смеси спиртов,



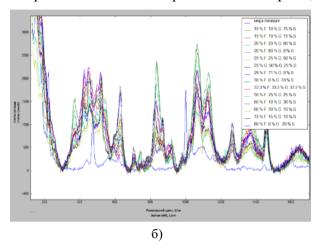


Рис. 4. Фрагменты рамановских спектров меры и образов, использованные для количественного анализа: а) смеси спиртов; б) смеси сахаров

Fig. 4. Fragments of Raman spectra of the measure and samples used for quantitative analysis of: a) the mixtures of alcohols; b) the mixture of sugars

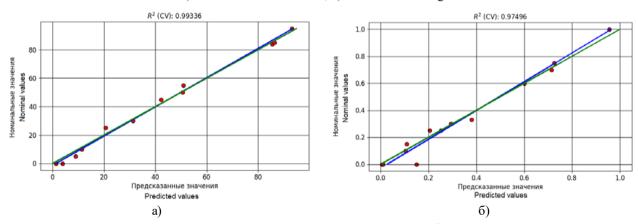


Рис. 5. Результаты кросс-валидации: a) для смеси спиртов; б) для смеси сахаров Fig. 5. Cross-validation results for: a) the mixture of alcohols; b) the mixture of sugars

Таблица 8. Результаты определения объемной доли компонентов в смеси спиртов с помощью меры волновых чисел рамановских сдвигов и метода PLS

Table 8. Results of determining the volume fraction of components in a mixture of alcohols using the Raman shift wavenumber measure and the PLS method

Результаты измерения	Этанол	Метанол	Вода
Номинальная объемная доля, %	50	30	20
Предсказанная объемная доля, %	48,6	31,1	23,7
Относительная погрешность измерения, %	5,7	4,2	8,1

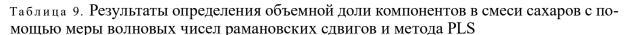


Table 9. Results of determining the volume fraction of components in a mixture of sugars using the Raman shift wavenumber measure and the PLS method

Результаты измерения	Фруктоза	Глюкоза	Сахароза
Номинальная объемная доля, %	10	75	15
Предсказанная объемная доля, %	10,8	71,9	17
Относительная погрешность измерения, %	9,1	7,1	14,3

объемная доля отдельных компонентов определяется с относительной погрешностью, не превышающей 8,1 %. Многомерная градуировка, построенная по спектрам смеси сахаров, позволяет определять объемную долю компонентов в неизвестном образце с относительной погрешностью, не превышающей 14,3 %.

Таким образом, мера волновых чисел рамановских сдвигов действительно позволяет не только получать рамановские спектры, независимые от всех параметров прибора, кроме толщины конфокальной области, но и эффективно проводить количественный анализ. Использование при этом методов хемометрики позволяет определять индивидуальные компоненты в сложных многокомпонентных смесях, что открывает перспективное направление для дальнейших исследований.

При использовании для построения градуировки и измерения спектров КР анализируемых образцов разных приборов, необходимо учитывать отношение толщин конфокальных областей этих приборов. В настоящее время в ФГБУ «ВНИИОФИ» разрабатывается способ экспериментального определения этого отношения.

Заключение

В настоящей статье мы рассмотрели перспективы использования меры волновых чисел рамановских сдвигов на основе полистирольной пленки с добавлением серы, разработанной ФГБУ «ВНИИОФИ» (93847–24 – регистрационный номер в ФИФ ОЕИ), для количественного анализа индивидуальных соединений и многокомпонентных систем. В основе такого подхода лежит возможность получения с помощью меры рамановских спектров в единицах,

независимых от всех параметров прибора, кроме толщины конфокальной области

В ходе экспериментальных исследований установлена возможность применения меры для определения объемной доли химических веществ, при этом для обеспечения приборной независимости спектров осуществляется прямое сравнение интенсивности линий КР в спектре измеряемого образца с интенсивностью линий КР в спектре меры. Относительная случайная погрешность измерения объемной доли образца этанола при этом составляет 2,2%, а относительная систематическая погрешность — 5,7%.

Также определена возможность использования меры для количественного анализа многокомпонентных смесей с применением хемометрики. В этом случае для определения объемной доли используются наиболее информативные фрагменты нормированных рамановских спектров, на основе которых строится многомерная градуировка с применением метода частичных наименьших квадратов. Данный подход позволяет определять объемную долю индивидуальных компонентов в смеси спиртов с относительной погрешностью, не превышающей 8,1 %. Для смеси сахаров относительная погрешность измерения объемной доли компонентов в неизвестном образце не превышает 14,3%.

Таким образом, установлена возможность применения меры волновых чисел рамановских сдвигов для эффективного количественного анализа. Разработанный метод в дальнейшем будет усовершенствован за счет введения поправок на толщину конфокальной области, что позволит использовать градуировки, построенные с помощью одного прибора, для

определения концентраций по спектрам KP, измеренным на других рамановских спектрометрах или микроскопах.

Благодарности: Авторы выражают благодарность Федеральному агентству по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт) за финансовую поддержку в рамках опытно-конструкторской работы по теме «Разработка и выпуск новых комплексов стандартных образцов и мер для обеспечения единства измерений по приоритетным направлениям в целях технологического суверенитета Российской Федерации» (шифр ОКР «Суверенитет»), сотруднику ФГБУ «ВНИИОФИ» Сергею Александровичу Тарелкину за полезные обсуждения, а также сотрудникам Института органической химии им. Н. Д. Зелинского Российской академии наук Николаю Эдуардовичу Нифантьеву и Вадиму Борисовичу Крылову за предоставление реактивов для проведения экспериментов.

Acknowledgments: The authors express gratitude to the Federal Agency on Technical Regulating and Metrology for financial support within the framework of the implementation of experimental design work on the subject «Development and release of new sets of standard reference materials and measures to ensure the uniformity of measurements in priority areas for the purposes of technological sovereignty of the Russian Federation» (code of the Development Work «SUVERENITET»), to employee of the All-Russian Scientific Research Institute for Optical and Physical Measurements Sergey A. Tarelkin for useful discussions, as well as to employees of the Institute of Organic Chemistry named after. N. D. Zelinsky Russian Academy of Sciences Nikolai E. Nifantiev and Vadim B. Krylov for providing reagents for conducting experiments.

Вклад авторов: Все авторы внесли вклад в концепцию и дизайн исследования. Юшина А. А. — проведение исследовательских работ, написание текста рукописи, формулировка выводов, создание визуальных

материалов и др.; Аленичев М. К. – разработка замысла исследования, проведение исследовательских работ и др.; Саакян А. В. – программирование, осуществление формального анализа, работа с источниками литературы и др.; Левин А. Д. – концепция работы, разработка методологии, курирование данных, руководство.

Contribution of the authors: All authors contributed to the study's conception and design. Yushina A. A. – conducting research, writing the text of the manuscript, formulating conclusions, creating visual materials, etc.; Alenichev M. K. – developing the research idea; conducting research, etc.; Saakian A. V. – programming; carrying out formal analysis; working with literature sources, etc.; Levin A. D. – work concept; methodology development; data curation; leadership.

Конфликт интересов: Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Conflict of interest: The authors declare no conflict of interest requiring disclosure in this article.

Финансирование: Работа выполнена в рамках Договора № 108-ЕП/223/2023 от 19.06.2023, являющегося составной частью ГК № 120—38/2023 от 17.05.2023 на выполнение опытно-конструкторской работы по теме «Разработка и выпуск новых комплексов стандартных образцов и мер для обеспечения единства измерений по приоритетным направлениям в целях технологического суверенитета Российской Федерации» (шифр ОКР «Суверенитет»).

Funding: The work was carried out within the framework of Agreement No. 108-EP/223/2023 dated 19.06.2023, which is an integral part of the Government Contract No. 120–38/2023 dated 17.05.2023 for the implementation of experimental design work on the subject «Development and release of new sets of standard reference materials and measures to ensure the uniformity of measurements in priority areas for the purposes of technological sovereignty of the Russian Federation» (code of the Development Work «SUVERENITET»).

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

- 1. Benattia F. K., Arrar Z., Dergal F. Methods and applications of Raman spectroscopy: a powerful technique in modern research, diagnosis, and food quality control // Current Nutrition & Food Science. 2024. Vol. 20, № 1. P. 41–61. https://doi.org/10.2174/1573401319666230503150005
- 2. Xiao L., Feng S., Lu X. Raman spectroscopy: Principles and recent applications in food safety // Advances in Food and Nutrition Research. 2023. Vol. 106. P. 1–29. https://doi.org/10.1016/bs.afnr.2023.03.007
- 3. Khristoforova Y., Bratchenko L., Bratchenko I. Raman-based techniques in medical applications for diagnostic tasks: a review // International Journal of Molecular Sciences. 2023. Vol. 24, № 21. P. 15605. https://doi.org/10.3390/ijms242115605
- Raman spectroscopy for viral diagnostics / J. Lukose [et al.] // Biophysical Reviews. 2023. Vol. 15, № 2. P. 199–221. https://doi.org/10.1007/s12551-023-01059-4
- 5. Recent advancements and applications of Raman spectroscopy in pharmaceutical analysis / K. C. Shah [et al.] // Journal of Molecular Structure. 2023. Vol. 1278. P. 134914. https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2023.134914
- 6. Ott C. E., Arroyo L. E. Transitioning surface-enhanced Raman spectroscopy (SERS) into the forensic drug chemistry and toxicology laboratory: Current and future perspectives // Wiley Interdisciplinary Reviews: Forensic Science. 2023. Vol. 5, № 4. P. e1483. https://doi.org/10.1002/wfs2.1483
- 7. Chauhan S., Sharma S. Applications of Raman spectroscopy in the analysis of biological evidence // Forensic Science, Medicine and Pathology. 2024. Vol. 20, № 3. P. 1066–1090. https://doi.org/10.1007/s12024–023–00660-z
- 8. Recent progresses in machine learning assisted Raman spectroscopy / Y. Qi [et al.] // Advanced Optical Materials. 2023. Vol. 11, № 14. P. 2203104. https://doi.org/10.1002/adom.202203104
- 9. Berghian-Grosan C., Magdas D. A. Application of Raman spectroscopy and Machine Learning algorithms for fruit distillates discrimination // Scientific reports. 2020. Vol. 10, № 1. P. 21152. https://doi.org/10.1038/s41598-020-78159-8
- 10. Using Raman spectroscopy as a fast tool to classify and analyze Bulgarian wines-A feasibility study / V. Deneva [et al.] // Molecules. 2019. Vol. 25, № 1. P. 170. https://doi.org/10.3390/molecules25010170
- 11. Learning algorithms for identification of whisky using portable Raman spectroscopy / K. J. Lee [et al.] // Current Research in Food Science. 2024. Vol. 8. P. 100729. https://doi.org/10.1016/j.crfs.2024.100729
- 12. Black Carbon characterization with Raman spectroscopy and machine learning techniques: first results for urban and rural area / L. Drudi [et al.] // Global NEST International Conference on Environmental Science & Technology: Collection of works 18th International Conference on Environmental Science and Technology CEST 2023, Athens, Greece, 30 August to 2 September 2023. https://doi.org/10.30955/gnc2023.00088
- 13. Machine-learning models for Raman spectra analysis of twisted bilayer graphene / N. Sheremetyeva [et al.] // Carbon. 2020. Vol. 169. P. 455–464. https://doi.org/10.1016/j.carbon.2020.06.077
- 14. Raman spectroscopy combined with machine learning algorithms to detect adulterated Suichang native honey / S. Hu [et al.] // Scientific reports. 2022. Vol. 12, № 1. P. 3456. https://doi.org/10.1038/s41598-022-07222-3
- 15. Machine learning assisted Raman spectroscopy: A viable approach for the detection of microplastics / M. Sunil [et al.] // Journal of Water Process Engineering. 2024. Vol. 60. P. 105150. https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2024.105150
- 16. Machine learning-assisted raman spectroscopy and SERS for bacterial pathogen detection: clinical, food safety, and environmental applications / *M. H. U. Rahman* [et al.] // Chemosensors. 2024. Vol. 12, № 7. P. 140. https://doi.org/10.3390/chemosensors12070140
- 17. Qi Y., Liu Y., Luo J. Recent application of Raman spectroscopy in tumor diagnosis: from conventional methods to artificial intelligence fusion // PhotoniX. 2023. Vol. 4, № 1. P. 22. https://doi.org/10.1186/s43074-023-00098-0
- 18. Machine learning analysis of Raman spectra to quantify the organic constituents in complex organic-mineral mixtures / M. Zarei [et al.] // Analytical Chemistry. 2023. Vol. 95, № 43. P. 15908–15916. https://doi.org/10.1021/acs.analchem.3c02348
- 19. Аленичев М. К., Юшина А. А. Мера волновых чисел рамановских сдвигов широкого диапазона на основе полимерного материала обучения // Измерительная техника. (В печати.)
- 20. *Kumar K*. Partial least square (PLS) analysis: Most favorite tool in chemometrics to build a calibration model // Resonance. 2021. Vol. 26. P. 429–442. https://doi.org/10.1007/s12045-021-1140-1
- 21. *Саакян А. В., Левин А. Д.* Программное обеспечение для обработки спектральных данных методами хемометрики и машинного обучения // Аналитика. 2024. Т. 14, № 2. С. 154–160. https://doi.org/10.22184/2227–572X.2024.14.2.154.160

REFERENCES

1. Benattia F. K., Arrar Z., Dergal F. Methods and applications of Raman spectroscopy: a powerful technique in modern research, diagnosis, and food quality control. *Current Nutrition & Food Science*. 2024;20(1):41–61. https://doi.org/10.2174/1573401319666230503150005

- 2. Xiao L., Feng S., Lu X. Raman spectroscopy: Principles and recent applications in food safety. *Advances in Food and Nutrition Research*. 2024;106:1–29. https://doi.org/10.1016/bs.afnr.2023.03.007
- Khristoforova Y., Bratchenko L., Bratchenko, I. Raman-Based Techniques in Medical Applications for Diagnostic Tasks: A Review. *International Journal of Molecular Sciences*. 2024;24(21):15605. https://doi.org/10.3390/ijms242115605
- 4. Lukose J., Barik A. K., Mithun N., Pavithran S., George S. D., Murukeshan V. M. et al. Raman spectroscopy for viral diagnostics. *Biophysical Reviews*. 2023;15(2):199–221. https://doi.org/10.1007/s12551-023-01059-4
- Shah K. C., Shah M. B., Solanki S. J., Makwana V. D., Sureja D. K., Gajjar A. K. et al. Recent advancements and applications of Raman spectroscopy in pharmaceutical analysis. *Journal of Molecular Structure*. 2023;1278:134914. https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2023.134914
- 6. Ott C. E., Arroyo L. E. Transitioning surface-enhanced Raman spectroscopy (SERS) into the forensic drug chemistry and toxicology laboratory: Current and future perspectives. *Wiley Interdisciplinary Reviews: Forensic Science*. 2023;5(4):e1483. https://doi.org/10.1002/wfs2.1483
- 7. Chauhan S., Sharma S. Applications of Raman spectroscopy in the analysis of biological evidence. *Forensic Science, Medicine and Pathology.* 2024;20(3):1066–1090. https://doi.org/10.1007/s12024–023–00660-z
- 8. Qi Y., Hu D., Jiang Y., Wu Z., Zheng M., Chen E. X. et al. Recent progresses in machine learning assisted Raman spectroscopy. *Advanced Optical Materials*. 2023;11(14):2203104. https://doi.org/10.1002/adom.202203104
- 9. Berghian-Grosan C., Magdas D. A. Application of Raman spectroscopy and Machine Learning algorithms for fruit distillates discrimination. *Scientific reports*. 2020;10(1):21152. https://doi.org/10.1038/s41598-020-78159-8
- Deneva V., Bakardzhiyski I., Bambalov K., Antonova D., Tsobanova D., Bambalov V. et al. Using Raman spectroscopy as a fast tool to classify and analyze Bulgarian wines-A feasibility study. *Molecules*. 2019;25(1):170. https://doi.org/10.3390/molecules25010170
- 11. Lee K. J., Trowbridge A. C., Bruce G. D., Dwapanyin, G. O., Dunning K. R., Dholakia K. Learning algorithms for identification of whisky using portable Raman spectroscopy. *Current Research in Food Science*. 2024;8:100729. https://doi.org/10.1016/j.crfs.2024.100729
- 12. Drudi L., Giardino M., Janner D., Pognant F., Matera F., Sacco M., Bellopede R. Black Carbon characterization with Raman spectroscopy and machine learning techniques: first results for urban and rural area. In: Global NEST International Conference on Environmental Science & Technology: Collection of works 18th International Conference on Environmental Science and Technology CEST 2023, 30 August to 2 September 2023, Athens, Greece. https://doi.org/10.30955/gnc2023.00088
- 13. Sheremetyeva N., Lamparski M., Daniels C., Van Troeye B., Meunier V. Machine-learning models for Raman spectra analysis of twisted bilayer grapheme. *Carbon*. 2020;169:455–464. https://doi.org/10.1016/j.carbon.2020.06.077
- Hu S., Li H., Chen C., Chen C., Zhao D., Dong B. et al. Raman spectroscopy combined with machine learning algorithms to detect adulterated Suichang native honey. *Scientific reports*. 2022;12(1):3456. https://doi.org/10.1038/s41598-022-07222-3
- 15. Sunil M., Pallikkavaliyaveetil N., Gopinath A., Chidangil S., Kumar S., Lukose J. Machine learning assisted Raman spectroscopy: A viable approach for the detection of microplastics. *Journal of Water Process Engineering*. 2024;60:105150. https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2024.105150
- Rahman M. H. U., Sikder R., Tripathi M., Zahan M., Ye T., Gnimpieba Z. E. et al. Machine learning-assisted raman spectroscopy and SERS for bacterial pathogen detection: clinical, food safety, and environmental applications. *Chemosensors*. 2024;12(7):140. https://doi.org/10.3390/chemosensors12070140
- 17. Qi Y., Liu Y., Luo J. Recent application of Raman spectroscopy in tumor diagnosis: from conventional methods to artificial intelligence fusion *PhotoniX*. 2023;4(1):22. https://doi.org/10.1186/s43074-023-00098-0
- 18. Zarei M., Solomatova N. V., Aghaei H., Rothwell A., Wiens J., Melo L. et al. Machine Learning Analysis of Raman Spectra To Quantify the Organic Constituents in Complex Organic-Mineral Mixtures. *Analytical Chemistry*. 2023;95(43):15908–15916. https://doi.org/10.1021/acs.analchem.3c02348
- 19. Alenichev M. K., Yushina A. A. A wide-range Raman shift wavenumber measure based on a polymer material. *Izmeritelnaya Technika*. (In Russ.). (In press.)
- 20. Kumar K. Partial least square (PLS) analysis: Most favorite tool in chemometrics to build a calibration model. *Resonance*. 2021;26:429–442. https://doi.org/10.1007/s12045-021-1140-1
- 21. Sahakyan A. V., Levin A. D. Software for spectral data processing by chemometrics and machine learning methods. *Analitika*. 2024;14(2):154–160. (In Russ.). https://doi.org/10.22184/2227–572X.2024.14.2.154.160

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Юшина Анна Андреевна – инженер лаборатории аналитической спектроскопии и метрологии наночастип ФГБУ «ВНИИОФИ»

119361, г. Москва, ул. Озерная, 46 e-mail: yushina@vniiofi.ru Researcher ID: ABP-6840-2022

Аленичев Михаил Константинович – научный сотрудник лаборатории аналитической спектроскопии и метрологии наночастиц ФГБУ «ВНИИОФИ»

119361, г. Москва, ул. Озерная, 46 e-mail: alenichev@vniiofi.ru https://orcid.org/0000-0001-6336-8900

Саакян Арам Ваганович — инженер-программист лаборатории аналитической спектроскопии и метрологии наночастиц ФГБУ «ВНИИОФИ»

119361, г. Москва, ул. Озерная, 46 e-mail: saakian.av@phystech.edu https://orcid.org/0000-0002-4012-4935

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

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

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Anna A. Yushina – Engineer of the Laboratory of Analytical Spectroscopy and Metrology of Nanoparticles, All-Russian Scientific Research Institute for Optical and Physical Measurements (VNIIOFI) 46 Ozernaya st., Moscow, 119361, Russia e-mail: yushina@vniiofi.ru Researcher ID: ABP-6840-2022

Mikhail K. Alenichev – Researcher of the Laboratory of Analytical Spectroscopy and Metrology of Nanoparticles, All-Russian Scientific Research Institute for Optical and Physical Measurements (VNIIOFI) 46 Ozernaya st., Moscow, 119361, Russia e-mail: alenichev@vniiofi.ru https://orcid.org/0000-0001-6336-8900

Aram V. Saakian – Software Engineer of the Laboratory of Analytical Spectroscopy and Metrology of Nanoparticles, All-Russian Scientific Research Institute for Optical and Physical Measurements (VNIIOFI) 46 Ozernaya st., Moscow, 119361, Russia e-mail: saakian.av@phystech.edu https://orcid.org/0000-0002-4012-4935

Alexander D. Levin – Dr. Sci. (Eng.), Leading Researcher of the Laboratory of Analytical Spectroscopy and Metrology of Nanoparticles, All-Russian Scientific Research Institute for Optical and Physical Measurements (VNIIOFI) 46 Ozernaya st., Moscow, 119361, Russia e-mail: levin-ad@vniiofi.ru

https://orcid.org/0000-0001-9087-952X

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Научная статья УДК 53.089.68::620.171.35 https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-1-38-52





Разработка поверочной схемы для средств измерений деформации, используемых при одноосных испытаниях

Л. А. Трибушевская ⊠

Аннотация: В статье рассмотрена проблема отсутствия прослеживаемости результатов измерений механической деформации к государственным эталонам единиц величин и описано исследование, целью которого являлась разработка проекта поверочной схемы. Проанализированы требования к метрологическим характеристикам тензометров, предъявляемые в отечественных и зарубежных стандартах. Определены основные способы нормирования метрологических характеристик, проведен их сравнительный анализ. Установлены преимущества и недостатки нормирования метрологических характеристик экстензометров, определенных в ISO 9513 Metallic materials — Calibration of extensometer systems used in uniaxial testing и ASTM E83 Standard practice for verification and classification of extensometer systems. Предложен единый подход к способу выражения допускаемых значений погрешности в единицах, принятых для измерений механической деформации, и представлен порядок передачи единицы деформации таким средствам измерений, как экстензометры, тензометры и измерительные преобразователи деформации. Предлагаемая поверочная схема для средств измерений деформации имеет значимость при установлении метрологической прослеживаемости средств измерений деформации, применяемых при одноосных испытаниях.

Работа сфокусирована на вопросах, которые необходимо учесть при создании единой системы метрологического обеспечения измерений деформации, в частности — о необходимости введения классификации средств измерений деформации, способах нормирования метрологических характеристик и методах передачи единицы от эталонов к измерителям деформации.

Ключевые слова: тензометры, экстензометры, измерение деформации, поверочная схема, испытания на растяжение, испытания на сжатие, одноосные испытания, начальная расчетная длина, базовая длина, ISO 9513, ASTM E83, машины испытательные

Ссылка при цитировании: *Трибушевская Л. А.* Разработка поверочной схемы для средств измерений деформации, используемых при одноосных испытаниях // Эталоны. Стандартные образцы. 2025. Т. 21, № 1. С. 38—52. https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-1-38-52.

Статья поступила в редакцию 20.11.2024; одобрена после рецензирования 13.12.2024; принята к публикации 25.03.2025.

MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

Research Article

Development of a Verification Schedule for Deformation Measuring Instruments Used in Uniaxial Tests

Lydia A. Tribushevskaia ⊠

Abstract: The article considers the problem of the lack of traceability of mechanical deformation measurement results to state standards of measurement units and describes a study aimed at developing a verification schedule design. The requirements for metrological characteristics of strain gauges presented in domestic and foreign standards are analyzed. The main methods of standardization of metrological characteristics are defined; their comparative analysis is carried out. The advantages and disadvantages of standardization of metrological characteristics of extensometers defined in ISO 9513 and ASTM E83 are established. A unified approach to the method of expressing permissible error values in units adopted for measuring mechanical deformation is proposed, and the procedure for transferring the unit of deformation to such measuring instruments as extensometers, strain gauges and measuring transducers of deformation is presented. The proposed verification schedule for deformation measuring instruments is important in establishing the metrological traceability of deformation measuring instruments used in uniaxial tests.

The work is focused on issues that need to be taken into account when creating a unified system of metrological support for deformation measurements, in particular, the need to introduce a classification of deformation measuring instruments, methods for standardizing metrological characteristics, and methods for transferring units from standards to deformation measuring instruments.

Keywords: strain gauges, extensometers, strain measurement, verification schedule, tensile tests, compression tests, uniaxial tests, initial gauge length, reference length, ISO 9513, ASTM E83, testing machines

For citation: Tribushevskaia L. A. Development of a verification schedule for deformation measuring instruments used in uniaxial tests. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2025;21(1):38–52. (In Russ.). https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-1-38-52.

The article was submitted 20.11.2024; approved after reviewing 13.12.2024; accepted for publication 25.03.2024.

Введение

Меры и модели измерения деформации

Испытания на растяжение/сжатие широко применяются для определения характеристик прочности, упругости, пластичности и др. [1, 2] в проектировании и изготовлении компонентов, машин и конструкций [3–7]. При одноосном

испытании одновременно измеряются сила и деформация при растяжении (сжатии).

В общем понимании деформация есть изменение размеров и формы физических тел, вызванное переменой взаимного положения частиц тела, связанное с их перемещением друг относительно друга, обусловленное либо полем

напряжений (механическая деформация), либо изменением температуры (тепловое расширение). Характеристики прочности обусловлены не столько значением абсолютного изменения взаимного положения частиц тела, сколько его относительного изменения. В механике сплошных сред принято оперировать величиной «деформация бесконечно малой окрестности материальной точки» — так называемой мерой деформации. На практике используют различные меры деформации, которые позволяют оценить отдельные компоненты деформации или деформации отдельных элементов изделия: изменения линейных размеров, изменения углов, некоторых площадей и др. [8].

Перечислим наиболее распространенные меры деформации:

- нормальная инженерная деформация (относительная деформация):

$$\varepsilon = (l_1 - l_0)/l_0,\tag{1}$$

где ε — нормальная инженерная деформация (часто данную величину выражают в процентах) [9]; l_0 — начальная измеренная линейная геометрическая характеристика образца; l_1 — конечная измеренная линейная геометрическая характеристика образца;

- *деформация Генки* (логарифмическая (истинная) степень деформации), используемая также при расчетах параметров волочения:

$$e = ln (l_1/l_0);$$
 (2)

– деформация Алъманси – Эйлера, деформация Грина – Лагранжа и др.

Данные меры имеют свои преимущества и ограничения, понятны и в первом приближении адекватно описывают элементарные деформации в простых процессах деформирования – растяжении и осадке (сжатии). Под «первым приближением» в данном контексте следует понимать однородность деформации по всему объему, монотонность процесса деформирования [10], идентичность геометрии образца до деформации и после (т. е. отсутствие шейки, бочкообразности и т. д.).

В реальности по объективным причинам невозможно осуществление не только таких идеальных условий деформирования, но и идеальной геометрии, структуры деформируемого материала. Выбор моделей измерения

деформации материала обусловлен задачами исследования:

- физические модели направлены на изучение влияния несовершенств кристаллической решетки на их прочность; на исследования возможностей повышения прочности и пластичности металлов и сплавов, однако они не дают оценки механических свойств реальных материалов;
- инженерно-физические модели рассматривают материал как совокупность зерен с различной ориентированной кристаллической структурой, позволяют объяснить ряд важных особенностей поведения материала и могут применяться в задачах прочностной надежности тел, для которых модель сплошности не применима [11];
- инженерные модели сплошной среды рассматривают материал как сплошное и однородное тело. Такие модели усредняют свойства в объемах материала, содержащих достаточно большое число структурных элементов (например, зерен материала). Однородность понимается в том смысле, что все неоднородные дискретные структурные элементы заменяются «осредненной» непрерывной средой¹.

Инженерные модели материала (модели сплошной среды) широко применяются в задачах прочностной надежности в сочетании с системой экспериментальных исследований, и логично при одноосных испытаниях использование меры инженерной (относительной) деформации для измерений деформации.

При испытаниях на растяжение деформация (ε) аппроксимируется средним единичным удлинением в направлении приложенной силы, определяемым по общему удлинению (ΔL) выбранной измерительной длины (L_0) [8], и деформация выражается отношением

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0}. (3)$$

Методы и основные средства измерений деформации

Существует большое разнообразие методов измерения деформации при испытании на растяжение, например с помощью

 $^{^1}$ *Биргер И. А., Мавлютов Р. Р.* Сопротивление материалов : Учебное пособие. М. : Наука. Гл. ред. физ.-мат. лит., 1986. 560 с.

тензометрического датчика, экстензометра, движения траверсы машины, геометрический муаровый метод, оптические методы измерения деформации и др.

ГОСТ 18957–732 устанавливает, что тензометры предназначены для измерения линейных деформаций строительных материалов и конструкций в статическом режиме в условиях непосредственного и постоянного соприкосновения с объектом измерений и бывают механическими, оптико-механическими и электромеханическими тензорезисторными. ISO 9513³ дает определение слова «extensometer» как «оборудование, используемое для измерения смещения или деформации на поверхности испытуемого образца». Важно, что в переводе значение слова «tensometer» не совпадает с русскоязычным значением слова «тензометр», установленным ГОСТ 18957-73. В настоящей статье для применяемых при одноосных испытаниях средств измерений деформации принят термин, распространенный в русском языке, а именно – экстензометр.

Преимуществами экстензометров перед остальными средствами и методами являются, в частности, точность, простота использования и подконтрольность [12]. Так, например, в исследованиях [13] авторы усовершенствовали оптический экстензометр, использовав модернизированный объектив и меняя ширину угла обзора с помощью оптических призм. Результаты показали, что значения деформации, полученные с помощью предложенного экстензометра при одноосном растяжении, отлично согласуются с данными, полученными с помощью тензометрического датчика, что подтверждает высокую точность оптического экстензометра. Работа [14] посвящена определению влияющих на деформацию горной породы отклонений, полученных с помощью навесных экстензометров на силоизмерительной машине, для повышения точности измерения деформации. Исследование заключалось в проведении циклических температурных испытаний образца алюминиевого сплава

при изменении температуры окружающей среды до 90 °C при гидростатическом давлении, поддерживаемом на уровне 2 МПа. В исследовании [15] представлены результаты испытаний по оценке точности измерений, проводимых оптической системой анализа полей перемещений и деформаций при одновременном использовании навесного осевого датчика деформации. Показана высокая эффективность применения метода корреляции цифровых изображений для изучения поведения материалов на стадиях неупругого деформирования при возникновении неоднородных полей деформаций, а также волн локализованной пластической деформации.

Актуальные проблемы исследования

Одной из важнейших задач является получение достоверного и воспроизводимого результата измерений в условиях прослеживаемости [16—18]. Представленные в утвержденной Приказом № 2498⁴ поверочной схеме для средств измерений силы машины силоизмерительные поверяются в эксплуатации, таким образом результат измерений силы является прослеживаемым. Многие силоизмерительные машины при поставке укомплектованы экстензометрами, что позволяет с помощью единого программного обеспечения обеспечить синхронное получение результатов измерений силы и деформации и дальнейшую их математическую обработку.

Однако при внесении в раздел «Утвержденные типы средств измерений» ФИФ ОЕИ⁵ часто метрологические характеристики экстензометра не подтверждаются, что приводит к пренебрежению данным средством измерений в ходе испытаний в пользу измерителей перемещения траверсы, что негативно сказывается на точности и сопоставимости результатов измерений, полученных в одной и тем более в разных лабораториях. Причиной сложившейся ситуации является отсутствие метрологического обеспечения на уровне нормативных документов

² ГОСТ 18957–73 Тензометры для измерения линейных деформаций строительных материалов и конструкций. Общие технические условия.

³ISO 9513 Metallic materials – Calibration of extensometer systems used in uniaxial testing.

⁴ Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений силы: Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2498 от 22 октября 2019 г.

 $^{^{5}}$ Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

для данных средств измерений, в частности поверочной схемы, стандартизованной методики поверки и, соответственно, документированных требований в стандартах на методы испытаний.

В настоящее время к действующим документам в области измерения деформации относится ГОСТ $8.543-86^6$, который в силу ряда несоответствий фактически не является рабочим [19]. В последнее десятилетие отмечается востребованность метрологического обеспечения в области измерений деформации. Об этом свидетельствует регистрация более 40 новых типов средств измерений деформации, прошедших испытания в целях утверждения типа и внесенных в ФИФ ОЕИ: тензорезисторы (10 типов); датчики измерений локальных деформаций (6 типов); тензометры, включая экстензометры (22 типа); тензокалибраторы и установки воспроизведения деформации (10 типов). Общий объем поступающих на отечественный рынок средств измерений деформации превышает 1 млн шт. в год. Приходится констатировать определенное отставание уровня нормативной и эталонной базы потребностям в метрологическом обеспечении этого вида измерений. Очевидна необходимость обеспечения документально подтвержденной установленной связи средств измерений деформации с Государственным первичным эталоном длины, т. е. обеспечения прослеживаемости в соответствии с требованиями 102-Ф3⁷.

Предмет и цель исследования

УНИИМ — филиалом ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» в 2019 г. разработана и утверждена Государственная первичная референтная методика измерений (ГПРМИ) деформации поверхности упругодеформированной балки прямоугольного постоянного сечения, нагружаемой по схеме чистого изгиба (ФР.ПР1.27.2019.00010). В 2021 г. утвержден исходный эталон, реализующий ГПРМИ ФР.ПР1.27.2019.00010, и локальная поверочная схема для средств измерений деформации полного поля. Данная схема не предусматривает

передачу единицы средствам измерений деформации, принцип действия которых основан на измерении относительного перемещения двух точек исследуемого объекта.

Цель статьи – обсуждение проекта дополнения локальной поверочной схемы для средств измерений деформации полного поля. Для обсуждения предложены результаты исследования метрологического обеспечения средств измерений деформации. Исследование заключалось в решении вопросов оценки погрешностей, определения эталонов и методов, используемых для определения значений метрологических характеристик.

Материалы и методы Определение меры и модели измерений деформации

В рамках настоящих исследований для одноосных испытаний принята инженерная модель сплошной среды и определена применяемая мера деформации — инженерная (1). Данная мера является не высокоточной, но наиболее соответствующей поставленным задачам рутинных измерений деформации при одноосных испытаниях. Поэтому приклеиваемые измерители, экстензометры полного поля, которые используют сложные алгоритмы обработки данных и, соответственно, иные меры деформации [20], не являются объектом внимания настоящей статьи.

Классификация экстензометров

Классификация экстензометров является необходимым этапом при определении единых принципов, методов и требований к эталонам при передаче единицы. Распространяемость метода одноосных испытаний на широкий спектр конструкционных материалов (металлы, композиты, пластмассы, полимеры и др.) обуславливает необходимость формулирования дополнительных требований к условиям и применяемым средствам измерений. Экстензометры можно классифицировать по ряду признаков: функциональному назначению, степени автоматизации, области применения, точности, конструктивным особенностям [21]. Обобщенно классификацию экстензометров можно представить в виде блок-схемы (рис. 1). В блок-схеме не отражены

 $^{^6\}Gamma OCT~8.543-86~\Gamma осударственная поверочная схема для средств измерений деформации.$

 $^{^{7}}$ Об обеспечении единства измерений : Федеральный закон от 26.06.2008 № 102-ФЗ.

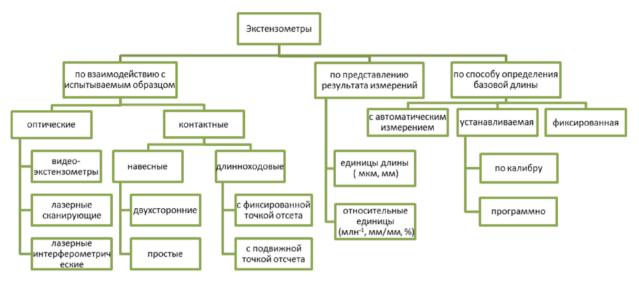


Рис. 1. Типология экстензометров

Fig. 1. Typology of extensometers

экстензометры, разрабатываемые для применения в специальных условиях [22–24].

В соответствии с приведенной на рис. 1 блок-схемой конструкция и принцип действия экстензометра определяются, главным образом, характером его взаимодействия с испытываемым образцом. Контактные экстензометры (рис. 2) представлены навесными и длинноходовыми экстензометрами. При применении навесных экстензометров результат измерений

определяется линейным перемещением одного ножа относительно другого, которое пропорционально изменению выходного сигнала первичного преобразователя. В длинноходовом экстензометре для получения значения деформации необходимо учитывать перемещений двух пар ножей. Диапазон и результат измерений большинства бесконтактных экстензометров определяется зоной обзора и относительным изменением положения одной метки относительно другой.





Puc. 2. Длинноходовой и навесной экстензометры Instron Fig.2. Instron Long Travel and Hanging Extensometers

Критерии при разработке поверочной схемы

При работе над проектом поверочной схемы, наряду с метрологическими параметрами, характеризующими уровень точности передачи размера единицы физической величины от эталона к рабочим средствам измерений, учитывались организационно-технические и экономические параметры, составляющие принцип многокритериальности разработки поверочной схемы [25]. Ниже представлены наиболее значимые аспекты.

Диапазон и погрешность измерений. Требования к точности измерения деформации регламентированы в отечественных стандартах на машины для испытания материалов (ГОСТ 28840-90, ГОСТ 28841-90, ГОСТ 28845-90)8. В ГОСТ 28840-90 машины классифицируются по допускаемой погрешности измерения деформации (удлинения) на четыре группы (1; 2; 3; 5% измеряемой величины), а в ГОСТ 28845-90 машины для испытания на ползучесть по допускаемой погрешности измерения деформации подразделяются на три группы (0,5; 1,0; 2,0 и 1; 2; 3% предельного значения диапазона для металлов и полимерных материалов, соответственно). Надо отметить, что в отечественных стандартах не нормируется погрешность для малых значений деформации, также никак не ограничено значение максимального допускаемого разрешения. Представление данных средств измерений в государственной поверочной схеме для средств измерений деформации по ГОСТ 8.543-86 ограничивалось одной веткой в две ступени (соответствующая часть схемы представлена на рис. 3).

В настоящее время парк средств измерений деформации, применяемых при одноосном растяжении, данной схемой не может быть обеспечен в силу возросших требований к точности и диапазону измерений, а также многообразия конструктивных решений тензометров,

экстензометров, измерителей деформации, измерителей перемещений.

Эталоны и методы передачи единицы. Тензокалибраторы – эталон деформации согласно ГОСТ 8.543-86 - преимущественно обеспечивают передачу единицы деформации навесным экстензометрам и экстензометрам, абсолютное перемещение ножей которых не превышает 40-50 мм. Именно такой диапазон измерений имеет большинство представленных на рынке и в государственном реестре средств измерений тензокалибраторов. Тензокалибраторы реализуют метод прямых измерений. Для экстензометров, перемещение ножей которых превышает 40 мм, поверка (калибровка) осуществляется с помощью измерителей линейных перемещений лазерных с применением кинематически развязанного образца (двух половинок одного образца) и вспомогательного средства сличения, в качестве которого чаще всего выступает машина испытательная, на которой установлен экстензометр.

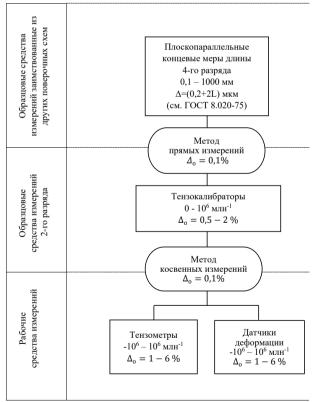


Рис. 3. Обеспечение прослеживаемости тензометров в соответствии с ГОСТ 8.543–86

Fig. 3. Ensuring traceability of strain gauges in accordance with GOST 8.543–86

⁸ГОСТ 28840–90 Машины для испытания материалов на растяжение, сжатие и изгиб. Общие технические требования. ГОСТ 28841–90 Машины для испытания материалов на усталость. Общие технические требования. ГОСТ 28845–90 Машины для испытания материалов на ползучесть, длительную прочность и релаксацию. Общие технические требования.

Несмотря на высокие показатели точности лазерных измерительных систем, вышеуказанный способ поверки (калибровки) является дорогостоящим и предъявляет дополнительные требования не только к квалификации поверителя, но и к техническому устройству, применяемому в качестве вспомогательного средства сличения:

- 1) соосное перемещение подвижной траверсы машины;
- 2) обеспечение перемещений с малым шагом дискретности;
- 3) возможность полной остановки при достижении заданного перемещения.

Соответственно, при поверке (калибровке) установленных на мощных гидравлических машинах экстензометров могут быть получены заниженные показатели точности из-за невозможности обеспечить условия поверки (калибровки).

Технические требования к средствам измерений деформации. Особенность средств измерений деформации - высокая точность измерений перемещений одного ножа относительно другого при минимально-возможном влиянии со стороны экстензометра на систему «образец – машина», а с другой – сохраняемость экстензометра при разрыве образца. Что объясняет применение малых измерительных усилий (около 0,3 Н) при прижимной силе, обеспечивающей контакт ножей к образцу во время всего испытания без проскальзывания (часто используют дополнительные пружинные скобки или резинки), малый вес навесных экстензометров (примерно 120 г), и может быть ограничивающим условием для применения мягких материалов.

Для применяемых в качестве эталонов средств измерений — тензокалибраторов — наряду с высокой точностью измерений воспроизводимых перемещений предъявляются следующие требования:

- обеспечение соосности и исключительно возвратно-поступательного движения подвижного штока относительно неподвижного, жесткости конструкции, что не позволяет в качестве эталона рассматривать использование микрометрических головок без их проверки в приспособлении;
- выражение допускаемых значений погрешности в единицах, принятых для измерений

механической деформации экстензометры, можно разделить по единице величин, в которых представлен результат измерений. В случае представления результата измерений в единицах длины не требуется пересчет показаний для установления соответствия показаниям эталона. Однако результат измерений деформации предполагает использование относительных единиц измерений, и ряд рабочих средств измерений представляет результат измерений также в относительных единицах;

- начальная расчетная (базовая) длина: а) если при каждом испытании определяется фактическое значение расстояния между парами ножей, необходимо нормировать и проверять погрешность данного измерения; б) если предусмотрена установка начальной расчетной длины по калибру – приспособлению, необходимо проверить погрешность установки данной характеристики. Средства измерений для проверки начальной расчетной длины в проекте поверочной схемы остаются вне графической части. Требования к измерениям начальной расчетной длины предусмотрены в текстовой части проекта поверочной схемы и должны будут определяться методиками поверки экстензометров и (или если функционал экстензометра не позволяет определять данную характеристику автоматически) в методиках испытаний на одноосное растяжение;
- затраты при передаче единицы. Чем выше точность эталонов, тем больше их стоимость. Для надежной поверки рабочих средств измерений с помощью эталонов достаточно иметь соотношение их погрешностей 3:1;
- согласованность с международными и национальными стандартами. В реестре средств измерений зарегистрированы экстензометры и тензокалибраторы зарубежного производства, которые изготавливаются в соответствии с ISO 9513 или ASTM E83⁹. Ни один из подходов к нормированию метрологических характеристик экстензометров ISO 9513 или ASTM E83 не позволяет охватить все экстензометры для одноосных испытаний без использования пересчета относительной деформации в абсолютное удлинение. В табл. 1 приведены требования

⁹ ASTM E83 Standard practice for verification and classification of extensometer systems.

для экстензометров различных классов точности по ISO 9513 и ASTM E83, а на рис. 4 сопоставлены границы допускаемой погрешности для экстензометров классов 0,5 по ISO 9513

и B-1 по ASTM E83 в зависимости от начальной расчетной (базовой) длины.

ISO 9513 не учитывает при нормировании размер начальной расчетной длины, поэтому

Таблица 1. Классификация экстензометров

Table 1. Classification of extensometers

Помучески	Класс эк-	Относительная по- грешность опреде-	Разр спос		Допускаемая погрешность*			
Документ стензоме- тра		ления начальной расчетной длины, %	(r/l _i) · 100, %	r, mkm	мм/мм	q _{rb} , %	(l _i -l _{эт}), мкм	мм/мм
ASTM E83	Класс А	± 0,1	0,05		0,00001	± 0,1		± 0,00002
ISO 9513	0,2	$\pm 0,2$	0,1	0,2		± 0,2	± 0,6	
ASTM E83	Класс В-1	± 0,25	0,25		0,00005	± 0,5		$\pm 0,0001$
ISO 9513	0,5	$\pm 0,5$	0,25	0,5		± 0,5	± 1,5	
ASTM E83	Класс В-2	$\pm 0,5$	0,25		0,0001	± 0,5		± 0,0002
ISO 9513	1	± 1,0	0,5	1,0		± 1,0	± 3	
ASTM E83	Класс С	± 1,0	0,5		0,0005	± 1,0		$\pm 0,001$
ASTM E83	Класс D	± 1,0	0,5		0,005	± 1,0		\pm 0,01
ASTM E83	Класс Е	± 1,0	0,5		0,05	± 1,0		± 0,1
ISO 9513	2	± 2,0	1,0	2,0		± 2,0	± 6,0	

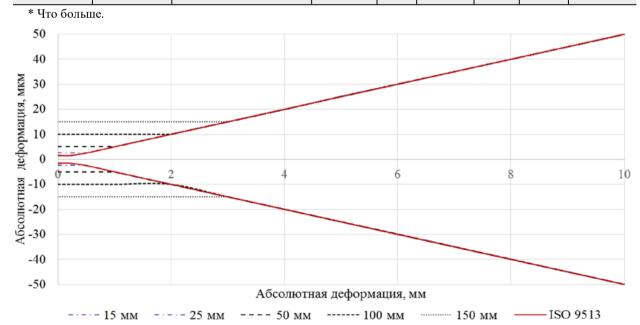


Рис. 4. Пределы допускаемой погрешности для экстензометров классов 0,5 по ISO 9513 и B-1 по ASTM E83 в зависимости от начальной расчетной длины

Fig. 4. Limits of permissible error for extensometers of classes 0.5 according to ISO 9513 and B-1 according to ASTM E83 depending on the initial gauge length

требования данного стандарта соответствуют наиболее жестким условиям по ASTM E83. В настоящее время большинство навесных экстензометров оснащается дополнительными вставками (их количество может достигать десяти), позволяющими измерять деформацию на разной начальной расчетной (базовой) длине. Принцип работы длинноходовых экстензометров изначальной предполагает выбор произвольной начальной расчетной (базовой) длины, ограниченной только конструктивными особенностями экстензометра.

Результаты и обсуждение

С учетом рассмотренных выше данных разработан проект поверочной схемы, устанавливающей порядок передачи единицы деформации таким средствам измерений как экстензометры, измерительные преобразователи деформации. Их принцип действия основан на измерении относительного перемещения двух точек исследуемого объекта, составляющих базовую длину. Усреднение измеряемых деформаций происходит математически при допущении однородности деформации на всей поверхности базовой длины исследуемого объекта (более 25 типов утвержденных СИ).

Проект поверочной схемы охватывает средства измерений деформации, применяемые при одноосных испытаниях. Графическая часть приведена на рис. 5.

Как видно на рис. 5, передача единицы средствам измерений деформации (экстензометрам) осуществляется от средств измерений длины, таких как микрометрические винты (тензокалибраторы), и заимствованных эталонов из поверочной схемы длины (измерителей линейных перемещений лазерных), что определяет два основных метода передачи единицы – прямых измерений и сличений с помощью вспомогательного средства сличения.

Проект поверочной схемы охватывает средства измерений деформации с диапазоном измерений от $(0,001/L_0)$ млн⁻¹ до $(1\ 000/L_0)$ млн⁻¹ (в абсолютном виде соответствует деформациям от 1 до 10^6 мкм) и пределами погрешности от 0,6 мкм до 2%.

Приведенный в проекте поверочной схемы способ нормирования метрологических характеристик актуален для общей классификации

и позволяет однозначно определить при поверке/калибровке характеристики эталонов, обеспечивающие необходимый запас по точности. Также учитывает минимальные значения показателей точности средства измерений при передаче единицы от установленного эталона предусмотренными методами.

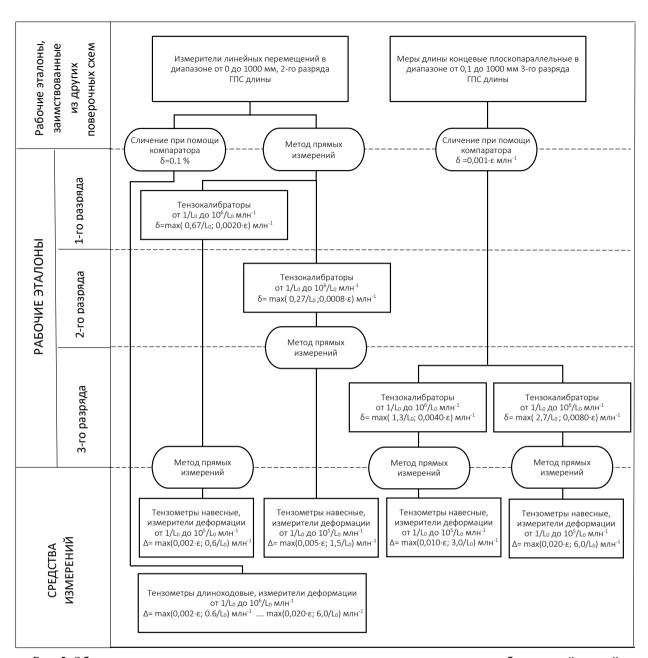
Стоит отметить: данный способ не всегда может быть удобным при выборе экстензометра для поставленной задачи, где известны начальные расчетные длины при испытаниях и требуемая точность результата измерений. Для поверочной схемы принята единица физической величины деформации — миллионная доля, млн⁻¹ (за рубежом microstrain, $\mu\varepsilon$, также на практике используется %). Диапазоны и погрешности тензокалибраторов и тензометров представлены в виде функции от базовой длины (L_0 , м) и деформации (ε , млн⁻¹)

$$\Delta = \begin{cases} \Delta, \mathcal{E} < \frac{\Delta}{\Delta_0 \cdot L_0}; \\ \Delta_0, \mathcal{E} \ge \frac{\Delta}{\Delta_0 \cdot L_0}; \end{cases} \rightarrow \Delta = \max(k \cdot \mathcal{E}; \Delta \mathcal{E} / L_0). (4)$$

Например, характеристика погрешности экстензометра с пределами абсолютной погрешности \pm 1,5 мкм в диапазоне от наименьшего предела измерений до 0,3 мм и относительной погрешности \pm 0,5% в диапазоне измерений свыше 0,3 мм до верхнего предела измерений представлена как Δ =max $(0,005 \cdot \varepsilon; 1,5/L_0)$ млн⁻¹.

С точки зрения экономической целесообразности в схеме предусмотрено 3 разряда эталонов и соответствующее число ступеней поверочной схемы. Разделение по точности экстензометров и тензокалибраторов аналогично применяемому в ISO 9513, что позволяет однозначно установить класс экстензометра независимо от базовой длины, которая может быть различна при использовании одного и того же экстензометра.

Текстовая часть проекта поверочной схемы содержит также технические требования для средств измерений, применяемых в качестве эталонов, — тензокалибраторов: соосности и характеру движения подвижного штока, жесткости. К сожалению, в рамках документа на поверочную схему невозможно предусмотреть требования к средствам



Puc. 5. Обеспечение прослеживаемости тензометров в соответствии с вновь разрабатываемой схемой Fig. 5. Ensuring traceability of strain gauges in accordance with the newly developed schedule

измерений — составляющим погрешности измерений деформации, обусловленным погрешностью измерений базовой длины, соосностью, пространственным положением экстензометра, ценой наименьшего разряда отсчетного устройства — в виду их многообразия. Большинство применяемых при одноосных испытаниях методик поверки утвержденных типов измерителей перемещений (деформации) не содержит

операций определения вышеуказанных составляющих погрешности экстензометров, не учитывает конструктивные особенности, связанные с подвижностью ножей экстензометра относительно точек отсчета (случай, когда при деформации образца перемещаются обе пары ножей, и в зависимости от конструкции экстензометра результат измерений может быть итогом аддитивных операций относительно

значений перемещений каждой пары ножей). Таким образом, наряду с разработкой и внедрением поверочной схемы для средств измерений деформации актуальной является разработка типовой методики поверки (калибровки) экстензометров.

Целью данного исследования являлась разработка поверочной схемы для средств измерений деформации. С этой целью рассмотрены теоретические и практические вопросы измерений деформации, оценки погрешностей, определены эталоны и методы определения значений метрологических характеристик.

Заключение

Разработан проект поверочной схемы для средств измерений деформации, определяющий единый подход к способу выражения допускаемых значений погрешности, с учетом:

- применяемой меры деформации и соответствующей модели материала при одноосных испытаниях;
- обзора требований к характеристикам средств измерений деформации, приведенных в отечественных и зарубежных стандартах;

- выбора в качестве опорных принципов классификации, принятой в ISO 9513;
- -требований к единицам величин и способам выражения допускаемых значений погрешности в единицах, принятых для измерений механической деформации.

Характеристики предусмотренных проектом поверочной схемы экстензометров и их соотношение с нормируемыми в стандартах ISO и ASTM приведены в табл. 2.

Ожидается, что результаты представленной в статье работы внесут вклад в дискуссию о форме представления характеристик и содержании поверочной схемы для средств измерений деформации. Полученные результаты могут быть полезны при определении технических и метрологических характеристик первичных преобразователей деформации при испытаниях, калибровке и поверке.

Благодарности: Автор выражает свою признательность заведующему отделом метрологии механических и геометрических величин и характеристик УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

Таблица 2. Экстензометры, предусмотренные проектом поверочной схемы Таble 2. Extensometers provided for by the design of the verification schedule

Пределы допускае- мых абсолютных по-	Относительная погрешность	1	Разрешающая способность*			опускаем: огрешност	Соответствие	
грешностей (соглас- но поверочной схе- ме), млн ⁻¹	определения на- чальной расчет- ной длины, %	(r/l _i)· 100, %	r, мкм	(l _i /L) mm/mm	q _{rb} , %	(l _i – l _{эт}), мкм	(l _i /L) mm/mm	зарубежным стандартам
$\max (0.002 \cdot \varepsilon; 0.6/L_0)$	± 0,2	0,05	0,2	0,02/L	± 0,2	± 0,6	\pm 0,6/ L_0	Класс 0,2 ISO 9513
max (0,005 · ε; 1,5/ L_0)	$\pm0,5$	0,25	0,5	0,05/L ₀	± 0,5	± 1,5	\pm 1,5/ L_0	Класс 0,5 ISO 9513 Класс B-1 ASTM E83 ($L_0 \le 0,015$) Класс B-2 ASTM E83 ($L_0 \le 0,0075$)
$\max (0.010 \cdot \varepsilon; 3.0/L_0)$	± 1,0	0,5	1,0	0,1/L ₀	± 1,0	± 3,0	\pm 3,0/ L_0	Класс 1 ISO 9513 Класс С ASTM E83 $(L_0 \le 0,003)$ Классы С, D, E ASTM E83 в части диапазона свыше $0,1\ L_0,\ L_0,\ 10\ L_0,\ $ мм, соответственно
$\max (0.020 \cdot \varepsilon; 6.0/L_0)$	± 2,0	1,0	2,0	0,2/L0	± 2,0	± 6,0	\pm 6,0/ L_0	Класс 2 ISO 9513

^{*} Что больше, где $L_{\scriptscriptstyle 0}$ – начальная расчетная (базовая) длина, м.

В. В. Толмачеву, а также рецензентам за ценные замечания, касающиеся изложения методологических подходов к оцениванию вкладов в неопределенность измерений.

Acknowledgments: The author expresses her gratitude to Vladimir V. Tolmachev, Head of the Department of Metrology of Mechanical and Geometric Quantities and Characteristics of the UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, and also to the reviewers for valuable comments concerning the presentation of methodological approaches to assessing contributions to measurement uncertainty.

Вклад автора: Автор подтверждает единоличную ответственность за следующее: сбор данных, анализ и интерпретацию результатов, а также подготовку рукописи.

Contribution of the author: The author confirms sole responsibility for the following: data collection, analysis and interpretation of results, and manuscript preparation.

Конфликт интересов: Работа выполнена в рамках диссертационного исследования

«Метрологическое обеспечение измерений механической деформации в диапазоне от $-5\,000$ до $5\,000$ млн⁻¹». Научный консультант: Толмачев В. В., канд. физ.-мат. наук, заведующий отделом метрологии механических и геометрических величин и характеристик УНИИМ — филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Conflict of interest: The work was carried out within the framework of the dissertation research «Metrological support for measurements of mechanical deformation in the range from -5000 to 5000 ppm». Scientific consultant: Vladimir V. Tolmachev, Cand. Sci. (Phys.-Math.), Head of the Department of Metrology of Mechanical and Geometric Quantities and Characteristics, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology.

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

Funding: This research did not receive any specific grant from funding agencies in the public, commercial, or not-for-profit sectors.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

- 1. *Адамов А. А., Лаптев М. Ю., Горшкова Е. Г.* Анализ отечественной и зарубежной нормативной базы по механическим испытаниям полимерных композиционных материалов // Конструкции из композиционных материалов. 2012. № 3. С. 72–77.
- 2. Углепластики: технология получения и определение механических характеристик / В. Н. Манхиров [и др.] // Вестник Бурятского государственного университета. Химия. Физика. 2019. № 2–3. С. 12–19. https://doi.org/10.18101/2306-2363-2019-2-3-12-19
- 3. A viscoplastic self-consistent analysis of tensile anisotropy and tension-compression asymmetry in rare-earth magnesium alloy / *X. Zhang* [et al.] // Journal of Rare Earths. 2024. Available at: https://doi.org/10.1016/j.jre.2024.04.024 (дата обращения: 30.04.2024).
- 4. Tensile and micro-compression behaviour of AISI 316L austenitic stainless steel single crystals at 20 °C and 300 °C: Experiments, modelling and simulations / *J.-M. Scherer* [et al.] // Materials Science and Engineering: A. 2024. Vol. 900. P. 146471. https://doi.org/10.1016/j.msea.2024.146471
- 5. Experiment research on tensile and compression cyclic loading of sheet metal / Q. Li [et al.] // Procedia Engineering. 2017. Vol. 207. P. 1916–1921. https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.10.961
- Effects of hot compression on the fracture toughness and tensile creep behaviors of a Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloy / G. Zhao [et al.] // Materials Science and Engineering: A. 2022. Vol. 834. P. 142626. https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.142626
- 7. Investigating deformation and work hardening behaviour of stacked sheet metal specimens in compression test: Influence of friction and interfacial shear resistance / *Y. An* [et al.] // Journal of Materials Processing Technology. 2023. Vol. 321. P. 118145. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2023.118145
- 8. *Радченко С. Ю., Дорохов Д. О.* Новая форма представления меры линейной деформации // Известия ТулГУ. Технические науки. 2011. № 2. С. 446–457.
- 9. Rees D. Basic engineering plasticity: an introduction with engineering and manufacturing applications. Oxford: Elsevier Ltd, 2006. 528 p.

- 10. Винтовая экструзия процесс накопления деформации / Я. Е. Бейгельзимер [и др.]. Донецк : Фирма ТЕАН, 2003. 87 с.
- 11. Данилов М. Н., Бардаев П. П. Метод измерения деформаций структурно-неоднородных сред // Актуальные проблемы современной механики сплошных сред и небесной механики 2019: Материалы IX Всероссийской молодежной научной конференции, Томск, 18—20 ноября 2019 г. / Под редакцией М. Ю. Орлова. Томск: Издательство «Красное знамя», 2020. С. 84—88.
- 12. *Motra H. B., Hildebrand J., Dimmig-Osburg A.* Assessment of strain measurement techniques to characterise mechanical properties of structural steel // Engineering Science and Technology, an International Journal. 2014. Vol. 17, Iss. 4. P. 260–269. http://dx.doi.org/10.1016/j.jestch.2014.07.006
- 13. Advanced self-compensated, high-accuracy optical extensometer based on field-of-view splitting and dual-reflector imaging techniques / F. Zhu [et al.] // Measurement. 2021. Vol. 174. P. 109024. https://doi.org/10.1016/j.measurement.2021.109024
- 14. The effects of the temperature in the testing system on the measurements of thermal rock strain with clip-on extensometers / L. Pei [et al.] // Measurement. 2022. Vol. 188. P. 110375. https://doi.org/10.1016/j.measurement.2021.110375
- 15. Третьякова Т. В., Третьяков М. П., Вильдеман В. Э. Оценка точности измерений с использованием видеосистемы анализа полей перемещений и деформаций // Вестник ПНИПУ. Механика. 2011. № 2. С. 92–100.
- 16. Метрологическая прослеживаемость результатов испытаний / В. Г. Кутяйкин [и др.] // Компетентность. 2020. № 7. С. 30–36.
- 17. *Толмачев В. В., Матвеева И. Н.* Современное состояние метрологического обеспечения испытаний на статическое растяжение // Эталоны. Стандартные образцы. 2022. Т. 18, № 1. С. 51–67. https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-1-51-67
- 18. Жагора Н. А., Астафьева Л. Е., Макаревич В. Б. Метрологическая прослеживаемость // Контроль качества продукции. 2016. № 4. С. 21–28.
- 19. *Шимолин Ю. Р., Трибушевская Л. А.* Современные тенденции развития метрологического обеспечения измерений деформации // Законодательная и прикладная метрология. 2018. № 6 (157). С. 23–25.
- 20. Calibration of a speckle interferometry full-field strain measurement system / M. Whelan [et al.] // Blackwell publishing. 2008. STRAIN44. P. 180–190. https://publications.jrc.ec.europa.eu/repository/handle/JRC47650
- 21. *Дрипке М.* Выбор подходящих экстензометров для испытания любых материалов // Металлургическое производство и технология металлургических процессов. 2009. № 1. С. 42–47. https://rudmet.net/media/articles/Article MPT 01 09 pp.42–47.pdf
- 22. Артемьев М. И., Титов В. Н. Современное оборудование для испытаний материалов, работающих в условиях температурно-силового нагружения и в вакууме // ТестМат: Сборник докладов VI Всероссийской конференции по испытаниям и исследованиям свойств материалов, Москва, 12–13 февраля 2015 г. / М.: ФГУП ВИАМ, 2015. 50 с.
- 23. *Tabin J.* Strain measurement by means of clip-on extensometers during discontinuous plastic flow at 4 K // Cryogenics. 2022. Vol. 123. P. 103451. https://doi.org/10.1016/j.cryogenics.2022.103451
- 24. Gangwar V., K Acharyya S., Banerjee A. Calibration of tensile tests in drop-weight impact machine and implementation in simulation of Charpy impact tests // Procedia Structural Integrity. 2024. Vol. 60. P. 123–135. https://doi.org/10.1016/j.prostr.2024.05.035
- 25. *Червяковская Н. Н., Соломахо В. Л.* Методика разработки рабочих поверочных схем для средств измерений // Наука и техника. 2007. № 3. С. 29–33.

REFERENCES

- 1. Adamov A. A., Laptev M. Yu., Gorshkova E. G. Analysis of the international and russian federation national technical standards for mechanical tests of polymeric composite materials. *Konstrukcii iz kompozicionnyh materialov*. 2012;3:72–77. (In Russ.).
- 2. Mankhirov M. N., Nomoev A. V., Syzrantsev V. V., Ayurova O. Zh. Carbon plastic: technology of production and determination of mechanical characteristics. *Buryat state University Vestnik. Chemistry. Physics.* 2019;2–3:12–19. (In Russ.). https://doi.org/10.18101/2306-2363-2019-2-3-12-19
- 3. Zhang X., Zhou R., Guo S., Li Ch., Yue H., Li D. A viscoplastic self-consistent analysis of tensile anisotropy and tension-compression asymmetry in rare-earth magnesium alloy. *Journal of Rare Earths*. 2024. Available at: https://doi.org/10.1016/j.jre.2024.04.024 [Accessed 30 April 2024].
- 4. Scherer J.-M., Hure J., Madec R., Le Bourdais Fl., van Brutzel L., Sao-Joao S. et al. Tensile and micro-compression behaviour of AISI 316L austenitic stainless steel single crystals at 20 °C and 300 °C: Experiments, modelling and simulations. *Materials Science and Engineering: A.* 2024;900:146471. https://doi.org/10.1016/j.msea.2024.146471
- 5. Li Q., Jin M., Zou Z., Zhao Sh., Zhang Q., Li P. Experiment research on tensile and compression cyclic loading of sheet metal. *Procedia Engineering*. 2017;207:1916–1921. https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.10.961
- 6. Zhao G., Zhang Zh., Zhang Yu., Peng H., Yang Zh., Nagaumi H. et al. Effects of hot compression on the fracture toughness and tensile creep behaviors of a Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloy. *Materials Science and Engineering: A.* 2022;834:142626. https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.142626

- 7. An Yu., Spanjer W., Chezan T., Heijne J. Investigating deformation and work hardening behaviour of stacked sheet metal specimens in compression test: Influence of friction and interfacial shear resistance. *Journal of Materials Processing Technology*. 2023;321:118145. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2023.118145
- 8. Radchenko S. J., Dorokhov D. O. The new form representation of the measure of linear deformation. *Izvestiya Tula State University*. 2011;2:446–457. (In Russ.).
- 9. Rees D. Basic Engineering Plasticity: An Introduction with Engineering and Manufacturing Applications. Oxford: Elsevier Ltd; 2006. 528 p.
- 10. Beygelzimer Y., Varyukhin V., Orlov D., Synkov S. Twist extrusion process for deformation accumulation. Doneczk: Firma TEAN; 2003. 87 p. (In Russ.).
- 11. Danilov M., Bardaev P. Strain measurement method of heterogeneous materials. In: Current issues of continuum mechanics and celestial mechanics 2019: The conference proceedings IXth International Youth Scientific Conference, 18–20 November 2019, Tomsk, Russia. Ed. M. Yu. Orlov. Tomsk: Izdatelstvo «Krasnoe znamya»; 2020. 340 p. (In Russ.).
- 12. Motra H. B., Hildebrand J., Dimmig-Osburg A. Assessment of strain measurement techniques to characterise mechanical properties of structural steel. *Engineering Science and Technology, an International Journal*. 2014;17(4):260–269. http://dx.doi.org/10.1016/j.jestch.2014.07.006
- Zhu F., Tao J., Lu R., Bai P., Lei D. Advanced self-compensated, high-accuracy optical extensometer based on field-of-view splitting and dual-reflector imaging techniques. *Measurement*. 2021;174:109024. https://doi.org/10.1016/j.measurement.2021.109024
- 14. Pei L., Blöcher G., Wang Y. J., Milsch H., Zimmermann G., Huenges E. et al. The effects of the temperature in the testing system on the measurements of thermal rock strain with clip-on extensometers. *Measurement*. 2022;188:110375. https://doi.org/10.1016/j.measurement.2021.110375
- 15. Tretyakova T. V., Tretyakov M. P., Vildeman V. E. Assessment of measurement accuracy using video system for analysis of displacement and deformation fields. *Perm State Technical University, Mechanics*. 2011;2:92–100. (In Russ.).
- 16. Kutyaykin V. G., Gorbachev P. A., Geyger E. Yu., Savrovskiy K. K. Metrological traceability of test results. *Competency (Russia)*. 2020;7:30–36. (In Russ.).
- 17. Tolmachev V. V., Matveeva I. N. The current state of metrological support for static tension. *Measurement Standards*. *Reference Materials*. 2022;18(1):51–67. (In Russ.). https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-1-51-67
- 18. Zhagora N. A., Astafyeva L. E., Makarevich V. B. Metrologicheskaya proslezhivaemost'. *Kontrol' kachestva produkcii*. 2016;4:21–28. (In Russ.).
- 19. Shimolin Yu. R., Tribushevskaya L. A. Modern trends in the development of metrological support of deformation measurements. *Legal and applied metrology*. 2018;6(157):23–25. (In Russ.).
- 20. Whelan M., Albrecht D., Hack E., Patterson E. Calibration of a speckle interferometry full-field strain measurement system. *Blackwell publishing*. 2008;44:180–190. https://publications.jrc.ec.europa.eu/repository/handle/JRC47650
- 21. Dripke M. Selection of suitable extensometers for testing all materials. *Metallurgicheskoe proizvodstvo i texnologiya metallurgicheskix processov*. 2009;1:42–47. (In Russ.). https://rudmet.net/media/articles/Article MPT 01 09 pp.42–47.pdf
- 22. Artemyev M. I., Titov V. N. Modern equipment for testing materials working under temperature-force loading and in vacuum conditions. In: *TestMat: Proceedings of the VI All-Russian conference on testing and research of material properties*, 12–13 February 2015, Moscow. Moscow: The national research center «kurchatov institute» federal state unitary enterprise all-russian scientific research institute of aviation materials; 2015. 50 p. (In Russ.).
- 23. Tabin J. Strain measurement by means of clip-on extensometers during discontinuous plastic flow at 4 K. *Cryogenics*. 2022;123:103451. https://doi.org/10.1016/j.cryogenics.2022.103451
- 24. Gangwar V., K Acharyya S., Banerjee A. Calibration of tensile tests in drop-weight impact machine and implementation in simulation of Charpy impact tests. *Procedia Structural Integrity*. 2024;60:123–135. https://doi.org/10.1016/j.prostr.2024.05.035
- 25. Chervyakovskaya N. N., Solomakho V. L. Methodology for elaboration of working verifying schemes for measuring tools. *Science and technique*. 2007;3:29–33. (In Russ.).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРЕ

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

INFORMATION ABOUT THE AUTHOR

Lydia A. Tribushevskaia – 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 st., Yekaterinburg, 620075, Russia e-mail: form233@uniim.ru

Researcher ID: ABI-7037-2020

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Научная статья УДК 620.172/.178.2/531.7.08(006.91) https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-1-53-71





Разработка методик измерений характеристик пластичности сталей при испытании на статическое растяжение

И. Н. Матвеева 🕩 🖂

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

Аннотация: Статья знакомит с разработкой методик измерений характеристик пластичности сталей при испытании на статическое растяжение — относительного удлинения после разрыва, относительного сужения после разрыва.

Работа имела масштабную цель. Проанализировать бюджеты неопределенности измерений относительного удлинения после разрыва, относительного сужения после разрыва, определяемых при испытании на статическое растяжение. Оптимизировать параметры измерений, связанных с подготовкой образцов, методическими факторами. Оценить вклады в бюджеты неопределенности измерений в процессе разработки методик измерений. Разработать методики измерений относительного удлинения после разрыва, относительного сужения после разрыва, предназначенных для оценки правильности результатов измерений, полученных с использованием стандартных методик измерений этих же величин по ГОСТ 1497—2023 «Металлы. Методы испытаний на растяжение».

При достижении цели проведены теоретические и экспериментальные исследования для составления бюджетов неопределенностей измерений относительного удлинения после разрыва, относительного сужения после разрыва с указанием выявленных источников неопределенности. Рассчитаны метрологические характеристики методик измерений.

В результате разработаны и аттестованы две предназначенные для проведения испытаний в целях утверждения типа стандартных образцов методики измерений характеристик пластичности сталей на микроскопе видеоизмерительном, обеспечивающие запас точности по сравнению со стандартизованной методикой измерений по ГОСТ 1497–2023.

Ключевые слова: пластичность, относительное удлинение после разрыва, относительное сужение после разрыва, статическое растяжение, неопределенность измерений

Ссылка при цитировании: *Матвеева И. Н.* Разработка методик измерений характеристик пластичности сталей при испытании на статическое растяжение // Эталоны. Стандартные образцы. 2025. Т. 21, № 1. С. 53—71. https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-1-53-71.

Статья поступила в редакцию 12.12.2024; одобрена после рецензирования 26.02.2024; принята к публикации 25.03.2025.

© Матвеева И. Н., 2025

Development of Methods for Measuring the Characteristics of Steel Ductility During Static Tensile Testing

Ilona N. Matveeva D

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

Abstract: The article is devoted to the development of methods for measuring the characteristics of the steel ductility during static tensile testing – relative elongation and relative contraction after rupture.

The objectives of the work were to analyze the uncertainty budgets of measurements of relative elongation and relative contraction after rupture determined during static tensile testing, optimize the measurement parameters associated with sample preparation using methodological factors, assess the contributions to the measurement uncertainty budgets during the development of measurement methods, and develop methods for measuring relative elongation and relative contraction after rupture intended to assess the accuracy of measurement results obtained using standard methods for measuring the same quantities according to GOST 1497–2023 «Metals. Tensile test methods».

In the course of the work, theoretical and experimental studies were carried out to compile uncertainty budgets for measurements of relative elongation and relative contraction after rupture, indicating the identified sources of uncertainty. Metrological characteristics of measurement methods were calculated

As a result of the study, two methods for measuring the characteristics of steel ductility using a video measuring microscope were developed and certified, providing a margin of accuracy compared to the standardized measurement method according to GOST 1497–2023, intended for testing for the purpose of approving the type of reference materials.

Keywords: ductility, relative elongation after rupture, relative reduction after rupture, static tension, measurement uncertainty

For citation: Matveeva I. N. Development of methods for measuring the characteristics of steel ductility during static tensile testing. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2025;21(1):53–71. (In Russ.). https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-1-53-71.

The article was submitted 12.12.2024; approved after reviewing 26.02.2024; accepted for publication 25.03.2025.

Введение

Пластичность металла характеризует его способность подвергаться пластической деформации без разрушения при действии внешних сил. Чем выше пластичность металла, тем меньше необходимо усилий и затрат для придания ему необходимой конфигурации, что определяет его конкурентные преимущества при выборе материала для изготовления изделий различного назначения.

Характеристики пластичности металлов включают:

- а) относительное удлинение после разрыва относительное увеличение длины образца металла в процессе его растяжения, один из наиболее важных показателей пластичности, так как является мерой оценки растяжимости металла перед разрывом;
- б) относительное сужение после разрыва относительное изменение площади поперечного сечения образца металла, происходящее в процессе его растяжения. Чем меньше площадь поперечного сечения образца металла в месте разрыва, тем более пластичен металл.

Точность измерений относительного удлинения после разрыва, относительного сужения после разрыва может предопределить выбор металла в качестве сырья для решения конкретной задачи или при оценке качества изделий из металла. Обычно чем больше относительное сужение, тем более пластичен металл. Однако следует учитывать, что образцы, из которых было выполнено испытание на разрыв, могут не полностью отражать реальное поведение металла в условиях эксплуатации. Реальное поведение металла в условиях эксплуатации может отличаться от поведения металла в образцах, на которых было выполнено испытание на статическое растяжение, поэтому относительное сужение образцов не всегда полностью отражает пластические свойства металла. В реальных условиях эксплуатации на пластические свойства металла может влиять совокупность факторов, таких как условия нагружения, температура и скорость деформации. Однако измерение относительного удлинения после разрыва, относительного сужения после разрыва является важным методом определения пластичности металлов [1–15]. Эта характеристика пластичности часто приводится в технических спецификациях для металлов, используемых в качестве сырья для производства продукции.

Для правильной интерпретации результатов, полученных при измерении характеристик пластичности, и корректного сравнения работ целого ряда исследователей следует принимать во внимание неопределенность результата измерения — параметр, относящийся к результату измерения и характеризующий разброс значений, которые могли бы быть обоснованно приписаны измеряемой величине согласно РМГ 29–2013¹.

На неопределенность результата измерения влияет многообразие факторов, в частности точность использованных средств измерений, неоднородность материала, из которого изготовлен образец, температура окружающей среды при испытании, калибровка оборудования, квалификация оператора и так далее, однако данные вопросы в работах [1–15] не рассматриваются.

Методические основы оценки неопределенности результатов испытаний металлов на статическое растяжение по ГОСТ 1497–2023² приведены в работах [16–18]. Представлены различные варианты и примеры расчета неопределенности результатов определения прочностных и пластических характеристик металлов при испытаниях цилиндрических образцов. Отмечено [17], что оценивание неопределенности измерений при испытании на статическое растяжение является достаточно трудоемкой работой, поэтому анализ влияющих факторов и составление бюджета неопределенности измерений является актуальной залачей.

Типичной ошибкой в [16–18] при оценивании неопределенностей входящих величин является использование только метрологических характеристик средств измерений без учета характеристик влияющих величин, определяющих условия измерений, в частности, условия применения средств измерений, а также без учета характеристик объекта измерений, влияющих на неопределенность измерений.

Целью работы является:

- а) анализ бюджетов неопределенности измерений относительного удлинения после разрыва, относительного сужения после разрыва, определяемых при испытании на статическое растяжение;
- б) оптимизация параметров измерений, связанных с подготовкой образцов и методическими факторами;
- в) оценка вкладов в бюджеты неопределенности измерений в процессе разработки методик измерений;
- г) разработка методик измерений относительного удлинения после разрыва, относительного сужения после разрыва.

Материалы и методы Описание метода измерений и оборудования

В основу методик измерений был положен стандартный метод испытаний по ГОСТ 1497–2023 – одноосное статическое растяжение с нормированной скоростью

¹РМГ 29–2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения.

 $^{^2}$ ГОСТ 1497–2023 Металлы. Методы испытаний на растяжение.

нагружения в упругой области (метод Б по ГОСТ 1497–2023).

Сущность положенного в основу методик измерений метода измерений заключается в измерении с помощью микроскопа видеоизмерительного геометрических характеристик образцов сталей до и после разрыва при испытании на статическое растяжение и последующем вычислении относительного удлинения после разрыва, относительного сужения площади поперечного сечения после разрыва.

При проведении измерений использовался микроскоп видеоизмерительный — эталон 4-го разряда в соответствии с Государственной поверочной схемой³.

Вспомогательное оборудование для создания нагрузки до разрыва включало измерительный прецизионный комплекс ИПК 100/200.

Относительное удлинение после разрыва рассчитывается по формуле

$$\delta_5 = \left(\frac{l_k - l_0}{l_0}\right) \cdot 100,\tag{1}$$

где l_0 — начальная расчетная длина образца, мм; l_k — конечная расчетная длина образца, мм.

Относительное сужение после разрыва рассчитывается по формуле

$$\psi = \frac{\left(F_0 - F_K\right)}{F_0} \cdot 100,\tag{2}$$

где F_0 — начальная площадь поперечного сечения образца, мм², вычисляемая по формуле

$$F_0 = \frac{\pi d_0^2}{F_0},$$
 (3)

где d_0 — наименьшее из измеренных значение начального диаметра образца, мм; $F_{\rm K}$ — площадь поперечного сечения образца после разрыва, мм², вычисляемая по формуле

$$F_{\rm K} = \frac{\pi d_{\rm K} d_{\rm II}}{4},\tag{4}$$

где $d_{\rm K}$ – минимальный диаметр в месте разрыва, мм; $d_{\rm II}$ – диаметр в месте разрыва в перпендикулярном направлении, мм.

С учетом формул (3) и (4) формула (2) преобразуется к виду

$$\psi = \frac{\left(d_0^2 - d_{\rm K} \cdot d_{\rm II}\right)}{d_0^2} \cdot 100 = \left(1 - \frac{d_{\rm K} \cdot d_{\rm II}}{d_0^2}\right) \cdot 100. (5)$$

Порядок подготовки образцов

В качестве образцов для исследования при разработке методик измерений относительного удлинения после разрыва, относительного сужения после разрыва взяты:

- цилиндрические образцы диаметром 8,0 мм, начальной расчетной длиной 40,0 мм, изготовленные из коррозионно-стойкой стали;
- цилиндрические образцы диаметром 10,0 мм, начальной расчетной длиной 50,0 мм, изготовленные из конструкционной стали повышенной обрабатываемости.

В качестве источников неопределенности, связанных с подготовкой образцов, при определении относительного удлинения после разрыва выделены:

- отклонение от параллельности меток начальной расчетной длины, обусловленное качеством нанесения меток начальной расчетной длины;
- отклонение от прямолинейности меток начальной расчетной длины при измерении на микроскопе видеоизмерительном, обусловленное качеством нанесения меток начальной расчетной длины и разбросом точек края метки на микроскопе видеоизмерительном при построении линии края метки (рис. 1).

В качестве связанного с подготовкой образцов источника неопределенности при определении относительного сужения после разрыва выделено:

- отклонение от параллельности контуров теневого изображения при измерении начального диаметра на микроскопе видеоизмерительном, обусловленное качеством изготовления образца;
- отклонение от прямолинейности контура теневого изображения образца при измерении начального диаметра на микроскопе видеоизмерительном, обусловленное качеством подготовки поверхности образца.

Оценивание неопределенности измерений начальной расчетной длины, обусловленной отклонением от параллельности меток

 $^{^3}$ Государственная поверочная схема для средств измерений длины в диапазоне от $1\cdot 10^{-9}$ до 100 м и длин волн в диапазоне от 0.2 до 50 мкм.

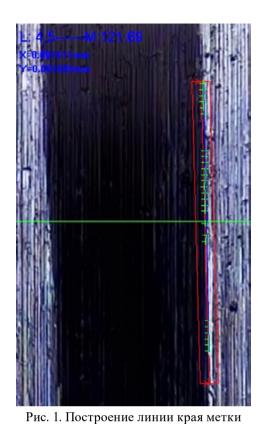


Fig. 1. Construction of the edge line of the mark

начальной расчетной длины, проводилось с помощью дисперсионного анализа (ANOVA) для двухфакторного плана с повторениями в соответствии с ГОСТ Р 50779.84—2018⁴ и обрабатывалось регрессионным анализом с помощью пакета анализа Microsoft Excel. В качестве факторов влияния рассматривались идентификация меток на микроскопе видеоизмерительном и нанесение меток начальной расчетной длины.

Оценивание неопределенности измерений начального диаметра, обусловленной отклонением от параллельности контуров теневого изображения при измерении начального диаметра на микроскопе видеоизмерительном, также проводилось с помощью ANOVA для двухфакторного плана, но с одним фиксированным фактором, с повторениями. В качестве факторов влияния рассматривались идентификация контуров теневого изображения на микроскопе видеоизмерительном и вариация

образцов. При этом принималось, что второй фактор (образцы) имеет фиксированный уровень, и при расчете неопределенности его вариация не учитывалась.

Допускаемые значения отклонения от прямолинейности меток начальной расчетной длины, отклонения от прямолинейности контура теневого изображения образца при измерении начального диаметра для их нормирования в методиках измерений и для оценки их вкладов в бюджеты неопределенности методик измерений были установлены по результатам экспериментальных исследований.

Выбор параметров испытаний

При выборе параметров измерений были учтены режимы измерений (скорость нагружения), установленные в ГОСТ 1497–2023.

Неопределенность измерений конечной расчетной длины при определении относительного удлинения после разрыва, обусловленная скоростью нагружения, оценена по результатам анализа влияния скорости нагружения на удлинение после разрыва.

Для исследования влияния скорости нагружения на результаты измерений дополнительно использовались образцы диаметром 6,0 мм, начальной расчетной длиной 30,0 мм из коррозионно-стойкой стали.

По результатам экспериментальных исследований с различными скоростями нагружения установлены линейные зависимости удлинения после разрыва от скорости нагружения (см. ниже):

рис. 2 – для образцов начальным диаметром 6,0 мм, начальной расчетной длиной 30,0 мм; рис. 3 – для образцов начальным диаметром 8,0 мм, начальной расчетной длиной 40,0 мм; рис. 4 – для образцов начальным диаметром 10,0 мм, начальной расчетной длиной 50,0 мм.

По результатам экспериментальных исследований для оценивания вклада в бюджет неопределенности, обусловленного скоростью нагружения, использована линейная зависимость, имеющая наибольший угловой коэффициент линии регрессии 0,048 6 мм/(H/(мм²·с) (рис. 2).

Т. к. значение средней (оптимальной) скорости нагружения находится в интервале от v_{min} = 3 H/(мм²·с) — минимального значения

⁴ ГОСТ Р 50779.84—2018 Статистические методы. Оценка неопределенности результатов перекрестного двухфакторного эксперимента.

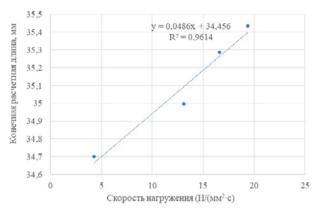


Рис. 2. Зависимость удлинения после разрыва (мм) от скорости нагружения ($H/(\text{мм}^2 \cdot \text{c})$) (образцы начальным диаметром 6,0 мм, начальной расчетной длиной 30,0 мм)

Fig. 2. Dependence of elongation after rupture (mm) on loading rate (N/(mm²·s)) (samples with and initial diameter of 6.0 mm and an initial estimated length of 30.0 mm)

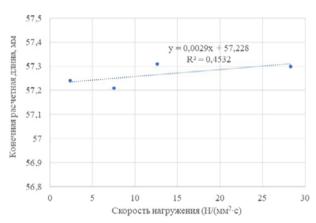


Рис. 4. Зависимость удлинения после разрыва (мм) от скорости нагружения ($H/(\text{мм}^2 \cdot \text{c})$) (образцы начальным диаметром 10,0 мм, начальной расчетной длиной 50,0 мм)

Fig. 4. Dependence of elongation after rupture (mm) on loading rate (N/(mm²·s)) (samples with an initial diameter of 10.0 mm and an initial estimated length of 50.0 mm)

скорости нагружения в соответствии с методикой измерений до v_{max} =4 H/(мм $^2 \cdot$ с) — максимального значения скорости нагружения в соответствии с методикой измерений, то вклад от неопределенности измерений конечной расчетной длины u_v , мм, обусловленной скоростью нагружения, оценен с учетом углового коэффициента линии регрессии 0,048 6 мм/(H/(мм $^2 \cdot$ с)) (рис. 2) по формуле

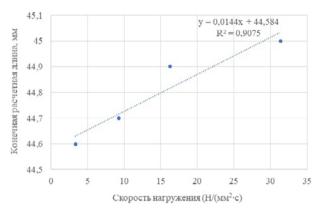


Рис. 3. Зависимость удлинения после разрыва (мм) от скорости нагружения (H/(мм²·с)) (образцы начальным диаметром 8,0 мм, начальной расчетной длиной 40,0 мм)

Fig. 3. Dependence of elongation after rupture (mm) on loading rate (N/(mm²·s)) (samples with an initial diameter of 8.0 mm and an initial estimated length of 40.0 mm)

$$u_{v} = \frac{0,0486 \cdot (v_{max} - v_{min})}{\sqrt{12}}.$$
 (6)

Т. к. v_{max} – v_{min} = 4 – 3 = 1 H/(мм 2 · c), то формула (6) для оценки вклада от неопределенности измерений конечной расчетной длины u_v , мм, обусловленной скоростью нагружения, преобразована к виду

$$u_{v} = \frac{0,0486}{\sqrt{12}}. (7)$$

Относительное удлинение образца после разрыва δ , выражаемое в относительных единицах, и площадь его поперечного сечения $F_{\rm K}$, соответствующая этому удлинению, связаны между собой формулой 5

$$F_{\rm K} = \frac{F_0}{(1+\delta)}.\tag{8}$$

Подставляя формулы (1), (3) и (4) в формулу (8) и учитывая, что диаметр образца в месте разрыва d есть среднее геометрическое значений $d_{\rm K}$ и $d_{\rm II}$, получаем следующую зависимость диаметра образца в месте разрыва d от скорости нагружения:

 $^{^5}$ Полухин П. И., Гун Г. Я., Галкин А. М. Сопротивление пластической деформации металлов и сплавов. 2-е изд., перераб. и доп. Справочник. М. : Металлургия, 1983. 352 с.

$$d(v) = d_0 \cdot \sqrt{\frac{l_0}{l_{\kappa}(v)}},\tag{9}$$

где $l_{\rm K}(v)$ — зависимость конечной расчетной длины образца от скорости нагружения (рис. 2).

Результаты расчета значений d(v) приведены на рис. 5.

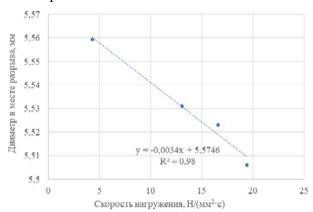


Рис. 5. Зависимость диаметра в месте разрыва (мм) от скорости нагружения (H/(мм²·с))

Fig. 5. Dependence of the diameter at the rupture point (mm) on the loading rate (N/(mm²·s))

Для построения зависимости диаметра в месте разрыва от скорости нагружения выбраны результаты (рис. 2) как имеющие наибольшие значения коэффициента линии регрессии и, соответственно, значения стандартной неопределенности.

Вклад от неопределенности измерений диаметра в месте разрыва u_v , мм, обусловленной скоростью нагружения, оценен для значения средней (оптимальной) скорости нагружения, находящейся в интервале от v_{min} =3 H/(мм $^2 \cdot$ с) до v_{max} =4 H/(мм $^2 \cdot$ с), с учетом углового коэффициента линии регрессии 0,0034 мм/(H/(мм $^2 \cdot$ с)) (рис. 5) по формуле

$$u_{v} = \frac{0,0034 \cdot (v_{max} - v_{min})}{\sqrt{12}}.$$
 (10)

Т. к. v_{max} – v_{min} = 4 – 3 = 1 H/(мм² · c), то формула (10) для оценки вклада от неопределенности измерений диаметра в месте разрыва u_v , мм, обусловленной скоростью нагружения, преобразована к виду

$$u_{\nu} = \frac{0,0034}{\sqrt{12}}.$$
 (11)

Выбор условий проведения измерений

В соответствии со стандартным методом испытаний ГОСТ 1497–2023 температура окружающего воздуха при проведении измерений — от 10 до 35 °C.

Требования к температуре окружающего воздуха при проведении измерений по методикам измерений установлены на основании требований к условиям эксплуатации микроскопа видеоизмерительного — (20 ± 5) °C.

Исходя из требований к температуре окружающего воздуха при проведении измерений, оценены вклады в бюджеты неопределенности методик измерений, обусловленные температурным расширением металла вследствие вариации температуры окружающего воздуха при измерении начальной расчетной длины, конечной расчетной длины, начального диаметра, диаметра в месте разрыва.

Оценивание неопределенности измерений, обусловленной влиянием температуры ($u_{\Delta l}$, мм; $u_{\Delta d}$, мм), проведено на основании функциональной зависимости, описывающей взаимосвязь температуры и линейного размера (длины, диаметра) и описываемой уравнениями линейного расширения (Δl , мм; Δd , мм) соответственно:

$$\Delta l = \Delta T \cdot \alpha \cdot l, \tag{12}$$

$$\Delta d = \Delta T \cdot \alpha \cdot d,\tag{13}$$

где ΔT — отклонение фактической температуры от температуры 20 °C (ΔT = \pm 5 °C); α — коэффициент температурного расширения стали (справочное значение α =0,000 011 8 °C⁻¹, значение вариации коэффициента температурного расширения принималось $\Delta \alpha$ =8 · 10⁻⁶ °C⁻¹); l — длина при температуре 20 °C, мм (начальная расчетная, конечная расчетная); d — диаметр при температуре 20 °C, мм (начальный диаметр, минимальный диаметр в месте разрыва, диаметр в месте разрыва в перпендикулярном направлении).

Оценивание вкладов от методических факторов

В качестве источников неопределенности, связанных с методическими факторами, при определении относительного удлинения после разрыва были выделены:

- плотность сложения разрушенных частей образца при измерении меток, ограничивающих конечную расчетную длину;
- отклонение от прямолинейности меток конечной расчетной длины при измерении на микроскопе видеоизмерительном, обусловленное разбросом точек края метки на микроскопе видеоизмерительном при построении линии края метки.

В качестве источников неопределенности, связанных с методическими факторами, при определении относительного сужения после разрыва были выделены:

- повторяемость построения контура шейки образца на микроскопе видеоизмерительном;
- отклонение от круглости контура шейки образца, обусловленное разбросом точек контура теневого изображения шейки образца на микроскопе видеоизмерительном.

Оценивание неопределенности измерений конечной расчетной длины, обусловленной плотностью сложения разрушенных частей образца, неопределенности измерений диаметра в месте разрыва, обусловленной повторяемостью построения контура шейки образца, проводилось с помощью дисперсионного анализа (ANOVA) для двухфакторного плана (с одним фиксированным фактором) с повторениями в соответствии с ГОСТ Р 50779.84-2018 и обрабатывалось регрессионным анализом с помощью пакета анализа Microsoft Excel. В качестве факторов влияния рассматривались сложение разрушенных частей образца - при измерении конечной расчетной длины, повторяемость построения контура шейки образца – при измерении диаметра в месте разрыва и вариация образцов. При этом принималось, что второй фактор (образцы) имеет фиксированный уровень и при расчете неопределенности его вариация не учитывалась.

Допускаемые значения отклонения от прямолинейности меток при измерении конечной расчетной длины, отклонения от круглости контура шейки образца при измерении диаметра в месте разрыва для их нормирования в методиках измерений и для оценки их вкладов в бюджеты неопределенности методик измерений были установлены по результатам экспериментальных исследований.

Оценивание показателей точности методик измерений

Оценивание неопределенности результатов измерений относительного удлинения после разрыва, относительного сужения после разрыва было выполнено с учетом источников неопределенности, представленных в виде диаграммы «причина – следствие» (рис. 6 и 7).

Бюджеты неопределенности результатов измерений относительного удлинения после разрыва, относительного сужения после разрыва представлены в табл. 1 и 2.

Коэффициенты чувствительности (табл. 1; 2) получены из уравнений измерения (1) и (2) соответственно, преобразованных к виду

$$\frac{l_{\rm K}}{l_{\rm o}} = \frac{\delta_{\rm s}}{100} + 1,\tag{14}$$

$$\frac{d_{\rm K}d_{\rm II}}{d_{\rm o}^2} = 1 - \frac{\psi}{100}.$$
 (15)

Вклады от различных источников в суммарную неопределенность результатов измерений представлены на рис. 8 и 9.

Качественная оценка источников неопределенности из диаграмм (рис. 8; 9) позволяет сделать следующие выводы:

- 1) наиболее значимые источники неопределенности при измерении относительного удлинения после разрыва связаны:
- с процессом испытаний (скоростью нагружения);
 - пробоподготовкой (нанесением меток);
- процессом измерений длины образца после разрыва (плотностью сложения разрушенных частей образца);
- 2) наиболее значимые источники неопределенности при измерении относительного сужения после разрыва связаны:
- -с пробоподготовкой (отклонением от прямолинейности контура теневого изображения образца при измерении начального диаметра, обусловленным качеством подготовки поверхности образца);
- процессом измерений минимального диаметра в месте разрыва и диаметра в месте разрыва в перпендикулярном направлении (отклонением от круглости контура шейки образца).

При оценивании суммарной стандартной неопределенности измерений для установления



Puc. 6. Источники неопределенности при определении относительного удлинения после разрыва Fig. 6. Sources of uncertainty in determining relative elongation after rupture



Puc. 7. Источники неопределенности при определении относительного сужения после разрыва Fig. 7. Sources of uncertainty in determining the relative contraction after rupture

 Таблица 1. Бюджет неопределенности измерений относительного удлинения после разрыва δ_5

Table 1. Uncertainty budget for measurements of relative elongation after rupture δ_5

Источник неопределенности	Оценка неопреде- леннос- ти по типу A/B	Коэффициент чувствительности	Значение стандартной неопределен- ности	Число сте- пеней свободы
Отклонение от параллельности меток начальной расчетной длины	A		0,013 5	29
Отклонение от прямолинейности края метки при измерении начальной расчетной длины	В		0,002 31	∞
Отклонение фактической температуры от температуры 20 °C при измерении начальной расчетной длины	В	$-\frac{\sqrt{\frac{\delta_s}{100}+1}}{l_0}\cdot 100$	0,001 37	∞
Коэффициент температурного расширения при измерении начальной расчетной длины	В	U	0,000463	∞
Неопределенность измерений начальной расчетной длины, обусловленная погрешностью СИ	В		0,001 10	∞
Плотность сложения при измерении меток, ограничивающих конечную расчетную длину	A		0,033 6	1
Отклонение от прямолинейности края метки при измерении конечной расчетной длины	В		0,0173	∞
Отклонение фактической температуры от температуры 20 °C при измерении конечной расчетной длины	В	$\frac{1}{1}$.100	0,002 38	∞
Коэффициент температурного расширения при измерении конечной расчетной длины	В	l_0	0,000 808	∞
Неопределенность измерений конечной расчетной длины, обусловленная погрешностью СИ	В		0,001 27	∞
Неопределенность измерений конечной расчетной длины, обусловленная скоростью нагружения	В		0,0140	∞

Таблица 2. Бюджет неопределенности измерений относительного сужения после разрыва ψ

Table 2. Uncertainty budget for measurements of relative contraction after rupture ψ

		T			
Источник неопределенности	Оценка неопреде- леннос- ти по типу A/B	Коэффициент чувствительности	Значение стандартной неопределен- ности	Число сте- пеней свободы	
Отклонение от параллельности контуров теневого изображения при измерении начального диаметра	A		0,000489	1	
Отклонение от прямолинейности контура теневого изображения при измерении начального диаметра	В		0,011 5	∞	
Отклонение фактической температуры от температуры 20 °C при измерении начального диаметра	В	$\frac{2\left(1-\frac{\psi}{100}\right)}{d_0}\cdot 100$	0,000 274	∞	
Коэффициент температурного расширения при измерении начального диаметра	В		0,000 092 8		
Неопределенность измерений начального диаметра, обусловленная погрешностью СИ	В		0,000 912	∞	
Повторяемость построения контура шейки образца при измерении минимального диаметра в месте разрыва	A		0,000 724	1	
Отклонение от круглости контура шейки образца при измерении минимального диаметра в месте разрыва	В		0,011 5	∞	
Отклонение фактической температуры от температуры 20 °C при измерении минимального диаметра в месте разрыва	В	$-\frac{\sqrt{\left(1-\frac{\psi}{100}\right)}}{100}\cdot 100$	0,000 149	∞	
Коэффициент температурного рас- ширения при измерении минималь- ного диаметра в месте разрыва	В	d_0	0,000 050 5	∞	
Неопределенность измерений минимального диаметра в месте разрыва, обусловленная погрешностью СИ	В		0,000 891	∞	
Неопределенность измерений минимального диаметра в месте разрыва, обусловленная скоростью нагружения	В		0,000 982	∞	

Окончание табл. 2 End of Table 2

Источник неопределенности	Оценка неопреде- леннос- ти по типу A/B	Коэффициент чувствительности	Значение стандартной неопределен- ности	Число сте- пеней свободы
Повторяемость построения контура шейки образца при измерении диаметра в месте разрыва в перпендикулярном направлении	A		0,000727	1
Отклонение от круглости контура шейки образца при измерении диаметра в месте разрыва в перпендикулярном направлении	В		0,011 5	∞
Отклонение фактической температуры от температуры 20 °C при измерении диаметра в месте разрыва в перпендикулярном направлении	В	$\sqrt{\left(1-\frac{\psi}{100}\right)}$	0,000 151	8
Коэффициент температурного расширения при измерении диаметра в месте разрыва в перпендикулярном направлении	В	$-\frac{\sqrt{(-100)}}{d_0}\cdot 100$	0,000 051 3	8
Неопределенность измерений диаметра в месте разрыва в перпендикулярном направлении, обусловленная погрешностью СИ	В		0,000 892	∞
Неопределенность измерений диаметра в месте разрыва в перпендикулярном направлении, обусловленная скоростью нагружения	В		0,000 982	∞

показателей точности (расширенной неопределенности) методик измерений учтены наибольшие из полученных по результатам оценивания вклады от источников неопределенности для образцов:

- начальным диаметром 8,0 мм; начальной расчетной длиной 40,0 мм;
- начальным диаметром 10,0 мм; начальной расчетной длиной 50,0 мм.

Результаты и обсуждение Обобщение расчетных данных

Показатели точности разработанных методик измерений относительного удлинения после разрыва, относительного сужения после разрыва представлены в табл. 3.

Для подтверждения высокой точности методик измерений был проведен сравнительный анализ показателей точности методик измерений и методики измерений по ГОСТ 1497–2023.

При расчете неопределенности измерений по стандартизованной методике был учтен вклад только от стандартной неопределенности смещения, оцененной по типу В на основании значений абсолютных допускаемых погрешностей измерений линейных размеров (длина, диаметр) по РД 50-98-866 — 150 мкм при использовании штангенциркуля с отчетом по нониусу 0,1 мм, 5 мкм при использовании микрометра гладкого с величиной отсчета 0,01 мм.

 6 РД 50-98-86 Методические указания. Выбор универсальных средств измерений линейных размеров до 500 мм.

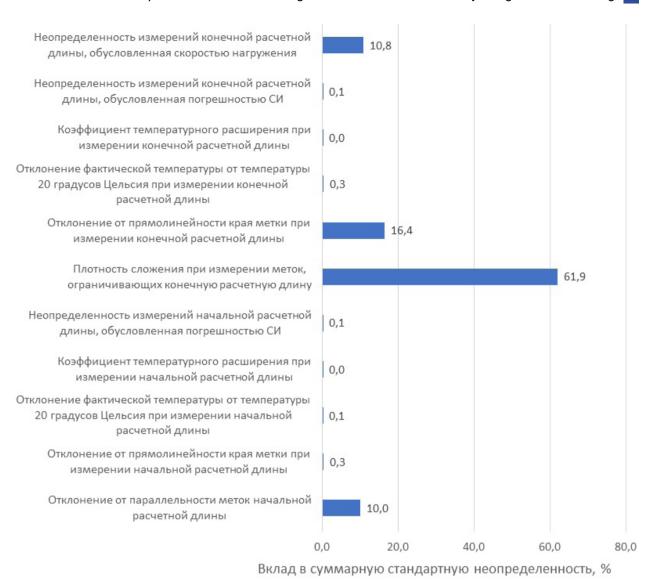


Рис. 8. Вклады от различных источников в суммарную стандартную неопределенность результатов измерений относительного удлинения после разрыва

Fig. 8. Contributions from different sources to the total standard uncertainty of the measurement results of relative elongation after rupture

Значения расширенной неопределенности измерений относительного удлинения после разрыва, относительного сужения после разрыва в зависимости от значения относительного удлинения после разрыва, относительного сужения после разрыва в диапазонах измерений методик измерений, рассчитанные для разработанных методик измерений и стандартизованной методики, представлены в табл. 4 и 5.

Графическое представление результатов расчета неопределенностей измерений относительного

удлинения после разрыва, относительного сужения после разрыва в установленных диапазонах измерений по методикам измерений и стандартизованной методике приведено на рис. 10 и 11.

Из табл. 4 и 5, рис. 10 и 11 видно, что запас по точности разработанных методик измерений по отношению к стандартизованной методике измерений составляет не менее 2,5 при определении относительного удлинения и не менее 5 при определении относительного сужения после разрыва.

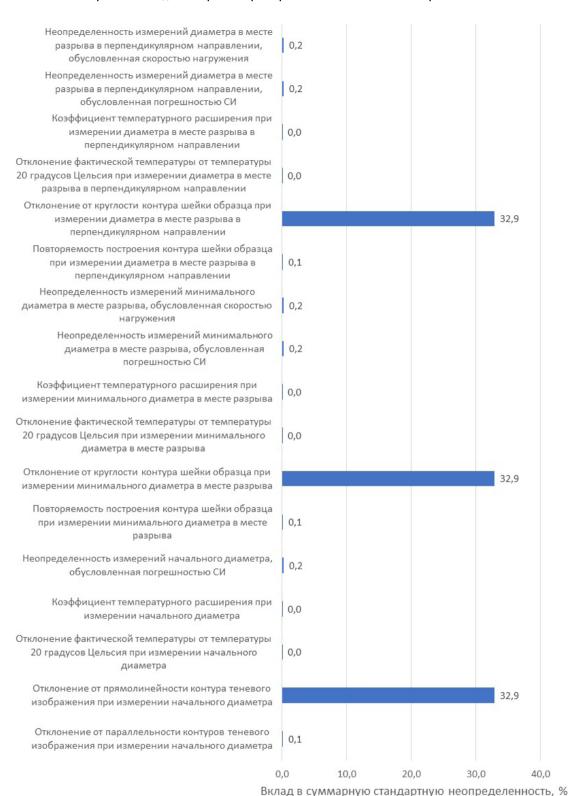


Рис. 9. Вклады от различных источников в суммарную стандартную неопределенность результатов измерений относительного сужения после разрыва

Fig. 9. Contributions from different sources to the total standard uncertainty of the measurement results of the relative contraction after rupture

Таблица 3. Диапазоны измерений, значения показателей точности результатов измерений относительного удлинения после разрыва, относительного сужения после разрыва Таble 3. Measurement ranges, values of the accuracy indicators of the measurement results of relative elongation after rupture, relative contraction after rupture

Характеристика	Единица величины	Диапазон измерений	Расширенная неопределенность при уровне доверия $p=95\%$ при коэффициенте охвата $k=2$, (показатель точности), $U(\delta_5)$
Относительное удлинение после разрыва δ_5	%	От 10,0 до 75,0 включ.	0,0008x + 0,22
Относительное сужение после разрыва ψ	%	От 40,0 до 85,0 включ.	-0,0064x + 0,73

Примечание. х – результат измерений относительного удлинения после разрыва, относительного сужения после разрыва, полученный в соответствии с методикой измерений, %.

Таблица 4. Значения расширенной неопределенности измерений относительного удлинения после разрыва по методике измерений и стандартизованной методике Table 4. Values of the extended uncertainty of measurements of elongation after fracture according to the measurement method and standardized methodology

Относительное удлинение после разрыва, % Обозначение документа на методику измерений		20	30	40	50	60	70	75
Методика измерений	0,22	0,23	0,24	0,25	0,26	0,26	0,27	0,28
ГОСТ 1497–2023	0,63	0,64	0,66	0,67	0,68	0,70	0,71	0,72

Таблица 5. Значения расширенной неопределенности измерений относительного сужения после разрыва по методике измерений и стандартизованной методике Table 5. Values of expanded uncertainty of measurements of relative contraction after rupture according to the measurement method and standardized procedure

Относительное удлинение после разрыва, % Обозначение документа на методику измерений	40	50	60	70	80	85
Методика измерений	0,47	0,41	0,35	0,28	0,22	0,18
ГОСТ 1497–2023	2,37	2,17	1,94	1,68	1,37	1,19

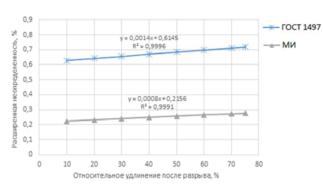


Рис. 10. Результаты расчета неопределенности измерений относительного удлинения после разрыва по методике измерений (МИ) и стандартизованной метолике

Fig. 10. Results of calculating the uncertainty of measurements of relative elongation after rupture according to the measurement method and standardized procedure

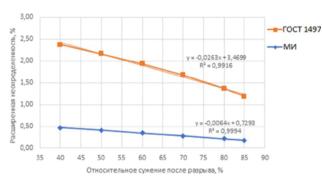


Рис. 11. Результаты расчета неопределенности измерений относительного сужения после разрыва по методике измерений (МИ) и стандартизованной методике

Fig. 11. Results of calculating the uncertainty of measurements of the relative contraction after rupture according to the measurement method and standardized procedure

Экспериментальное опробование процедуры применения методик измерений

Экспериментальное опробование процедуры применения методик измерений проведено путем сличения результатов испытаний стандартных образцов зарубежного выпуска (reference material, далее – RM) по разработанным методикам измерений с аттестованными значениями.

Для определения правильности методик измерений было проведено сравнение результатов X, полученных по методикам измерений, с опорными значениями RM, X_{RM} , по критерию

$$|X - X_{RM}| \le \sqrt{U^2 + U_{RM}^2},$$
 (16)

где U – расширенная неопределенность при уровне доверия p = 95 % при коэффициенте охвата k = 2, методики измерений; U_{RM} – расширенная неопределенность соответствующей характеристики RM.

Измерениям был подвергнут RM IfEP-RL-05, имеющий аттестованное значение относительного удлинения после разрыва $(15,1\pm0,4)\%$, аттестованное значение относительного сужения после разрыва $(50,4\pm0,9)\%$.

По результатам измерений по разработанным методикам для RM установлено значение относительного удлинения после разрыва $(15.0\pm0.23)\%$, значение относительного сужения после разрыва $(49.7\pm0.41)\%$.

При проверке правильности методик измерений по критерию (16) получено:

- -для относительного удлинения после разрыва 0.1 < 0.46;
- -для относительного сужения после разрыва 0.7 < 0.99.

Следовательно, разработанные методики не дают смещения по сравнению с опорными значениями RM.

Заключение

- 1. Разработаны методики измерений относительного удлинения после разрыва, относительного сужения после разрыва, реализованные на одном комплекте оборудования и имеющие запас по точности по отношению к стандартизованной методике измерений не менее 2,5 при определении относительного удлинения после разрыва и не менее 5 при определении относительного сужения после разрыва.
- 2. При разработке методик измерений установлены оптимальные значения параметров измерений, связанных с подготовкой образцов и методическими факторами, и оценены их вклады в бюджеты неопределенности измерений.
- 3. Разработанные методики измерений относительного удлинения после разрыва, относительного сужения после разрыва не дают смещения по результатам испытаний стандартных образцов зарубежного выпуска и могут быть использованы в качестве референтных методик измерений для оценки правильности

результатов измерений, полученных с использованием других методик (методов) измерений в соответствии с $102-\Phi3^7$.

Благодарности: Автор выражает признательность заведующему отделом метрологии механических и геометрических величин и характеристик УНИИМ — филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» В. В. Толмачеву за поддержку исследований в ходе аттестации методик измерений, валидацию полученных данных, а также рецензентам за ценные замечания, касающиеся изложения методологических подходов к оцениванию вкладов в неопределенность измерений.

Acknowledgments: The author expresses her gratitude to Vladimir V. Tolmachev, Head of the Department of Metrology of Mechanical and Geometric Quantities and Characteristics of the UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, for supporting the research during the certification of measurement methods and the validation of the obtained data, as well as the reviewers for valuable comments regarding the presentation of methodological approaches to assessing contributions to measurement uncertainty.

Вклад автора: Автор подтверждает единоличную ответственность за сбор данных, анализ и интерпретацию результатов, подготовку рукописи.

Contribution of the author: The author confirms sole responsibility for the following: data collection, analysis and interpretation of results, and manuscript preparation.

Конфликт интересов: Работа выполнена в рамках диссертационного исследования

 7 Об обеспечении единства измерений : Федеральный закон № 102-ФЗ от 26.06.2008.

«Разработка и внедрение первичной референтной методики измерений механических напряжений и модуля упругости при статическом растяжении металлов». Научный консультант: Толмачев В. В., канд. физ.-мат. наук, заведующий отделом метрологии механических и геометрических величин и характеристик УНИИМ — филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Conflict of interest: The work was carried out within the framework of the dissertation research «Development and implementation of a primary reference method for measuring mechanical stresses and elastic modulus during static tension of metals». Scientific consultant: Vladimir V. Tolmachev, Cand. Sci. (Phys.-Math.), Head of the Department of Metrology of Mechanical and Geometric Quantities and Characteristics, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology.

Финансирование: Статья выполнена в рамках опытно-конструкторской работы «Разработка референтных методик и стандартных образцов утвержденных типов, необходимых для метрологического обеспечения измерений механических свойств, характеризующих пластичность металлов» (шифр «Пластичность»), УНИИМ — филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Funding: The article was carried out as part of the development work «Development of reference methods and certified reference materials for metrological Funding: The article was carried out as part of the development work «Development of reference methods and certified reference materials for metrological support of measurements of mechanical properties of the plasticity of metals», cipher «Ductility», UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

- 1. *Фетисов В. П.* Исследование локализации пластической деформации при растяжении низкоуглеродистой стали // Литье и металлургия. 2023. № 1. С. 85–87. https://doi.org/10.21122/1683-6065-2023-1-85-87.
- 2. Андрианов И. К., Лин Х., Феоктистов С. И. Определение относительной деформации, соответствующей началу образования шейки при испытании алюминиевых сплавов на разрыв // Молодежь и наука: актуальные проблемы фундаментальных и прикладных исследований: Материалы V Всероссийской национальной научной конференции молодых учёных, Комсомольск-на-Амуре, 11–15 апреля 2022 года. Том Часть 2 / Комсомольск-на-Амуре: Комсомольский-на-Амуре государственный университет, 2022. С. 157–160.

- 3. *Хамханова Д. Н., Хадыков М. Т., Грешилов А. Д.* Контроль качества высокопрочных болтов // Известия Тульского государственного университета. Технические науки. 2022. № 5. С. 9–13. https://doi.org/10.24412/2071-6168-2022-5-9-14.
- 4. *Логинов Ю. Н., Еремин А. В.* Формоизменение медных прямоугольных профилей при растяжении // Производство проката. 2019. № 12. С. 15–18. https://doi.org/10.31044/1814-4632-2019-0-12-15-18
- 5. Влияние режима температурно-деформационной обработки специальных легированных сталей на структурное состояние и свойства проката / А. В. Колдаев [и др.] // Металлург. 2017. № 10. С. 30–34.
- 6. *Густов Ю. И., Катанина А. Г.* Оценка энергоемкости разрушения металлических материалов посредством показателей относительного поперечного сужения // Новые материалы и технологии в машиностроении. 2017. № 25. С. 16–19.
- 7. Оценка характеристик поврежденности малоуглеродистой стали физическими методами / Л. Р. Ботвина [и др.] // Металлы. 2016. № 1. С. 27–39.
- 8. *Голи-Оглу Е. А., Бокачев Ю. А.* Повышение уровня пластичности в Z-направлении проката толщиной до 150 мм из низкоуглеродистых сталей для ответственных сварных конструкций // Металлург. 2014. № 9. С. 71–76.
- 9. Остсемин А. А. Напряженное состояние и прочность наклонной мягкой прослойки механически неоднородных сварных соединений с непроваром в центре шва // Сварочное производство. 2014. № 6. С. 3–9.
- 10. *Федотов П. В., Лошманов Л. П., Костюхина А. В.* Влияние кратковременной термообработки на механические свойства сплава Э110 // Физика и химия обработки материалов. 2014. № 5. С. 67–73.
- 11. *Чжан Ю. Ц., Ху В. Т., Хань Ц. Т.* Горячая пластичность азотсодержащей мартенситной нержавеющей стали 3Cr13N // Проблемы черной металлургии и материаловедения. 2013. № 3. С. 61–64.
- 12. *Логинов Ю. Н., Осминин А. С., Копылова Т. П.* Исследование изменения относительного сужения кислородсодержащей медной проволоки по маршруту волочения // Заготовительные производства в машиностроении. 2012. № 5. С. 29–32.
- 13. Зависимость относительного сужения металла рельсов от технологических параметров производства и химического состава, установленная статистическими методами / А. И. Троцан [и др.] // Вестник Приазовского государственного технического университета. Серия: Технические науки. 2012. № 24. С. 135—143.
- 14. Статистический анализ и прогнозирование механических свойств катанки на новом мелкосортно-проволочном стане / *А. А. Пономарев* [и др.] // Производство проката. 2011. № 1. С. 32–36.
- 15. О возможностях усовершенствования технологии выдавливания полуфабрикатов авиационных и автомобильных колес и прогнозной оценки их ресурса / *С. Т. Басюк* [и др.] // Технология легких сплавов. 2011. № 2. С. 72–76.
- 16. Кумяйкин В. Г., Горбачев П. А. Оценивание неопределенности при определении прочностных характеристик материалов // Компетентность. 2021. № 7. С. 16–20. https://doi.org/10.24412/199387802021-7-16-20
- 17. Оценивание неопределенности измерения при испытаниях на растяжение высокопрочных болтов / Д. Н. Хамханова [и др.] // iPolytech Journal. 2022. Т. 26, № 4. С. 601–611. https://doi.org/10.21285/1814-3520-2022-4-601-611
- 18. *Машенцева М. С.* Оценивание неопределенности измерений // Контроль качества продукции. 2022. № 6. С. 50–54.

REFERENCES

- 1. Fetisov V. P. Investigation of localization of plastic deformation during stretching of low-carbon steel. *Foundry production and metallurgy*, 2023;1:85–87. (In Russ.), https://doi.org/10.21122/1683-6065-2023-1-85-87.
- 2. Andrianov I. K., Lin H., Feoktistov S. I. Determination of relative strain, corresponding to the beginning of neck formation when testing aluminum alloys for rupture. In: *Youth and science: current problems of fundamental and applied research: Proceedings of the V All-Russian National Scientific Conference of Young Scientists*, 11–15 April 2022, Komsomolsk-on-Amur, Russia. Komsomolsk-on-Amur: Komsomolsk-on-Amur State University; 2022. P. 157–160. (In Russ.).
- 3. Khamkhanova D. N., Khadykov M. T., Greshilov A. D. Quality control of high-strength bolts. *Bulletin of Tula State University. Technical sciences*. 2022;5:9–13. (In Russ.). https://doi.org/10.24412/2071-6168-2022-5-9-14
- 4. Loginov Yu. N., Eremin A. V. Forming of rectangular copper shapes during extension. *Rolled products production*. 2019;12:15–18. (In Russ.). https://doi.org/10.31044/1814-4632-2019-0-12-15-18
- 5. Koldayev A. V., Amezhnov A. V., Zaitsev A. I., Stepanov A. B. Influence of the temperature-deformation treatment mode of special alloy steels on the structural state and properties of rolled products. *Metallurgist*. 2017;10:30–34. (In Russ.).
- 6. Gustov Yu. I., Katanina A. G. Evaluation of the intensity of destruction of metallic materials by means of indicators of relative transverse contraction. *New materials and technologies in mechanical engineering.* 2017;25:16–19. (In Russ.).

- 7. Botvina L. R., Soldatenkov A. P., Levin V. P., Tyutin M. R., Demina Y. A., Petersen T. B. et al. Assessment of damage characteristics of low-carbon steel by physical methods. *Metally*. 2016;1:23–33. (In Russ.).
- 8. Goli-Oglu E. A., Bokachev Yu. A. Increasing the level of ductility in the Z-direction of rolled products up to 150 mm thick made of low-carbon steels for critical welded structures. *Metallurgist*. 2014;9:71–76. (In Russ.).
- 9. Ostsemin A. A. Stress state and strength of an inclined soft interlayer of mechanically heterogeneous welded joints with incomplete fusion in the center of the seam. *Svarochnoe proizvodstvo*. 2014;6:3–9. (In Russ.).
- 10. Fedotov P. V., Loshmanov L. P., Kostyukhina A. V. Effect of short-term heat treatment on the mechanical properties of E110 alloy. *Physics and chemistry of materials processing*. 2014;5:67–73. (In Russ.).
- 11. Zhang Yu. C., Hu W. T., Han C. T. Hot plasticity of nitrogen-containing martensitic stainless steel 3Cr13N. *Problems of ferrous metallurgy and materials science*. 2013;3:61–64. (In Russ.).
- 12. Loginov Yu. N., Osminin A. S., Kopylova T. P. Study of change in relative narrowing of oxygen-containing copper wire along the drawing route. *Blank production in mechanical engineering*. 2012;5:29–32. (In Russ.).
- 13. Trotsan A. I., Kaverinskiy V. V., Levchenko V. I., Kashule I. M., Nosochenko O. O. Dependence of the relative narrowing of the rail metal on the technological parameters of production and chemical composition, established by statistical methods. *Bulletin of the Priazov State Technical University. Series: Technical Sciences*. 2012;24:135–143. (In Russ.).
- 14. Ponomarev A. A., Pyatkova A. Yu., Parshakov S. I., Shilov V. A. Statistical analysis and forecasting of mechanical properties of wire rod on a new small-section wire mill. *Proizvodstvo prokata*. 2011;1:32–36. (In Russ.).
- 15. Basyuk S. T., Mozalev V. V., Lisin A. N., Levochkin S. B. On the possibilities of improving the technology of extruding semi-finished aircraft and automobile wheels and predictive assessment of their service life. *Technology of Light Allovs*. 2011;2:72–76. (In Russ.).
- 16. Kutyaykin V. G., Gorbachev P. A. Uncertainty assessment in determining the strength characteristics of materials. *Competence (Russia)*. 2021;7:16–20. (In Russ.). https://doi.org/10.24412/199387802021-7-16-20
- 17. Khamkhanova D. N., Khadykov M. T., Mosorov V. I., Bakhrunov K. K. Evaluation of the measurement uncertainty during the tensile tests of high-strength bolts. *iPolytech Journal*. 2022;26(4):601–611. (In Russ.). https://doi.org/10.21285/1814-3520-2022-4-601-611
- 18. Mashenzeva M. S. Evaluation of measurement uncertainty. *Production quality control*. 2022;6:50–54. (In Russ.).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРЕ

Матвеева Илона Николаевна — научный сотрудник лаборатории менеджмента риска и метрологического обеспечения безопасности технологических систем, УНИИМ — филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

620075, Россия, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4 e-mail: MatveevaIN@uniim.ru

https://orcid.org/0009-0002-2864-4409

INFORMATION ABOUT THE AUTHOR

Ilona N. Matveeva – Researcher, Laboratory for Risk Management and Metrological Safety Assurance of Technological Systems, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology

4 Krasnoarmeyskaya st., Yekaterinburg, 620075, Russia e-mail: MatveevaIN@uniim.ru

https://orcid.org/0009-0002-2864-4409

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Обзорная статья УДК 006.91:548.4 https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-1-72-85





Особенности испытаний и контроля оптических качеств диэлектрических монокристаллов

Н. С. Козлова № Д. Е. В. Забелина №, В. М. Касимова №

Аннотация: В статье рассмотрены особенности и проблемы метрологического обеспечения качества измерений параметров оптических монокристаллических материалов и элементов из них на примерах измерений параметров диэлектрических ионных оптических материалов из практики межкафедральной учебно-испытательной лаборатории полупроводниковых материалов и диэлектриков «Монокристаллы и заготовки на их основе» НИТУ МИСИС.

Установлено, что свойства выращенных кристаллов можно корректировать, подвергая внешним воздействиям многочисленные структурные точечные дефекты, которые управляют свойствами кристаллов. Представлены доказательства того, что подход «структура – дефекты структуры – свойства – применение дефектов для управления свойствами – коррекция технологии получения кристаллов» является наиболее эффективным для изучения физических параметров диэлектрических кристаллов.

Публикация содержит обобщение сведений из нормативных документов, оригинальных статей, обзоров и монографий по проблемам метрологического обеспечения в области физики твердого тела. Материал построен на результатах проведенного авторским коллективом анализа влияния структурных точечных ростовых дефектов на свойства и технологические параметры кристаллов. Базой для обзора стал многолетний опыт работы с оптическими диэлектрическими кристаллами в лаборатории, где трудятся авторы публикации. Ключевые выводы сделаны с опорой на диссертационные работы авторов на соискание научных степеней, сведения из выступлений на отечественных и международных конференциях.

Обзор адресован специалистам – метрологам для теоретических и прикладных исследований. Кроме того, опубликованный материал может быть полезен преподавателям и студентам профильных направлений высших учебных заведений.

Ключевые слова: оптические диэлектрические кристаллы, методы пропускания, спектральные зависимости отражения, структура кристаллов, дефекты, особенные свойства, методики измерений, стандартные образцы

Для цитирования: *Козлова Н. С., Забелина Е. В., Касимова В. М.* Особенности испытаний и контроля оптических качеств диэлектрических монокристаллов // Эталоны. Стандартные образцы. 2025. Т. 21, № 1. С. 72-85. https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-1-72-85.

Статья поступила в редакцию 11.12.2024; одобрена после рецензирования 28.02.2025; принята к публикации 25.03.2025.

MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

Review Article

Features of Testing and Monitoring Optical Qualities of Dielectric Single Crystals

Nina S. Kozlova 👨 🖂, Evgenia V. Zabelina 👨, Valentina M. Kasimova 👨

National University of Science and Technology «MISIS», Moscow, Russia ⊠ kozlova nina@mail.ru

Abstract: The article discusses the features and problems of metrological quality assurance of measurements of parameters of optical single-crystal materials and elements made of them using examples of measurements of parameters of dielectric ionic optical materials from the practice of the interdepartmental educational and testing laboratory of semiconductor materials and dielectrics «Single crystals and blanks stock on their base» of NUST MISIS.

It has been established that the properties of grown crystals can be adjusted by exposing numerous structural point defects, which control the properties of the crystals, to external influences. Evidence is provided that the approach «structure – structure defects – properties – application of defects to control properties – adjustment of crystal production technology» is the most effective for studying the physical parameters of dielectric crystals.

The article contains a summary of information from regulatory documents, original articles, reviews and monographs on the problems of metrological assurance in the field of solid state physics. The material is based on the results of the authors' analysis of the influence of structural point growth defects on the properties and technological parameters of crystals. The review is based on long-term experience with optical dielectric crystals in the laboratory where the authors of the publication work. The key conclusions are based on the authors' dissertations for scientific degrees, information from reports at domestic and international conferences. The review is intended for specialists – metrologists for theoretical and applied research. In addition, the published material may be useful to teachers and students of specialized areas of higher education institutions.

Keywords: optical dielectric crystals, transmission methods, spectral dependences of reflection, crystal structure, defects, special properties, measurement techniques, reference materials

For citation: Kozlova N. S., Zabelina E. V., Kasimova V. M. Features of testing and monitoring optical qualities of dielectric single crystals. *Measurement standards. Reference materials.* 2025;21(1):72–85. (In Russ.). https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-1-72-85.

The article was submitted 11.12.2024; approved after reviewing 28.02.2025; accepted for publication 25.03.2025.

Введение

Распоряжение Правительства РФ № 20-р¹ определяет основные направления государственной политики в сфере развития

электронной промышленности Российской Федерации на основе создания новых технологий для удовлетворения потребностей государства и потребителей в современной продукции отрасли электронной промышленности.

Десятилетия развития квантовой электроники, электронной и микроэлектронной промышленности, долгий путь становления

¹ О стратегии развития электронной промышленности Российской Федерации на период до 2030 г. и плане мероприятий по ее реализации: Распоряжение Правительства РФ от 17 января 2020 г. № 20-р.

и совершенствования квантовой оптики в качестве среды для генерации, управления характеристиками и детектирования оптического излучения требовали синтезировать, выращивать, апробировать и исследовать внушительный массив кристаллических диэлектрических материалов. Но практическое применение нашли не все полученные материалы. Тому причины – недостаток исследований, обусловленный сложностью структур таких материалов и их свойств, а также трудности, которые преодолевают материаловеды и технологи, получая и проводя испытания кристаллических диэлектрических материалов требуемого качества в интересах электронной и микроэлектронной промышленности. Одна из важнейших групп таких материалов - диэлектрические ионные кристаллы².

Развитие электронной и микроэлектронной промышленности во многом определяется возможностями материалов, на основе которых создаются квантовые генераторы, системы управления оптическим лучом, сцинтилляционные материалы, применяемые в качестве компонентов медицинской техники и детекторов высокоэнергетических излучений и других приборов.

В исследовании³ установлено, что из 32 классов симметрии кристаллических структур 21 класс относится к полярным и полярно-нейтральным классам, остальные – к неполярным классам. Наличие полярных направлений в кристаллах полярных и полярно-нейтральных классов приводит к различию свойств, т. е. к анизотропии свойств за счет структуры кристалла. Формирование структуры кристаллов жестко подчиняется законам кристаллографии [1].

Изменения свойств кристаллов, включая кристаллы неполярных классов, могут быть вызваны следующими внешними воздействиями:

- -температурными, радиационными полями;
- механическими воздействиями;
- введением в процессе роста легирующей примеси, особенно с отличной от основной зарядовой составляющей атомов.

Указанные воздействия, приводя к образованию дефектов структуры, влияют на изменение и деформацию структуры кристаллов, и тем самым – на свойства кристаллов. Причем, не только на свойства кристаллов, но и на технологию получения кристаллов (рис. 1).

Одновременно с анизотропией структуры в диэлектрических (ионных) кристаллах имеются свойства, обнаружение которых и изучение затруднительно, а именно:

- оптическая активность, или гиротропия;
- -дихроизм;
- двулучепреломление.

Перечисленные свойства напрямую связаны со структурой и наличием структурных дефектов, возникших в процессе выращивания кристаллов. При этом ростовые дефекты существенно влияют на свойства и технологические параметры кристаллов, и этот факт недостаточно отражен в публикациях.

Цели настоящей работы:

- проанализировать влияние структурных точечных ростовых дефектов на свойства и технологические параметры кристаллов;
- обосновать необходимость комплексных исследований диэлектрических ионных кристаллов по схеме «кристаллическая структура дефекты структуры ростовые дефекты свойства применение дефектов для управления свойствами» [2].

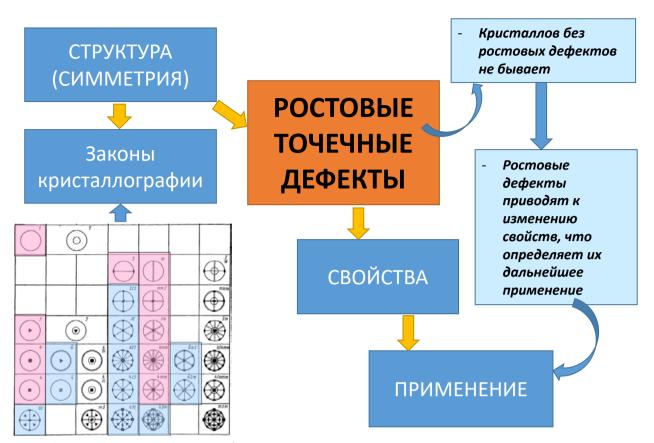
Материалы и методы

Поставленные в разных областях науки и техники задачи обуславливают необходимость поиска (а) новых кристаллов для конкретных применений и (б) путей улучшения свойств уже известных кристаллов. Сформулируем подходы к решению указанных задач в области физики твердого тела (рис. 2):

- изучение свойств диэлектрических кристаллов;
- определение фундаментальных связей между особенностями структуры и связанными с ней свойствами;
 - выявление природы дефектов;
- создание моделей дефектообразования для определения путей управления и оптимизации свойств функциональных кристаллов с учетом их конкретного применения.

 $^{^2}$ *Блистанов А. А.* Кристаллы квантовой и нелинейной оптики. М.: МИСИС, 2007. 432 с.

 $^{^3}$ *Шаскольская М. П.* Кристаллография. М. : Высшая школа, 1984. 376 с.



Puc. 1. Связь ростовых точечных дефектов со структурой и свойствами кристаллов и классы симметрии Fig. 1. Relationship of growth point defects with the structure and properties of crystals and symmetry classes

При этом возникает необходимость оценки таких свойств, как величина оптической активности (коэффициент гирации), наличие явления дихроизма в материале, величины двулучепреломления. Для перечисленных явлений чрезвычайно важны исследования их дисперсионных зависимостей. В противном случае можно получить неадекватные результаты и их понимание, приводящие к ошибкам при разработке и изготовлении изделий, элементов для электронной и микроэлектронной техники.

Средства оптимизации, или влияния, нужных свойств кристаллов с учетом их применения в последующем можно сформировать, установив природу дефектов и механизмы их образования. Для этого необходимы комплексные исследования воздействия на их оптические и электрофизические параметры условий получения кристаллов и подготовки образцов, а именно:

- атмосферы выращивания;
- изоморфных замещений в катионной подрешетке;

- -легирования;
- -послеростовых обработок;
- выбора токопроводящих покрытий.

Наибольшего эффекта можно достичь одновременными исследованиями дефектной структуры, элементного и фазового составов образцов. Все это позволит расширить линейку кристаллов для оптических, в том числе нелинейных, и пьезоэлектрических применений, рабочий диапазон миниатюрных, компактных и высоконадежных устройств на основе диэлектрических ионных кристаллов, работоспособных в широком диапазоне внешних условий.

Характерными особенностями кристаллов, обусловленными кристаллографической закономерностью их внутреннего строения, являются анизотропия и симметрия физических свойств⁴.

⁴ Физическая энциклопедия (в 5 томах) [1988–1998]/ Гл. ред. А.М. Прохоров. Ред. кол. Д.М. Алексеев, А.М. Балдин, А.М. Бонч-Бруевич, А.С. Боровик-Романов и др. М.: Советская энциклопедия, 1988. Т. 1. 704 с.

Результаты измерений определяются симметрией структуры и дефектностью кристаллов



Свойствами кристаллов можно управлять наличием и концентрацией дефектов в кристаллах



Puc. 2. Связь ростовых точечных дефектов со свойствами и технологией получения кристаллов Fig. 2. Relationship of growth point defects with the properties and technology of crystal production

Визуальные, без использования исследовательского оборудования, наблюдения анизотропии кристаллов дают представление, к какому классу симметрии относится рассматриваемый кристалл, позволяют оценить степень вероятности наличия определенных свойств в данном кристалле.

В силу того, что кристаллы выращиваются не в идеальной среде, технологические условия получения кристаллов существенно влияют на форму кристаллов и их свойства. В процессе роста кристаллов образуются дефекты роста, точечные ростовые дефекты, дислокации, неконтролируемые примеси, вошедшие в кристалл из шихты, атмосферы выращивания, под влиянием других факторов окружающей среды. Перечисленные обстоятельства нарушают форму выращенного кристалла, но главное свойство - анизотропия - остается. Отсюда верно утверждение: все кристаллы к тем или иным свойствам анизотропны, - что требует аккуратного и тщательного исследования.

Детальные исследования анизотропии свойств материалов позволяют выявить направления и срезы с экстремальными значениями свойств – актуальную проблему как для фундаментальных исследований, так и для практического применения. Такие исследования особенно важны при изучении экстремальных задач кристаллофизики: электрооптики, акустооптики, особенностей параметрических эффектов и др. Это позволяет найти критерии отбора монокристаллических элементов с оптимальными характеристиками для устройств твердотельной электроники [3]. При этом безусловным требованием является изучение дефектной структуры, возникшей в процессе роста. Сопутствующий вопрос - о влиянии легирования разными примесями, что само по себе вносит дополнительные структурные дефекты и влияет на анизотропию кристалла, и, соответственно, на свойства кристаллов. Так, в изотропных средах под влиянием внешних воздействий, например, механических, электрических полей и др., может наблюдаться аномальное двойное лучепреломление.

Результаты и обсуждение

Выше описаны случаи, когда визуально можно определить симметрию кристалла и понять, какими свойствами обладает кристалл. Однако кристаллы могут обладать неочевидными свойствами, которые проявляются в кристаллах только при исследовании на чувствительном оборудовании и по вновь разработанным методикам. Рассмотрим свойства, требующие специальных исследований.

Дихроизм – различное поглощение веществом света в зависимости от его поляризации. Различие поглощения волн в кристаллах в зависимости от состояния их поляризации называется дихроизмом⁵. Дисперсия дихроизма является одной из важнейших кристаллооптических характеристик материала⁶. Дихроичные вещества становятся разнообразно окрашенными при наблюдениях по различным направлениям. Откуда и название «Дихроизм» (от греческого dichroos – двухцветный)⁷ (рис. 3).

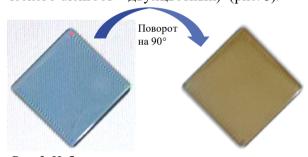


Рис. 3. Наблюдение явления дихроизма в кристаллах при повороте на 90°

Fig. 3. Observation of the phenomenon of dichroism in crystals at 90° rotation

Бесцветное вещество обнаруживает дихроизм только в процессе измерения спектров пропускания или поглощения. В таком случае проводят измерения спектральных зависимостей коэффициентов пропускания в поляризованном свете или с поворотом образца на 90°. Таким образом, при изменении поляризации луча света на спектрах поглощения в полосах поглощения меняется их интенсивность.

Дисперсионная зависимость коэффициентов пропускания при разных поляризациях

света (T_o – обыкновенный луч, T_e – необыкновенный луч) представлена на рис. 4.

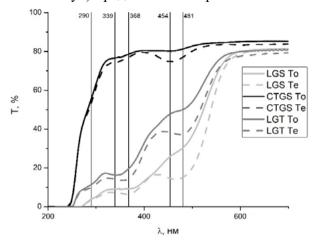


Рис. 4. Спектральные зависимости коэффициентов пропускания в кристаллах группы лангаситов [4]

Fig. 4. Spectral dependences of transmission coefficients in crystals of the langusite group [4]

Экстремумы на зависимостях в областях ~290, 339, 368, 454 и 481 нм полос поглощения объясняются различными структурными точечными дефектами и их комплексами. Описанные эксперименты свидетельствуют о том, что в этой группе кристаллов точечные дефекты близки по природе, но различаются концентрацией, также они обладают свойством дихроизма и, следовательно, анизотропией.

Для одноосных кристаллов, например, кристаллов группы лангаситов, рассматривается, как правило, *дисперсия линейного дихроизма бж*, которая без поправок на отражение рассчитывается по формуле⁸

$$\Delta \varkappa = (\lambda/4\pi d) \cdot \ln(T_o/T_e), \tag{1}$$

где λ – длина волны света; d – толщина образца. За меру дихроизма⁹ принимают отношение

$$D = (A_{\text{MAKC}} - A_{\text{MUH}}) / (A_{\text{MAKC}} + A_{\text{MUH}}), \tag{2}$$

где $A_{{\scriptscriptstyle MARC.}}$ — максимальный коэффициент поглощения; $A_{{\scriptscriptstyle MUH.}}$ — минимальный коэффициент поглощения.

Оптическую активность (гиротропия) [6–9] – способность некоторых веществ вращать

⁵ Современная кристаллография в 4 томах [1979—1981] / Б. К. Вайнштейн [и др.]. Т. 4. М.: Наука, 1981. 496 с.

⁶ Там же.

⁷ Там же.

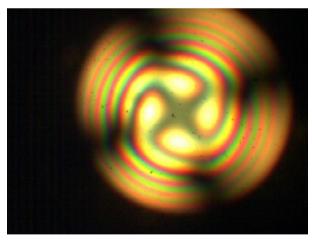
⁸ Физическая энциклопедия... Т. 1.

 $^{^9}$ *Кизель В. А., Чиркин А. С.* Дихроизм : Большая российская энциклопедия [2004—2017]. Том 9. М. : Большая российская энциклопедия, 2007. С. 111.

плоскость поляризации при прохождении через них света — можно обнаружить только путем измерений. Оптическая активность занимает особое место в ряду физических свойств веществ, в том числе — оптических монокристаллов. У ряда веществ наблюдается естественная оптическая активность. При внешних воздействиях, например, внешнего магнитного поля, может наблюдаться наведенная искусственная оптическая активность.

Гиротропные свойства, или оптическая активность, обусловлены вращением плоскости поляризации и распространением с разными скоростями двух волн с правой и левой круговой поляризацией. Плоскость поляризации линейно поляризованной волны представляет сумму двух указанных волн и на выходе из вещества оказывается повернутой на угол φ . Оптическая активность составляющих молекул вещества (молекулярная оптическая активность) и структура самого вещества (структурная оптическая активность) определяют оптическую активность гиротропного кристалла.

Коноскопические картины в виде спиралей Эри для определения знака вращения плоскости поляризации гиротропного кристалла при наблюдении в оптическом микроскопе представлены на рис. 5.



Puc. 5. Спирали Эри в гиротропном кристалле Fig. 5. Airy spirals in a gyrotropic crystal

Вращение плоскости поляризации зависит от длины пути света в веществе и не зависит от его интенсивности. За меру оптической активности (вращательной способности) принимается угол поворота плоскости поляризации

света φ на единицу пути света в веществе d. При этом угол поворота плоскости поляризации в веществе определяется [7]

$$\varphi = \pi d(n_- - n_+) / \lambda, \tag{3}$$

где n_- и n_+ — коэффициенты преломления двух волн с круговой поляризацией; λ — длина пути света в образце.

В кристаллах может возникать оптическая активность молекулярного и структурного происхождения. В них часто происходит деформация тех или иных элементов структуры (молекул, атомных и ионных группировок) внутренним полем кристалла. Экспериментально показано, что оптическая активность может возникать на вакансиях и их комплексах, на дефектных структурах и примесных центрах. Оптическая активность связана с локальным кручением структуры материала. Примеры дисперсионных зависимостей удельного угла вращения плоскости поляризации кристаллов группы лангасита представлены на рис. 6.

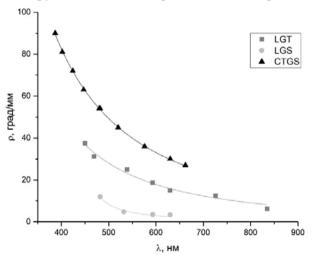


Рис. 6. Дисперсионные зависимости удельного угла вращения плоскости поляризации в кристаллах группы лангасита [4]

Fig. 6. Dispersion dependences of the specific rotation angle of the polarization plane in crystals of the langasite group [4]

Наведенная оптическая активность может возникать в оптически изотропных средах под внешним воздействием, меняющим локальную симметрию. Такими воздействиями могут быть механические, магнитные, электрические поля, мощные потоки излучения [6–9].

Фундаментальными характеристиками для оценки многих оптических параметров диэлектрических кристаллов^{10, 11} [5, 7, 10], а так же при расчете эксплуатационных характеристик устройств с использованием диэлектрических оптических кристаллов, являются коэффициенты преломления п и их дисперсионные зависимости $n(\lambda)$.

В соответствии с ГОСТ $8.654-2016^{12}$, к коэффициентам относятся безразмерные величины, рассчитывающиеся как отношение величин, а к показателям — размерные величины, обратные расстоянию, на котором величина уменьшается в e или 10 раз. Согласно 13 , коэффициент поглощения A и показатель поглощения α существенно различны. Коэффициент поглощения A является безразмерной величиной и определяется как отношение величины поглощенного потока света I_{noen} к величине упавшего потока света I_0 на тело по формуле

$$A = I_{no2\pi}/I_0. \tag{4}$$

Показатель поглощения α определяется по закону Бугера степенной функцией 14

$$I = I_0 \exp(\alpha_{\lambda} l), \tag{5}$$

где α_{λ} — показатель поглощения, см⁻¹ (или другая линейная единица); l — толщина поглощающего слоя, см (или другая линейная единица).

Преломление n определяется как безразмерное соотношение скорости распространения света в первой среде c_1 к скорости распространения света во второй среде c_2 или отношением синусов угла падения φ к синусу угла преломления χ на границе раздела этих сред^{15, 16} [10]:

$$n = \frac{c_1}{c_2} = \frac{\sin \varphi}{\sin \chi}.$$
 (8)

Следовательно, величина n является коэффициентом преломления, а не показателем преломления.

Неоднозначность в определении термина преломления как «показатель» или «коэффициент», заданный в соответствии с формулой (8), наблюдается в ^{17, 18} [5, 7, 10–12], В настоящей работе используется термин «коэффициент преломления» в соответствии с ГОСТ 8.654-2016.

Современные спектрофотометры с различными приставками, в том числе угловыми, обладают возможностью применения новых физических методов для измерения коэффициентов преломления, таких как метод Брюстера и метод отражения при угле падения, близком к нормальному (R_0) [13, 44] (рис. 7). Возможности и особенности подобных методик мало описаны.

Классические методы измерения коэффициентов преломления давно известны и обстоятельно описаны^{19, 20} и ГОСТ 28869-90²¹. Каждый метод имеет преимущества и ограничения. В частности, гониометрические методы позволяют получать значения коэффициентов преломления с точностью до пятого знака после запятой. Однако требуется изготовление трехгранной призмы с размерами рабочих граней не менее 30×50 мм², предъявляются жесткие требования к вертикальности этих граней и качеству их полировки, а сам образец должен характеризоваться высоким оптическим качеством по ГОСТ 28869-90. Подобные требования не всегда достижимы в силу ряда причин. Например, если в ходе поисковых исследований получено количество материала, недостаточное для изготовления образцов требуемого размера и качества. Механические характеристики материалов и их анизотропия также могут затруднить изготовление образца с требуемыми параметрами и увеличить стоимость его изготовления.

 $^{^{10}}$ Шаскольская М. П. ... 1984.

¹¹ Современная кристаллография... 1981.

 $^{^{12}}$ ГОСТ 8.654—2016 Государственная система обеспечения единства измерений. Фотометрия. Термины и определения.

¹³ Там же.

¹⁴ Там же.

 $^{^{15}}$ Сивухин Д.В. Общий курс физики. Учебное пособие для вузов (в 5 т.). Т. 4. Оптика. М. : Физмалит, 2005. 792 с.

¹⁶ Показатель преломления света и методы его экспериментального определения / С.И. Борисенко [и др.]. Томск: Томский политехнический университет, 2014. 146 с.

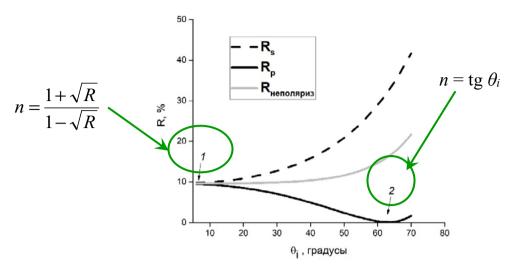
¹⁷ Там же.

¹⁸ Шаскольская М. П. ... 1984.

¹⁹ Там же.

 $^{^{20}}$ Физический практикум: электричество и оптика/ В. И. Иверонова [и др.]. М. : Наука, 1968. С. 818.

 $^{^{21}\}Gamma$ ОСТ 28869—90 Материалы оптические. Методы измерений показателя преломления.



Puc. 7. Схема определения коэффициентов преломления двумя спектрально-угловыми методами Fig. 7. Scheme for determining refraction coefficients by two spectral-angular methods

Показатель ослабления (μ , с m^{-1}) — одна из наиболее востребованных для практического применения характеристик материалов. Показатель ослабления μ определялся по формулам (9) и (10) в соответствии с ГОСТ 3520—92²². Как следует из формул, необходимо провести измерения коэффициента пропускания T и коэффициента преломления n.

$$\mu = -\frac{\ln \tau}{d},\tag{9}$$

где τ — внутреннее пропускание с учетом отражения:

$$\tau = \sqrt{\left[\frac{1}{T} \times \frac{8n^2}{(n-1)^4}\right]^2 + \left[\frac{n+1}{n-1}\right]^4} - \frac{1}{T} \times \frac{8n^2}{(n-1)^4}. (10)$$

В качестве примера измерений и определения коэффициента преломления кристаллов $Gd_3Al_2Ga_3O_{12}$, $Gd_3Al_3Ga_2O_{12}$ и $Gd_{2,97}Al_2Ga_3O_{12}$: $Ce_{0,03}$ применен многоугловой спектрофотометрический метод Брюстера в соответствии с [13, 14] для пяти длин волн: 300, 440, 500, 589, 650 нм — и связан с поиском угла Брюстера θ_{5p} . Найденные значения θ_{5p} позволили получить коэффициенты преломления по формуле (9) с точностью 10^{-3} :

$$n = tg\theta_{Ep} \tag{11}$$

Дисперсионные зависимости коэффициентов преломления $n(\lambda)$ получены аппроксимацией уравнения Коши (4):

$$n = K + \frac{L}{\lambda^2} + \frac{M}{\lambda^4} \,, \tag{12}$$

где K, L, M — материальные константы уравнения.

Установлено, что замещение галлия алюминием в катионной подрешетке значительно сказывается на значениях коэффициентов преломления, в то время как легирование церием оказывает заметное влияние только в коротковолновой области (рис. 8).

По имеющимся экспериментальным зависимостям коэффициентов пропускания и рассчитанным коэффициентам преломления в соответствии с формулами (11) и (12) в диапазоне от 200 до 700 нм получены спектры показателей ослабления кристаллов (рис. 9), представляющие собой немонотонные зависимости с ярко выраженными полосами поглощения.

Двойное лучепреломлеение, или двулучепреломление — оптическое свойство анизотропных материалов, в которых коэффициент преломления зависит от направления распространения света. Явление зависит

 $^{^{22}}$ ГОСТ 3520-92 Материалы оптические. Методы определения показателей ослабления.

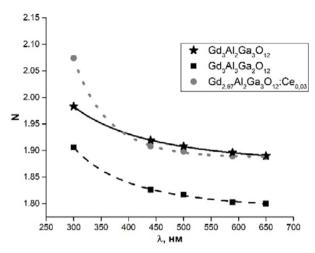


Рис. 8. Дисперсионные зависимости коэффициентов преломления образцов исследуемых составов [15]

Fig. 8. Dispersion dependences of refraction coefficients of samples of the studied compositions [15]

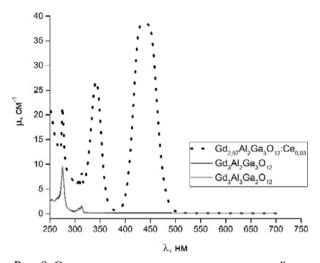


Рис. 9. Спектральные зависимости показателей ослабления образцов исследуемых составов [16]

Fig. 9. Spectral dependences of attenuation indices of samples of the studied compositions [16]

от структуры кристаллов. Наблюдается в оптически изотропных кристаллах низшей и средней категории (рис. 10).

В идеальных оптически изотропных кристаллах высшей категории (кубических кристаллах) двулучепреломление отсутствует. Но при наличии структурных дефектов или приложения к кубическим кристаллам механических либо электрических воздействий наблюдается так называемое аномальное двулучепреломление.

Оптически одноосные кристаллы могут становиться аномально оптически двуосными, вследствие чего в таких кристаллах вдоль оптической оси наблюдается аномальное двулучепреломление, свидетельствующее о дефектности кристаллов и требующее дополнительных специальных исследований.

Обсуждение

Свойства диэлектрических кристаллов обусловлены наличием и концентрацией точечных дефектов. В диэлектрических ионных кристаллах дефекты имеют собственные заряды – как правило, парные дефекты для сохранения электронейтральности кристалла. Указанное обстоятельство позволяет образовывать комплексы дефектов, например, центры окраски. Наличие комплексов дефектов и их концентрация предопределяют свойства кристаллов. Зная природу таких комплексов, можно управлять свойствами кристаллов посредством высокотемпературных отжигов, механического воздействия, облучения разными типами ионизирующих излучений, магнитными полями, а также легированием определенными примесями.

Точечные дефекты являются носителями зарядов, могут быть подвижны и передвигаться внутри кристалла, определяя, например, свойства диффузии и электропроводности. Наличие таких заряженных дефектов можно установить измерением электропроводности и их температурных зависимостей.

В связи с вышеизложенным, становится понятным, что при исследовании оптических параметров диэлектрических ионных кристаллов

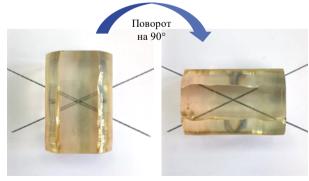


Рис. 10. Двулучепреломление в кристалле ниобата лития

Fig. 10. Birefringence in lithium niobate crystal

необходимо проводить изучение наличия таких свойств, как анизотропия, дихроизм, показатель поглощения, оптическая активность, двулучепреломление, коэффициенты преломления и их дисперсионные зависимости с учетом наличия в кристаллах структурных точечных дефектов и процессов дефектообразования. Это позволит правильно интерпретировать полученные результаты и исключать ошибки при разработке оптических элементов.

Метрологическое обеспечение качества измерений параметров диэлектрических ионных оптических материалов

Испытания материалов и изделий электронной промышленности и микроэлектроники требуют совершенствования нормативноправовой базы: отсутствуют ГОСТы, применимые для испытаний на современном оборудовании, практически не существуют аккредитованные испытательные лаборатории, проводящие испытания указанной продукции, существует дефицит или отсутствуют промышленно производимые стандартные образцы.

Формирование лабораторной базы связано с необходимостью обновления экспериментально-метрологического оборудования, потребностью в новых аттестованных методиках, слабо изученных, но влияющих на оптические параметры, в том числе — новых материалов [17, 18].

Измерения оптических характеристик диэлектрических оптических материалов и получения достоверных результатов невозможны без соответствующего поверенного измерительного оборудования, стандартных образцов предприятия (СОП), методик выполнения измерений (МВИ).

Первым шагом в решении перечисленных задач стало создание в НИТУ МИСИС межкафедральной учебно-испытательной лаборатории полупроводниковых материалов и диэлектриков «Монокристаллы и заготовки на их основе» (ИЛМЗ), аккредитованной в 2001 г. в Ассоциации аналитических Центров «Аналитика».

Лаборатория проводит испытания новых материалов, что требует разработки уникальных МВИ и, соответственно, создания СОП

в соответствии с ГОСТ 8.315-2019²³, адекватных новым методикам и материалам. Обеспеченность передовым экспериментальным оборудованием дало возможность на основе новых физических методов исследования как известных, так и вновь полученных материалов разработать методики измерений коэффициентов пропускания, показателей ослабления, коэффициентов преломления, таких как метод Брюстера и метод отражения при угле падения, близком к нормальному.

Создание методик потребовало полной метрологической проработки и оценки метрологических параметров. Разработанные методики зашишены свидетельствами и снабжены СОП:

- «Методика измерений показателя преломления в видимой области спектра гониометрическим методом (ПП-13)» (НОУ-ХАУ № 95-391-2013 ОИС от 09.10.2013 г.);
- «Методика измерений оптического качества кристаллов методом фотометрии (ОКФ-13)» (НОУ-ХАУ № 96-391-2013 ОИС от 09.10.2013 г.);
- -«Методика измерения оптического качества методом Малляра (ОКМ)» (НОУ-ХАУ № 37-391-2014 ОИС от 25.11.2014 г.);
- «Оптические материалы. Методика выполнения измерений рассеяния света в оптических материалах (КРС-15)» (НОУ-ХАУ № 9-391-2016 ОИС от 28.04.2016 г.);
- —«Методика выполнения измерений коэффициента отражения и показателей преломления спектрофотометрическим методом» (НОУ-ХАУ № 50-391-2016 ОИС от 28.11.2016 г.);
- -«Методика выполнения измерений коэффициента преломления методом Брюстера» (НОУ-ХАУ № 11-391-2016 ОИС от 28.06.2023 г.);
- «Материалы оптические. Методика выполнения измерений оптического качества образцов и элементов интерферометрическим методом» (НОУ-ХАУ 19-391-2024 ОИС от 05.11.2024 г.).

Заключение

Исследовательский вопрос заключался в том, чтобы обосновать необходимость и перспективность комплексного исследования

 $^{^{23}}$ ГОСТ 8.315-2019 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения.

диэлектрических ионных кристаллов по схеме «кристаллическая структура — дефекты структуры — ростовые дефекты — свойства — применение дефектов для управления свойствами».

Отправной точкой для решения указанного вопроса стал проведенный авторским коллективом анализ влияния структурных точечных ростовых дефектов на свойства и технологические параметры кристаллов.

Материал для анализа почерпнут в отечественных и зарубежных публикациях. Базовые выводы представляют собой обобщение данных диссертационных работ авторов на соискание научных степеней, сведений из выступлений на отечественных и международных конференциях. Особенно ценно, что базой для исследования стал многолетний опыт работы с оптическими диэлектрическими кристаллами в лаборатории, в которой трудятся авторы работы.

В итоге описаны возможности представить модель ионных диэлектрических кристаллов как крепость, основанную на жестких законах кристаллографии, слабо подчиняющуюся внешним воздействиям. Установлено, что свойства выращенных кристаллов можно корректировать, подвергая внешним воздействиям многочисленные структурные точечные дефекты, которые управляют свойствами кристаллов. Показано, что слабо реагируют на внешние воздействия более крупные дефекты структуры, такие как дислокации, выделение вторых фаз, трещины, блоки. Представлены доказательства того, что подход «структура – дефекты структуры – свойства – применение дефектов для управления свойствами - коррекция технологии получения кристаллов» является наиболее эффективным для изучения физических параметров диэлектрических кристаллов.

Благодарности: Авторы выражают благодарность компании АО «Фомос – Материалы»

и лично О. А. Бузанову за предоставленные образцы.

Acknowledgments: The authors express their gratitude to JSC «Fomos – Materials» and personally to O. A. Buzanov for the provided samples.

Вклад авторов: Козлова Н. С. – концептуализация, методология, создание рукописи и ее редактирование, руководство исследованием, формальный анализ; Забелина Е. В. – администрирование проекта, проведение исследования; Касимова В. М. – проведение исследования, валидация / проверка, визуализация.

Contribution of the authors: Nina S. Kozlova – conceptualization, methodology, draft creation and editing, supervision, formal analysis. Evgenia V. Zabelina – project administration, research. Valentina M. Kasimova – research, validation, visualization.

Конфликт интересов: Материал статьи подготовлен на основе доклада, представленного на VI Международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях» (Екатеринбург, 3–6 сентября 2024 г.). В остальном, авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов, требующего раскрытия в данной статье.

Conflicts of interests: The material of the article is based on the report presented at the VI International Scientific Conference «Reference Materials in Measurements and Technology» (Yekaterinburg, September 3–6, 2024). The authors declare no conflict of interest.

Финансирование: Исследования проводились при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках государственного задания вузам FSME-2023—0003.

Funding: The research was carried out with the financial support within State Assignment FSME-2023–0003.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

- 1. Желудев И. С. Физика кристаллических диэлектриков. М.: Наука, 1968. 403 с.
- 2. Блистанов А. А. Особенности дефектов структуры в ионных кристаллах (диэлектриках) // Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники. 2005. № 4. С. 1–15.
- 3. *Переломова Н. В., Забелин А. Н.* Исследование анизотропии свойств кристаллов как метод физического материаловедения // Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники. 2005. № 4. С. 50–53.
- Оптические свойства кристаллов семейства лангасита: La₃Ga₅SiO₁₄, La₃Ga_{5.5}Ta_{0.5}O₁₄, Ca₃TaGa₃Si₂O₁₄ / Е. В. Забелина [и др.] // Оптика и спектроскопия. 2023. Т. 131, № 5. С. 634–641. https://doi.org/10.21883/OS.2023.05.55715.67–22
- 5. Каминский А. А. Физика и спектроскопия лазерных кристаллов. М.: Наука, 1986. 271 с.
- 6. *Кизель В. А., Бурков В. И.* Гиротропия кристаллов. М.: Наука, 1980. 304 с.
- 7. Оптические свойства кристаллов / А. Ф. Константинова [и др.]. Минск : Навука і тэхніка, 1995. 304 с.
- 8. *Калдыбаев К. А., Константинова А. Ф., Перекалена З. Б.* Гиротропия одноосных поглощающих кристаллов. М.: Институт социально-экономических и производственно-экологических проблем инвестирования, 2000. 300 с.
- 9. *Константинова А. Ф.* Оптическая активность // Большая российская энциклопедия: научно-образовательный портал [сайт]. URL: https://bigenc.ru/c/opticheskaia-aktivnost-ed7f41/?v=6641064. Опубликовано: 21 марта 2023 г. в 18:01 (GMT+3).
- 10. Шубников А. В. Основы оптической кристаллографии. М.: Изд-во Академии наук СССР, 1959. 205 с.
- 11. *Веселаго В. Г.* Электродинамика материалов с отрицательным коэффициентом преломления // Успехи физических наук. 2003. Т. 173, № 7. С. 790–794. https://doi.org/10.3367/UFNr.0173.200307m.0790
- 12. Исследование мезомасштабных неоднородностей коэффициента преломления радиоволн в тропосфере методами численного моделирования / Г. М. Тептин [и др.] // Известия высших учебных заведений. Радиофизика. 2010. Т. 53, № 1. С. 1–13. https://radiophysics.unn.ru/sites/default/files/papers/2010_1_1.pdf
- 13. Многоугловые спектрофотометрические методы отражения для определения коэффициентов преломления / *Е. В. Забелина* [и др.] // Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники. 2019. Т. 22, № 3. С. 168–178. https://doi.org/10.17073/1609-3577-2019-3-168-178
- 14. Zabelina E. V., Kozlova N. S., Kasimova V. M. Multi-angle spectrophotometric reflectance methods for determining refractive coefficients // Crystallography Reports. 2024. Vol. 69, № 5. P. 711–717. https://doi.org/10.1134/S1063774524601746
- 15. Optical properties of undoped oxygen-containing compounds of Gd₃A₁₂Ga₃O₁₂ and Gd₃Al₃Ga₂O₁₂ single-crystals / *V. M. Kasimova* [et al.] // AIP Conference Proceedings. 2020. Vol. 2308, Iss. 1. P. 020003. http://doi.org/10.1063/5.0035129
- 16. Effect of partial substitution of aluminium for gallium on the properties of gadolinium aluminum gallium garnet single crystals / V. M. Kasimova [et al.] // Inorganic Materials. 2022. Vol. 58, Iss. 3. P. 288–294. https://doi.org/10.1134/S0020168522030062
- 17. *Козлова Н. С., Забелина Е. В.* Кристаллические материалы для электронной промышленности и качество их измерений. Часть 1 // Контроль качества продукции. 2023. № 1. С. 16–21.
- 18. Козлова Н. С., Забелина Е. В. Кристаллические материалы для электронной промышленности и качество их измерений. Опыт испытательной лаборатории // Контроль качества продукции. 2023. № 2 С. 47–50.

REFERENCES

- 1. Zheludev I. S. Physics of crystalline dielectrics. Moscow: Nauka Publishing House; 1968. 403 p. (In Russ.).
- 2. Blistanov A. A. Features of structural defects in ionic crystals (dielectrics). *News of universities. Materials of Electronic Engineering*, 2005;4:1–15. (In Russ.).
- 3. Perelomova N. V., Zabelin A. N. Study of anisotropy of crystal properties as a method of physical materials science. *News of universities. Materials of Electronic Engineering.* 2005;4:50–53. (In Russ.).
- Zabelina E. V., Kozlova N. S., Buzanov O. A. Optical properties of the langasite family crystals: La₃Ga₅SiO₁₄, La₃Ga_{5,5}Ta_{0,5}O₁₄, Ca₃TaGa₃Si₂O₁₄. Optics and Spectroscopy. 2023;131(5):694–601. (In Russ.). https://doi.org/10.61011/EOS.2023.05.56511.67–22
- 5. Kaminsky A. A. Physics and spectroscopy of laser crystals. Moscow: Nauka; 1986. 271 p. (In Russ.).
- 6. Kizel V. A., Burkov V. I. Gyrotropy of crystals. Moscow: Science Publishing House; 1980. 304 p. (In Russ.).
- 7. Konstantinova A. F., Grechushnikov B. N., Bokut B. V., Valyashko E. G. Optical properties of crystals. Minsk: Science and Technology Publishing House; 1995. 304 p. (In Russ.).
- 8. Kaldybaev K. A., Konstantinova A. F., Perekalena Z. B. Gyrotropy of uniaxial absorbing crystals. Moscow: Institute of Socio-economic and industrial-environmental problems of Investment; 2000. 294 p. (In Russ.).
- 9. Konstantinova A. F. Optical activity. In: The Great Russian Encyclopedia: a scientific and educational portal. Available at: https://bigenc.ru/c/opticheskaia-aktivnost-ed7f41/?v=6641064. Date of publication: 03.21.2023. (In Russ.).

- 10. Shubnikov A. V. Fundamentals of optical crystallography. Moscow: Publishing House of the USSR Academy of Sciences; 1959. 205 p. (In Russ.).
- 11. Veselago V. G. Electrodynamics of materials with a negative refractive index. *Successes of physical sciences*. 2003;173(7):790–794. (In Russ.). https://doi.org/10.3367/UFNr.0173.200307m.0790 (In Russ.).
- 12. Teptin G. M., Khutorova O. G., Zinin D. P., Khutorov V. E. Investigation of mesoscale inhomogeneities of the refractive index of radio waves in the troposphere by numerical modeling methods. *Izvestiya vuzov. Radiophysics*. 2010;53(1):1–13. (In Russ.). https://radiophysics.unn.ru/sites/default/files/papers/2010 1 1.pdf
- 13. Zabelina E. V., Kozlova N. S., Goreeva Z. A., Kasimova V. M. Multiangle spectrophotometric methods of reflection for determining refractive coefficients. *Russian Microelectronics*. 2020;49(8):617–625. (In Russ.). http://doi.org/10.1134/S1063739720080120
- Zabelina E. V., Kozlova N. S., Kasimova V. M. Multi-Angle spectrophotometric reflectance methods for determining refractive coefficients. Crystallography Reports. 2024;69(5):711–717. https://doi.org/10.1134/S1063774524601746
- 15. Kasimova V. M., Kozlova N. S., Buzanov O. A., Zabelina E. V. Optical properties of undoped oxygen-containing compounds of Gd₃Al₂Ga₃O₁₂ and Gd₃Al₃Ga₂O₁₂ single-crystals. *AIP Conference Proceedings*. 2020;2308(1):020003. http://doi.org/10.1063/5.0035129
- Kasimova V. M., Kozlova N. S., Buzanov O. A., Zabelina E. V., Targonskii A. V., Rogachev A. V. Effect of partial substitution of aluminium for gallium on the properties of gadolinium aluminum gallium garnet single crystals. *Inorganic Materials*. 2022;58(3):288–294. https://doi.org/10.1134/S0020168522030062
- 17. Kozlova N. S., Zabelina E. V. Crystalline materials for the electronic industry and the quality of their measurements. Part 1. *Product quality control*. 2023;1:16–21. (In Russ.).
- 18. Kozlova N. S., Zabelina E. V. Crystalline materials for the electronic industry and the quality of their measurements. The experience of the testing laboratory. *Product quality control.* 2023;2:47–50. (In Russ.)

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Козлова Нина Семеновна — канд. физ.-мат. наук, старший научный сотрудник, ведущий эксперт, НИТУ МИСИС

119049, Россия, Москва, Ленинский пр-т, д. 4, стр. 1 e-mail: kozlova_nina@mail.ru

https://orcid.org/0000-0003-4057-9718

ResearcherID AAE-2895–2019

Забелина Евгения Викторовна — канд. физ.-мат. наук, заведующий лабораторией, НИТУ МИСИС 119049, Россия, Москва, Ленинский пр-т, д. 4, стр. 1 e-mail: zabelina.ev@misis.ru https://orcid.org/0000-0002-5844-5673 ResearcherID H-3399—2015

Касимова Валентина Маратовна — канд. физ.-мат. наук, научный сотрудник, НИТУ МИСИС 119049, Россия, Москва, Ленинский пр-т, д. 4, стр. 1 e-mail: kasimova.vm@misis.ru https://orcid.org/0000-0003-1362-953X ResearcherID S-7516-2018

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Nina S. Kozlova – Cand. Sci. (Phys.-Math.), Senior Researcher, Senior Expert, NUST MISIS

4–1 Leninsky Prospekt, 119049, Moscow, Russia e-mail: kozlova_nina@mail.ru https://orcid.org/0000-0003-4057-9718 ResearcherID AAE-2895–2019

Evgenia V. Zabelina – Cand. Sci. (Phys.-Math.), Head of Laboratory, NUST MISIS 4–1 Leninsky Prospekt, 119049, Moscow, Russia e-mail: zabelina.ev@misis.ru https://orcid.org/0000-0002-5844-5673 ResearcherID H-3399–2015

Valentina M. Kasimova – Cand. Sci. (Phys.-Math.), Researcher, NUST MISIS 4–1 Leninsky Prospekt, 119049, Moscow, Russia e-mail: kasimova.vm@misis.ru https://orcid.org/0000–0003–1362–953X ResearcherID S-7516–2018

■ РЕЕСТР УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ, ПРЕДСТАВЛЕННЫХ В РАЗДЕЛЕ ФИФ

Реестр утвержденных типов стандартных образцов (СО) предназначен для регистрации СО, типы которых утверждены Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт), и представлен в разделе «Утвержденные типы стандартных образцов» Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений (ФИФ ОЕИ). Ведение ФИФ ОЕИ, включая предоставление содержащихся в нем документов и сведений, ор-

Ведение ФИФ ОЕИ, включая предоставление содержащихся в нем документов и сведений, организует Росстандарт.

Ведение раздела ФИФ ОЕИ по СО состава и свойств веществ и материалов в соответствии с ч. 9 ст. 21 № 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 ч. 1 ст. 20 № 102-ФЗ, используемой в целях защиты жизни и здоровья граждан, охраны окружающей среды, животного и растительного мира, обеспечения обороны и безопасности государства, в том числе экономической безопасности.

СВЕДЕНИЯ О НОВЫХ ТИПАХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

В. В. Суслова 🖂

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

☐ gosreestr so@uniim.ru

В этом разделе продолжается публикация сведений о типах СО, которые были утверждены Приказами Росстандарта с конца ноября 2024 г., включая декабрь 2024 г., в соответствии с Административным регламентом, в который были внесены изменения согласно Приказу Росстандарта № 1404². Изменения внесены в целях реализации № 496-ФЗ³. С 01.01.2021 типы СО утверждаются Приказами Росстандарта в соответствии с Приказом Минпромторга России № 2905⁴. В свободном доступе подробные сведения об утвержденных типах СО можно посмотреть в разделе «Утвержденные типы стандартных образцов» ФИФ ОЕИ по ссылке https://fgis.gost.ru/ на сайте ФГИС Росстандарта.

 $^{^1}$ 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. Собрания Рос. Федерации 18 июня 2008 г.

²О 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: Приказ Росстандарта № 1404 от 17.08.2020: утв. Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 ноября 2018 г. № 2346.

 $^{^{3}}$ О внесении изменений в Федеральный закон «Об обеспечении единства измерений» : Федер. закон Рос. Федерации от 27 декабря 2019 г. № 496-ФЗ.

⁴ Об утверждении порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, порядка утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений, внесения изменений в сведения о них, порядка выдачи сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, формы сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений и порядка их нанесения: Приказ Минпромторга России № 2905 от 28 августа 2020 г.

ГСО 12722–2024 СО СОСТАВА КОНЦЕНТРАТА АПАТИТОВОГО (АК)

СО предназначен для установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений; валидации, верификации и аттестации методик измерений; контроля точности результатов измерений при определении состава апатитовых концентратов при условии соответствия метрологических характеристик СО требованиям методики измерений.

СО может применяться для поверки средств измерений при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО обязательным требованиям, установленным в соответствующих методиках поверки средств измерений; калибровки средств измерений при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО обязательным требованиям, установленным в соответствующих методиках калибровки средств измерений; других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: горнодобывающая промышленность, геохимия, производство минеральных удобрений, испытания и контроль качества продукции.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент. Аттестованная характеристика СО: массовая доля ок-

сида фосфора (V) (P_2O_3), %; массовая доля оксида алюминия (III) (Al_2O_3), %; массовая доля оксида железа (III) (Fe_2O_3), %; массовая доля кадмия (Cd), %.

Материал СО представляет собой тонкоизмельченный (до крупности 0,074 мм) порошок серого цвета без запаха, приготовленный из концентрата апатитового загрубленного помола по ТУ 08.91.11-040-16146214-2021, получаемого флотационным способом обогащения хибинских апатит-нефелиновых руд, расфасованный по 100 г в двойной полиэтиленовый пакет, снабженный этикеткой.

ГСО 12723-2024/ГСО 12724-2024 СО СОСТАВА СОЕВОЙ МУКИ (набор СПП-3 СО УНИИМ)

СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли воды (влаги), азота, белка, жира, золы в соевой муке. СО может использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики измерений; поверки средств измерений при условии их соответствия 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 требованиям программ испытаний; других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля. Область применения: пищевая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин, применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика CO: массовая доля воды (влаги), %; массовая доля азота, %; массовая доля белка, %; массовая доля сырого жира, %; массовая доля золы, %. СО представляет собой соевую муку (ГСО 12723–2024 Мука соевая обезжиренная; ГСО 12724–2024 Мука соевая полуобезжиренная), расфасованную по 70 г в двойные герметичные полиэтиленовые или металлизированные пакеты с этикетками. Количество типов СО в наборе – два.

ГСО 12725-2024/ГСО 12727-2024 СО ТЕМПЕРАТУРЫ ФАЗОВЫХ ПЕРЕХОДОВ (набор ББК СО УНИИМ)

СО предназначены для аттестации методик (методов) измерений и контроля точности результатов измерений температуры фазовых переходов в металлах, солях металлов, оксидах металлов, полимерных материалах, органических и неорганических веществах.

СО могут применяться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики установок и средств измерений (СИ) термического анализа при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик измерений; поверки и калибровки установок и СИ термического анализа при условии их соответствия обязательным требованиям, установленным в методиках поверки и калибровки СИ; контроля метрологических характеристик установок и СИ термического анализа при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

Область применения: метрологический надзор, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: температура фазового перехода (температура плавления), К (°С).

СО представляют собой порошок вещества с массовой долей основного компонента (99,0-99,99)% (ГСО 12725-2024 Бензойная кислота (C_6H_5 COOH), ГСО 12726-2024 Бензофенон ((C_6H_5) $_2$ CO), ГСО 12727-2024 Кофеин ($C_8H_{10}N_4O_2$)), расфасованный массой от 2 до 10 г в стеклянные виалы с завинчивающимися крышками и этикетками. Набор состоит из трех типов CO.

ГСО 12728–2024 CO COCTABA PACTBOPA ИОНОВ ТОРИЯ (IV)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений концентрации ионов тория (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; 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 тория (IV), млн $^{-1}$ (мг/кг).

Материал СО представляет собой раствор ионов тория (IV), полученный растворением тория (IV) азотнокислого в 1 моль/дм³ растворе азотной кислоты. Материал СО объемом 6 см³ помещен в запаянную стеклянную ампулу вместимостью 8 см³ из стекла HC-1 по ТУ 64-2-5-90. На ампулу наклеена этикетка.

ГСО 12729–2024 СО СОСТАВА РАСТВОРА ПАПАВЕРИНА ГИДРОХЛОРИДА

СО предназначен для хранения и передачи единиц величин – массовой концентрации компонента; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой концентрации папаверина гидрохлорида в продуктах питания, объектах окружающей среды, тканях и жидкостях человека; установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик СО 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 – расчетно-экспериментальный.

Аттестованная характеристика СО: массовая концентрация папаверина гидрохлорида, мг/дм³.

Материал СО представляет собой раствор папаверина гидрохлорида в ацетонитриле в виде прозрачной жидкости. Материал расфасован по 0,05 см³ в виалы темного стекла, герметично укупоренные завинчивающимися крышками из инертного материала (с тефлоновой прокладкой), вместимостью 2 см³ с этикеткой. Виалы помещены в картонные футляры, устройство которых предохраняет СО от резких ударов и загрязнения.

ГСО 12730-2024

СО СОСТАВА АКРИЛАМИДА (Акм-ВНИИМ)

СО предназначен для хранения и передачи единицы массовой доли компонента от ГЭТ 208 вторичным и рабочим эталонам, средствам измерений; поверки, калибровки и/или установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений; испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; испытаний СО, в том числе в целях утверждения типа; разработки, валидации, аттестации методик (методов) измерений, в том числе референтных методик измерений; контроля точности результатов измерений массовой доли и массовой концентрации акриламида в жидких и твердых веществах и материалах, воздушных средах; межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний и других видов метрологических работ.

Область применения: химическая промышленность, охрана окружающей среды, контроль качества химической продукции, научные исследования.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля акриламида, %.

СО представляет собой чистое органическое вещество – акриламид, расфасованное по $(2\,000\pm200)$ мг в виалу из темного стекла номинальным объемом 4 см³ с герметичной крышкой, снабженную этикеткой.

ГСО 12731–2024 СО СОСТАВА АСПАРТАМА (Асп-ВНИИМ)

СО предназначен для хранения и передачи единицы массовой доли компонента от ГЭТ 208 вторичным и рабочим эталонам, средствам измерения; поверки, калибровки и/или установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений; испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; испытаний СО, в том числе в целях утверждения типа; разработки, валидации, аттестации методик (методов) измерений, в том числе референтных методик измерений; контроля точности результатов измерений массовой доли и массовой концентрации аспартама в жидких и твердых веществах и материалах, воздушных средах; межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний и других видов метрологических работ.

Область применения: пищевая и фармацевтическая промышленность, контроль качества и безопасности пищевой и фармацевтической продукции, научные исследования. Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля аспартама. %.

СО представляет собой чистое органическое вещество — аспартам, расфасованное по $(1\,000\pm100)$ мг в виалу из темного стекла номинальным объемом 4 см³ с герметичной крышкой, снабженную этикеткой.

ГСО 12732–2024 СО СОСТАВА АЦЕСУЛЬФАМА КАЛИЯ (АЦК-ВНИИМ)

СО предназначен для хранения и передачи единицы массовой доли компонента от ГЭТ 208 вторичным и рабочим эталонам, средствам измерения; поверки, калибровки и/или установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений; испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; испытаний СО, в том числе в целях утверждения типа; разработки, валидации, аттестации методик (методов) измерений, в том числе референтных методик измерений; контроля точности результатов измерений массовой доли и массовой концентрации ацесульфама калия в жидких и твердых веществах и материалах, воздушных средах; межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний и других видов метрологических работ.

Область применения: пищевая и фармацевтическая промышленность, контроль качества и безопасности пищевой и фармацевтической продукции, научные исследования. Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля ацесульфама калия, %.

СО представляет собой чистое органическое вещество — ацесульфам калия, расфасованное по $(1\,000\pm100)$ мг в виалу из темного стекла номинальным объемом 4 см³ с герметичной крышкой, снабженную этикеткой.

ГСО 12733-2024 СО СОСТАВА САХАРИНА (Схн-ВНИИМ)

СО предназначен для хранения и передачи единицы массовой доли компонента от ГЭТ 208 вторичным и рабочим эталонам, средствам измерения; поверки, калибровки и/или установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений; испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; испытаний СО, в том числе в целях утверждения типа; разработки, валидации, аттестации методик (методов) измерений, в том числе референтных методик измерений; контроля точности результатов измерений массовой доли и массовой концентрации сахарина в жидких и твердых веществах и материалах, воздушных средах; межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний и других видов метрологических работ.

Область применения: пищевая и фармацевтическая промышленность, контроль качества и безопасности пищевой и фармацевтической продукции, научные исследования. Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля сахарина, %.

СО представляет собой чистое органическое вещество — сахарин, расфасованное по $(1\,000\pm100)\,\mathrm{Mr}$ в виалу из темного стекла номинальным объемом 4 см³ с герметичной крышкой, снабженную этикеткой.

ГСО 12734–2024 СО СОСТАВА СУКРАЛОЗЫ (Скр-ВНИИМ)

СО предназначен для хранения и передачи единицы массовой доли компонента от ГЭТ 208 вторичным и рабочим эталонам, средствам измерения; поверки, калибровки и/или установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений; испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; испытаний СО, в том числе в целях утверждения типа; разработки, валидации, аттестации методик (методов) измерений, в том числе референтных методик измерений; контроля точности результатов измерений массовой доли и массовой концентрации сукралозы в жидких и твердых веществах и материалах, воздушных средах; межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний и других видов метрологических работ.

Область применения: пищевая и фармацевтическая промышленность, контроль качества и безопасности пищевой и фармацевтической продукции, научные исследования. Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля сукралозы, %.

СО представляет собой чистое органическое вещество — сукралозу, расфасованное по $(1\,000\pm100)$ мг в виалу из темного стекла номинальным объемом 4 см³ с герметичной крышкой, снабженную этикеткой.

ГСО 12735-2024 СО СОСТАВА МОНОЭТАНОЛАМИНА (Мэа-ВНИИМ)

СО предназначен для хранения и передачи единицы массовой доли компонента от ГЭТ 208 вторичным и рабочим эталонам, средствам измерений; поверки, калибровки и/или установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений; испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; испытаний СО, в том числе в целях утверждения типа; разработки, валидации, аттестации методик (методов) измерений, в том числе референтных методик измерений; контроля точности результатов измерений массовой доли и массовой концентрации моноэтаноламина в жидких и твердых веществах и материалах, воздушных средах; межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний и других видов метрологических работ.

Область применения: нефтяная и газовая 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 моноэтаноламина, %.

СО представляет собой чистое органическое вещество — моноэтаноламин, расфасованное по $(2,0\pm0,2)$ см 3 в ампулу из прозрачного стекла номинальным объемом 5 см 3 , снабженную этикеткой.

ГСО 12736–2024 СО СОСТАВА ЦИКЛАМАТА НАТРИЯ (ЦмН-ВНИИМ)

СО предназначен для хранения и передачи единицы массовой доли компонента от ГЭТ 208 вторичным и рабочим эталонам, средствам измерения; поверки, калибровки и/или установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений; испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; испытаний СО, в том числе в целях утверждения типа; разработки, валидации, аттестации методик (методов) измерений, в том числе референтных методик измерений; контроля точности результатов измерений массовой доли и массовой концентрации цикламата натрия в жидких и твердых веществах и материалах, воздушных средах; межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний и других видов метрологических работ.

Область применения: пищевая и фармацевтическая промышленность, контроль качества и безопасности пищевой и фармацевтической продукции, научные исследования. Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля цикламата натрия, %.

СО представляет собой чистое органическое вещество — цикламат натрия, расфасованное по $(1\,000\pm100)$ мг в виалу из темного стекла номинальным объемом 4 см³ с герметичной крышкой, снабженную этикеткой.

ГСО 12737–2024 СО ИЗОТОПНОГО СОСТАВА САХАРОЗЫ (СВЕКЛА САХАРНАЯ)

СО предназначен для хранения и передачи единицы величины дельта значения отношений изотопов; установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации



методик (методов) измерений и контроля точности результатов измерений дельта значения отношений изотопов углерода, кислорода, водорода в газообразных, жидких и твердых средах; проведения межлабораторных сравнительных (сличительных) испытаний.

СО может применяться для поверки, калибровки средств измерений при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО требованиям, установленным в методиках поверки, калибровки средств измерений. Область применения: газовая, химическая, пищевая, нефтеперерабатывающая промышленность, здравоохранение, атмосферный мониторинг, научные исследования.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика CO: дельта значение отношений изотопов углерода δ^{13} Cvpbв,‰; дельта значение отношений изотопов водорода δ^{2} Hvsmow, ‰; дельта значение отношений изотопов кислорода δ^{18} Ovsmow, ‰.

СО представляет собой сахарозу по ГОСТ 5833–75, расфасованную массой от 0,5 до 2,0 г в стеклянные флаконы (виалы) номинальным объемом 4,0 см³, герметично укупоренные завинчивающимися крышками с вкладышами (септой) из инертного материала, снабженные этикетками.

ГСО 12738–2024 СО ИЗОТОПНОГО СОСТАВА САХАРОЗЫ (ТРОСТНИК САХАРНЫЙ)

СО предназначен для хранения и передачи единицы величины дельта значения отношений изотопов; установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений и контроля точности результатов измерений дельта значения отношений изотопов углерода, кислорода, водорода в газообразных, жидких и твердых средах; проведения межлабораторных сравнительных (сличительных) испытаний.

СО может применяться для поверки, калибровки средств измерений при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО требованиям, установленным в методиках поверки, калибровки средств измерений. Область применения: газовая, химическая, пищевая, нефтеперерабатывающая промышленность, здравоохранение, атмосферный мониторинг, научные исследования.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика CO: дельта значение отношений изотопов углерода δ¹³Сурдв, ‰; дельта значение отношений изотопов водорода δ²Нуѕмоw, ‰; дельта значение отношений изотопов кислорода δ¹⁸Оуѕмоw, ‰. СО представляет собой сахар-сырец по ГОСТ Р 52305—2005, расфасованный массой от 0,5 до 2,0 г в стеклянные флаконы (виалы) номинальным объемом 4,0 см³, герметично укупоренные завинчивающимися крышками с вкладышами (септой) из инертного материала, снабженные этикетками.

ГСО 12739–2024 СО ИЗОТОПНОГО СОСТАВА ЭТАНОЛА (КУКУРУЗА)

CO предназначен для хранения и передачи единицы величины дельта значения отношений изотопов; установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных)

характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений и контроля точности результатов измерений дельта значения отношений изотопов углерода, кислорода, водорода в газообразных, жидких и твердых средах; проведения межлабораторных сравнительных (сличительных) испытаний.

СО может применяться для поверки, калибровки средств измерений при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО требованиям, установленным в методиках поверки, калибровки средств измерений.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: дельта значение отношений изотопов углерода δ^{13} Сурдв, ‰; дельта значение отношений изотопов водорода δ^2 Нухмоw, ‰; дельта значение отношений изотопов кислорода δ^{18} Оухмоw, ‰. СО представляет собой этанол по ГОСТ 5962–2013, ректификованный из пищевого сырья – кукурузы, расфасованный объемом от 1,0 до 5,0 см³ в запаянные стеклянные ампулы номинальным объемом 5,0 см³, снабженные этикетками.

ГСО 12740–2024 СО ИЗОТОПНОГО СОСТАВА ЭТАНОЛА (ПШЕНИЦА)

СО предназначен для хранения и передачи единицы величины дельта значения отношений изотопов; установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений и контроля точности результатов измерений дельта значения отношений изотопов углерода, кислорода, водорода в газообразных, жидких и твердых средах; проведения межлабораторных сравнительных (сличительных) испытаний.

СО может применяться для поверки, калибровки средств измерений при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО требованиям, установленным в методиках поверки, калибровки средств измерений.

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

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: дельта значение отношений изотопов углерода δ^{13} Суррв, ‰; дельта значение отношений изотопов водорода δ^2 Нуѕмоw, ‰; дельта значение отношений изотопов кислорода δ^{18} Оуѕмоw, ‰. СО представляет собой этанол по ГОСТ 5962–2013, ректификованный из пищевого сырья – пшеницы, расфасованный объемом от 1,0 до 5,0 см³ в запаянные стеклянные ампулы номинальным объемом 5,0 см³, снабженные этикетками.

ГСО 12741–2024 СО ИЗОТОПНОГО СОСТАВА ЭТАНОЛА (СВЕКЛА САХАРНАЯ)

СО предназначен для хранения и передачи единицы величины дельта значения отношений изотопов; установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений и контроля точности результатов измерений дельта значения отношений изотопов углерода, кислорода, водорода в газообразных, жидких и твердых средах; проведения межлабораторных сравнительных (сличительных) испытаний.

СО может применяться для поверки, калибровки средств измерений при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО требованиям, установленным в методиках поверки, калибровки средств измерений. Область применения: газовая, химическая, пищевая, нефтеперерабатывающая промышленность, здравоохранение, атмосферный мониторинг, научные исследования.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: дельта значение отношений изотопов углерода δ^{13} Суррв, %; дельта значение отношений изотопов водорода δ^2 Нуѕмоw, %; дельта значение отношений изотопов кислорода δ^{18} Оуѕмоw, %. СО представляет собой этанол по ГОСТ 5962—2013, ректификованный из пищевого сырья — свеклы сахарной, расфасованный объемом от 1,0 до 5,0 см³ в запаянные стеклянные ампулы номинальным объемом 5,0 см³, снабженные этикетками.

ГСО 12742–2024 СО ИЗОТОПНОГО СОСТАВА ЭТАНОЛА СИНТЕТИЧЕСКОГО

СО предназначен для хранения и передачи единицы величины дельта значения отношений изотопов; установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений и контроля точности результатов измерений дельта значения отношений изотопов углерода, кислорода, водорода в газообразных, жидких и твердых средах; проведения межлабораторных сравнительных (сличительных) испытаний.

СО может применяться для поверки, калибровки средств измерений при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО требованиям, установленным в методиках поверки, калибровки средств измерений. Область применения: газовая, химическая, пищевая, нефтеперерабатывающая промышленность, здравоохранение, атмосферный мониторинг, научные исследования.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: дельта значение отношений изотопов углерода δ^{13} Суррв, ‰; дельта значение отношений изотопов водорода δ^2 Нуѕмоw, ‰; дельта значение отношений изотопов кислорода δ^{18} Оуѕмоw, ‰. СО представляет собой этанол по ГОСТ Р 51999–2002, ректификованный синтетический технический, расфасованный объемом от 1,0 до 5,0 см³ в запаянные стеклянные

ампулы номинальным объемом 5,0 см³, снабженные этикетками.

ГСО 12743–2024 СО СОСТАВА ДНК КУРИЦЫ В МАТРИЦЕ ДНК КРУПНОГО РОГАТОГО СКОТА (комплект ДНК-Gallus-ВНИИМ)

СО предназначены для хранения и передачи единицы величины «отношение числа копий послеловательностей ДНК» при измерениях отношения числа копий видоспецифической последовательности ДНК курицы (Gallus gallus) к числу копий последовательности общего для животной ДНК гена миостатина от ГЭТ 220 средствам измерений; поверки, калибровки анализаторов ДНК и других средств измерений; испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; валидации, аттестации методик (методов) измерений, разработки и аттестации референтных методик измерений; контроля точности результатов измерений отношения числа копий видоспецифической последовательности ДНК курицы (Gallus gallus) к числу копий последовательности общего для животной ДНК гена миостатина в продукции пищевой промышленности, содержащей мясо крупного рогатого скота, и других продуктах переработки мяса; межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний и других видов метрологических работ.

Область применения: пищевая промышленность, ветеринарные лаборатории, лаборатории контроля качества пищевого сырья и пищевой продукции.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: отношение числа копий видоспецифической последовательности ДНК курицы (Gallus gallus) к числу копий последовательности общего для животной ДНК гена миостатина.

СО представляют собой растворы, содержащие ДНК курицы и крупного рогатого скота, выделенные из мяса курицы и крупного рогатого скота, в буфере ТЕ (10 mM Трис-HCl, 1 mM ЭДТА, рН 8), расфасованные не менее чем по 200 мм³ в прозрачные пластиковые пробирки номинальным объемом 0,5 см³ с завинчивающимися крышками, снабженные этикетками. В комплект ДНК-Gallus-ВНИИМ включены 3 экземпляра СО.

ГСО 12744–2024 СО СОСТАВА ДНК СВИНЬИ В МАТРИЦЕ ДНК КРУПНОГО РОГАТОГО СКОТА (комплект ДНК-Sus-ВНИИМ)

СО предназначены для хранения и передачи единицы величины «отношение числа копий последовательностей ДНК» при измерениях отношения числа копий видоспецифической последовательности ДНК свиньи (Sus scrofa) к числу копий последовательности общего для животной ДНК гена миостатина от ГЭТ 220 средствам измерений; поверки, калибровки анализаторов ДНК и других средств измерений; испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; валидации, аттестации методик (методов) измерений, разработки и аттестации референтных методик измерений; контроля точности результатов измерений отношения числа копий видоспецифической последовательности ДНК свиньи (Sus scrofa) к числу копий последовательности общего для животной ДНК гена миостатина в продукции пищевой промышленности,



содержащей мясо крупного рогатого скота, и других продуктах переработки мяса; межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний и других видов метрологических работ.

Область применения: пищевая промышленность, ветеринарные лаборатории, лаборатории контроля качества пищевого сырья и пищевой продукции.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО: отношение числа копий видоспецифической последовательности ДНК свиньи (Sus scrofa) к числу копий последовательности общего для животной ДНК гена миостатина.

СО представляют собой растворы, содержащие ДНК свиньи и крупного рогатого скота, выделенные из мяса свиньи и крупного рогатого скота, в буфере ТЕ (10 mM Трис-HCl, 1 mM ЭДТА, рН 8), расфасованные не менее чем по 200 мм³ в прозрачные пластиковые пробирки номинальным объемом 0,5 см³ с завинчивающимися крышками, снабженные этикетками. В комплект ДНК-Sus-ВНИИМ включены 3 экземпляра СО.

ГСО 12745–2024 СО СОСТАВА МНОГОКОМПОНЕНТНОГО РАСТВОРА АЛКИЛКАРБОНАТОВ (ДИМЕТИЛКАРБОНАТ, ДИЭТИЛКАРБОНАТ, ЭТИЛМЕТИЛКАРБОНАТ, ЭТИЛЕНКАРБОНАТ, ПРОПИЛЕНКАРБОНАТ) (5К6-ВНИИМ)

СО предназначен для хранения и передачи единицы массовой концентрации компонента от ГЭТ 208 вторичным и рабочим эталонам, средствам измерения; поверки, калибровки и/или установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений; испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; испытаний СО, в том числе в целях утверждения типа; разработки, валидации, аттестации методик (методов) измерений, в том числе референтных методик измерений; контроля точности результатов измерений массовой доли и массовой концентрации диметилкарбоната, диэтилкарбоната, этилметилкарбоната, этиленкарбоната, пропиленкарбоната в жидких и твердых веществах и материалах, воздушных средах; межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний и других видов метрологических работ.

Область применения: химическая 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 – расчетно-экспериментальный.

Аттестованная характеристика СО: массовая концентрация алкилкарбонатов (диметилкарбонат, диэтилкарбонат, этилметилкарбонат, этиленкарбонат, пропиленкарбонат), мг/см³.

СО представляет собой многокомпонентный раствор алкилкарбонатов (диметилкарбонат, диэтилкарбонат, этилметилкарбонат, этиленкарбонат, пропиленкарбонат) в метаноле, расфасованный по $(2,0\pm0,2)$ см 3 в ампулу из прозрачного стекла номинальным объемом

5 см³, снабженную этикеткой.

ГСО 12746–2024 СО УДЕЛЬНОЙ ЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ПРОВОДИМОСТИ ЖИДКОСТИ (УЭП-10)

СО предназначен для хранения и передачи единицы удельной электрической проводимости от ГЭТ 132; 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 метолик 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 завинчивающимися крышками, снабженные этикетками.

ГСО 12747–2024/ГСО 12748–2024 СО МАССОВОЙ ДОЛИ ФУРАНОВЫХ ПРОИЗВОДНЫХ В ТРАНСФОРМАТОРНОМ МАСЛЕ (набор Ф-Тр-Эл)

СО предназначены для установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик газовых и жидкостных хроматографов; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли фурановых производных в трансформаторных маслах при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в методиках измерений.

СО могут применяться для поверки газовых и жидкостных хроматографов при условии соответствия СО обязательным требованиям, установленным в методиках поверки газовых и жидкостных хроматографов; других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: энергетическая промышленность. Способ аттестации – расчетно-экспериментальный.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля фурфурола, млн⁻¹ (мг/кг); массовая доля 2-ацетилфурана, млн⁻¹ (мг/кг); массовая доля 5-метилфурфурола, млн⁻¹ (мг/кг); массовая доля фурфурилового спирта, млн⁻¹ (мг/кг).

Материалы СО представляют собой растворы фурановых производных в трансформаторном масле марки ГК (ТУ 38.1011025–85). СО расфасованы по 50 см³ во флаконы из темного стекла вместимостью 50 см³ с этикетками,

закрытые полиэтиленовыми пробками и винтовыми крышками. Количество СО в наборе – 2.

ГСО 12749-2024

СО УДЕЛЬНОЙ АКТИВНОСТИ РАДИОНУКЛИДА СТРОНЦИЙ-90 В РАСТВОРЕ

СО предназначен для передачи единицы удельной активности радионуклида рабочим эталонам 2-го разряда и средствам измерений; калибровки, поверки, испытаний в целях утверждения типа средств измерений; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений; проведения межлабораторных сравнительных испытаний. Область применения: область использования атомной энергии, радиационный и радиоэкологический мониторинг, государственный санитарно-эпидемиологический надзор. Способ аттестации — использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: удельная активность радионуклида стронций-90, Бк/г.

Материал СО представляет собой азотнокислый раствор радионуклида стронций-90. Расфасован по $(1,0\pm0,1)$; $(5,0\pm0,1)$; $(10,0\pm0,1)$ см³ в стеклянные флаконы вместимостью не более 20 см³ с герметично завинчивающимися крышками или герметично запаянные ампулы. Каждый экземпляр снабжается этикеткой.

ГСО 12750–2024 СО УДЕЛЬНОЙ АКТИВНОСТИ РАДИОНУКЛИДА ЦЕЗИЙ-137 В РАСТВОРЕ

СО предназначен для передачи единицы удельной активности радионуклида рабочим эталонам 2-го разряда и средствам измерений; калибровки, поверки, испытаний в целях утверждения типа средств измерений; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений; проведения межлабораторных сравнительных испытаний. Область применения: область использования атомной энергии, радиационный и радиоэкологический мониторинг, государственный санитарно-эпидемиологический надзор. Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: удельная активность радионуклида цезий-137, Бк/г.

Материал СО представляет собой азотнокислый раствор радионуклида цезий-137. Расфасован по $(1,0\pm0,1)$; $(5,0\pm0,1)$; $(10,0\pm0,1)$ см³ в стеклянные флаконы вместимостью не более 20 см³ с герметично завинчивающимися крышками или герметично запаянные ампулы. Каждый экземпляр снабжается этикеткой.

ГСО 12751–2024/ГСО 12757–2024 СО СОСТАВА ОКСИДА МЕДИ (набор ОМН)

СО предназначены для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при определении состава меди марок М00к, М0к, М1к (ГОСТ 859–2014) спектральными методами по ГОСТ 9717.3–82, ГОСТ 31382–2009 и аттестованным методикам измерений; аттестации методик измерений массовой доли элементов в меди.

СО могут применяться для контроля точности результатов измерений массовой доли элементов в меди при условии соответствия СО обязательным требованиям, установленным в методиках измерений; поверки средств измерений при условии соответствия СО обязательным требованиям,

установленным в методиках поверки; калибровки средств измерений при условии соответствия СО обязательным требованиям, установленным в методиках калибровки.

Область применения: цветная металлургия.

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов (в пересчете на медь), млн⁻¹.

СО представляют собой синтезированные смеси оксидов меди и элементов-примесей в виде порошков крупностью около 0,1 мм, расфасованные по 50 или 100 г в пластиковые банки с этикетками и завинчивающимися крышками. В состав набора входят 7 типов СО.

ГСО 12758–2024 СО ФЕРРОВАНАДИЯ ТИПА ФВд40У0,75 (ИСО Ф19/1)

CO предназначен для аттестации, валидации и верификации методик измерений, контроля точности результатов измерений, установления и контроля стабильности градуировочных характеристик при определении химического состава феррованадия 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; калибровки средств измерений при условии соответствия его метрологических и технических характеристик требованиям методик калибровки; испытаний средств измерений и СО в целях утверждения типа при условии соответствия его метрологических характеристик требованиям программ испытаний.

Область применения: металлургия, машиностроение, металлообработка, горнодобывающая промышленность. Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов, %.

Материал СО приготовлен из феррованадия типа ФВд40У0,75 (ГОСТ 27130–94) в виде порошка крупностью не более 0,14 мм (ГОСТ 26201–84). Материал расфасован по (100–300) г в банки, на которые наклеены этикетки. Банки упакованы в коробки с этикетками.

ГСО 12759–2024 СО ФЕРРОСИЛИЦИЯ АЗОТИРОВАННОГО ТИПА ФСА 20 (ИСО Ф53)

СО предназначен для аттестации, валидации и верификации методик измерений, контроля точности результатов измерений, установления и контроля стабильности градуировочных характеристик при определении химического состава ферросилиция азотированного 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; калибровки средств измерений при условии соответствия его метрологических и технических характеристик требованиям методик калибровки; испытаний средств измерений и СО в целях утверждения типа при условии соответствия его метрологических характеристик требованиям программ испытаний.



Область применения: металлургия, машиностроение, металлообработка, горнодобывающая промышленность. Способ аттестации – межлабораторный эксперимент. Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов. %.

Материал СО приготовлен из ферросилиция азотированного типа ФСА 20 (ТУ 24.10.12.110-37-05762312--2022 «Ферросилиций азотированный») в виде порошка крупностью не более 0,125 мм (ГОСТ 17260–2009, ГОСТ 24991–81). Материал расфасован по 100 г в банки, на которые наклеены этикетки. Банки упакованы в коробки с этикетками.

ГСО 12760–2024 СО СОСТАВА СПЛАВА ЦИРКОНИЯ (СО Э635)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений при определении состава сплава циркония марки Э635 (ТУ 952757–2000) по аттестованным методикам измерений физико-химическими методами; других видов метрологического контроля при соответствии метрологических и технических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: цветная металлургия.

Способ аттестации – использование государственных эталонов елинип величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля железа, %; массовая доля олова, %; массовая доля ниобия, %; массовая доля гафния. %.

СО представляет собой сплав циркония марки Э635, выпускаемый АО ЧМЗ по ТУ 95 2757–2000, в виде стружки, расфасованной массой по (300 ± 10) г в стеклянные банки с этикетками и завинчивающимися крышками.

ГСО 12761-2024

СО СОСТАВА (АГРОХИМИЧЕСКИХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ) ПОЧВЫ СЕРОЙ ЛЕСНОЙ ТЯЖЕЛОСУГЛИНИСТОЙ (САСлП-03/2024)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений агрохимических показателей при определении состава почвы серой лесной тяжелосуглинистой по ГОСТ Р 54650–2011, ГОСТ 26483–85, ГОСТ 26212–2021, ГОСТ 26213–2021, ГОСТ 26490–85, ГОСТ 26487–85, ГОСТ 26489–85, ГОСТ Р 50688–94, ГОСТ Р 50686–94, ГОСТ Р 50682–94, ГОСТ Р 50687–94, ГОСТ Р 50684–94.

СО может быть использован при установлении и контроле стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, испытаниях СО в целях утверждения типа при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик измерений, программ испытаний в целях утверждения типа.

Область применения: сельское хозяйство, охрана окружающей среды.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля компонента (агрохимический показатель почвы), млн⁻¹, %; молярная концентрация компонента, ммоль/дм³.

Материал СО изготовлен из почвы серой лесной тяжелосуглинистой, высушенной до воздушно-сухого состояния. Расфасован по 300 г в двойные полиэтиленовые пакеты, снабженные этикетками.

ГСО 12762–2024 СО СОСТАВА МАРОПИТАНТА ЦИТРАТА МОНОГИЛРАТА (VICNIL)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли маропитанта, маропитанта цитрата в субстанции маропитанта цитрата моногидрата, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит маропитанта цитрата моногидрат.

СО может использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики измерений; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики калибровки; определения подлинности маропитанта цитрата моногидрата, входящего в состав лекарственных препаратов.

Область применения: ветеринарная промышленность, фармацевтическая промышленность, здравоохранение, научные исследования.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля маропитанта, %; массовая доля маропитанта цитрата, %.

СО представляет собой субстанцию маропитанта цитрата моногидрата – кристаллический порошок белого цвета, расфасованный по 250 мг в стеклянные флаконы вместимостью 2 см³, снабженные завинчивающимися крышками с тефлоновыми уплотнительными прокладками. Каждый флакон снабжается этикеткой.

ГСО 12763-2024

СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ТИТАНА, ОСАЖДЕННОГО НА ФИЛЬТР АФА-ВП-20 ИЗ ВОЗДУШНОЙ СРЕДЫ (В-Ті-07 СО УНИИМ)

СО предназначен для аттестации методик измерений массовой концентрации титана в воздушных средах (атмосферном воздухе, воздухе рабочей зоны, промышленных выбросах в атмосферу) методами спектрофотометрии, атомно-абсорбционной спектрометрии, атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой; контроля точности результатов измерений массовой концентрации титана в воздушных средах.

СО может применяться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики измерений.

Область применения: научные исследования, охрана окружающей среды, контроль воздушных сред.

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный.

Аттестованная характеристика СО: массовая концентрация титана, мг/м^3 .

СО состоит из двух фильтров АФА-ВП-20 (с маркировками) — фильтра АФА-ВП-20 с осажденным титаном и фильтра АФА-ВП-20 без осажденного титана, помещенных в один полиэтиленовый пакет (размером не более 10×18 см) с этикеткой, запаянный герметизирующими водо- и воздухонепроницаемыми швами. Фильтры в пакете разделены запаянными швами.

ГСО 12764–2024 СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ЦИНКА, ОСАЖДЕННОГО НА ФИЛЬТР АФА-ВП-20 ИЗ ВОЗДУШНОЙ СРЕДЫ (В-Zn-08 СО УНИИМ)

СО предназначен для аттестации методик измерений массовой концентрации цинка в воздушных средах (атмосферном воздухе, воздухе рабочей зоны, промышленных выбросах в атмосферу) методами спектрофотометрии, атомно-абсорбционной спектрометрии, атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой; контроля точности результатов измерений массовой концентрации цинка в воздушных средах.

СО может применяться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики измерений.

Область применения: научные исследования, охрана окружающей среды, контроль воздушных сред.

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный.

Аттестованная характеристика СО: массовая концентрация цинка, мг/м³.

СО состоит из двух фильтров АФА-ВП-20 (с маркировками) — фильтра АФА-ВП-20 с осажденным цинком и фильтра АФА-ВП-20 без осажденного цинка, помещенных в один полиэтиленовый пакет (размером не более 10×18 см) с этикеткой, запаянный герметизирующими водо- и воздухонепроницаемыми швами. Фильтры в пакете разделены запаянными швами.

ГСО 12765–2024 СО ДАВЛЕНИЯ НАСЫЩЕННЫХ ПАРОВ НЕФТИ (СО ДНПН-НИИТН)

СО предназначен для аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений давления насыщенных паров нефти.

СО может использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики измерений; поверки и/или калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики поверки и/или калибровки; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

Область применения: энергетика, нефтедобывающая и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО: давление насыщенных паров, $\kappa\Pi a$.

Материал СО представляет собой стабилизированную нефть по ГОСТ Р 51858–2002, расфасованную в стеклянные бутыли, флаконы из темного стекла с этикетками, закрытые плотно завинчивающимися крышками с уплотнительными пробками. Вместимость флаконов – не менее 500 см³.

ГСО 12766–2024 СО МАССОВОЙ ДОЛИ МЕХАНИЧЕСКИХ ПРИМЕСЕЙ В НЕФТИ (СО МПН-НИИТН)

СО предназначен для аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений массовой доли механических примесей в нефти.

СО может использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики измерений; поверки и/или калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики поверки и/или калибровки; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

Область применения: энергетика, нефтедобывающая и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля механических примесей в нефти, %.

Материал СО представляет собой стабилизированную нефть по ГОСТ Р 51858–2002, расфасованную в стеклянные бутыли, флаконы из темного стекла с этикетками, закрытые плотно завинчивающимися крышками с уплотнительными пробками. Вместимость флаконов – не менее 100 см³. На каждый флакон наклеена этикетка.

ГСО 12767-2024 СО ПЛОТНОСТИ НЕФТИ (СО ПН-НИИТН)

СО предназначен для аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений плотности нефти. СО может использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики измерений; поверки и/или калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики поверки и/или калибровки; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

Область применения: энергетика, нефтедобывающая и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент. Аттестованная характеристика СО: плотность, кг/м³. Материал СО представляет собой стабилизированную нефть по ГОСТ Р 51858–2002, расфасованную в стеклянные бутыли, флаконы из темного стекла с этикетками, закрытые плотно завинчивающимися крышками с уплотнительными пробками. Вместимость флаконов – не менее 1000 см³.

ГСО 12768-2024 СО МАССОВОЙ ДОЛИ СЕРЫ В НЕФТИ (СО СН-НИИТН)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений, аттестации методик измерений массовой доли серы в нефти.

СО может использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики измерений; поверки и/или калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики поверки и/или калибровки; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

Область применения: энергетика, нефтедобывающая и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.



Аттестованная характеристика СО: массовая доля серы, %.

Материал СО представляет собой стабилизированную нефть по ГОСТ Р 51858–2002, расфасованную в стеклянные флаконы из темного стекла с этикетками, закрытые плотно завинчивающимися крышками с уплотнительными пробками. Вместимость флаконов – не менее 100 см³.

ГСО 12769–2024 СО ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА НЕФТИ (СО ФСН-НИИТН)

СО предназначен для аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений объемной доли отгона нефти при температуре 200 и 300 °C.

СО может использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики измерений; поверки и/или калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики поверки и/или калибровки; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

Область применения: энергетика, нефтедобывающая и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент. Аттестованная характеристика СО: объемная доля отгона, %.

Материал СО представляет собой стабилизированную нефть по ГОСТ Р 51858–2002, расфасованную в стеклянные бутыли, флаконы из темного стекла с этикетками, закрытые плотно завинчивающимися крышками с уплотнительными пробками. Вместимость флаконов – не менее 250 см³.

ГСО 12770–2024 СО МАССОВЫХ ДОЛЕЙ ОРГАНИЧЕСКИХ ХЛОРИДОВ И ПАРАФИНОВ В НЕФТИ (СО ХОСПН-НИИТН)

СО предназначен для аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений массовых долей органических хлоридов и парафинов в нефти.

СО может использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики измерений; поверки и/или калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики поверки и/или калибровки; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

Область применения: энергетика, нефтедобывающая и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля органических хлоридов, млн⁻¹; массовая доля парафинов в нефти, %.

Материал СО представляет собой стабилизированную нефть по ГОСТ Р 51858–2002, расфасованную в стеклянные бутыли, флаконы из темного стекла с этикетками, закрытые плотно завинчивающимися крышками с уплотнительными пробками. Вместимость флаконов – не менее 1000 см³.

ГСО 12771-2024

СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ХЛОРИСТЫХ СОЛЕЙ И МАССОВОЙ ДОЛИ ВОДЫ В НЕФТИ (СО ХСВН-НИИТН)

СО предназначен для аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений массовой концентрация хлористых солей и массовой доли воды в нефти. СО может использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики измерений; поверки и/или калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики поверки и/или калибровки; контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

Область применения: энергетика, нефтедобывающая и нефтеперерабатывающая промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика CO: массовая концентрация хлористых солей, мг/дм³; массовая доля воды, %. Материал СО представляет собой стабилизированную нефть по ГОСТ Р 51858–2002, расфасованную в стеклянные флаконы из темного стекла с этикетками, закрытые плотно завинчивающимися крышками с уплотнительными пробками. Вместимость флаконов – не менее 500 см³.

ГСО 12772-2024

СО СОСТАВА ПЕСТИЦИДА АЗОКСИСТРОБИНА

СО предназначен для аттестации, валидации методик измерений, контроля точности результатов измерений массовой доли азоксистробина в технических продуктах, препаратах на его основе, а также в объектах окружающей среды. СО может использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики измерений.

Область применения: сельское хозяйство, охрана окружающей среды, производство химических средств защиты растений и минеральных удобрений, пищевая, химическая промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля азоксистробина, %.

Материал СО представляет собой порошок азоксистробина (метил(E)-2- $\{2-[6-(2-цианофенокси)$ пиримидин-4-илокси]фенил $\}$ -3-метоксиакрилат) белого цвета, расфасованный по $(0,1\pm0,01)$ г в стеклянные флаконы из темного стекла вместимостью 10 см³; флаконы закрываются винтовыми пластиковыми крышками с пластиковыми кольцами для контроля первого вскрытия и этикетками.

ГСО 12773-2024

СО СОСТАВА ПЕСТИЦИДА ИМИДАКЛОПРИДА

СО предназначен для аттестации, валидации методик измерений, контроля точности результатов измерений массовой доли имидаклоприда в технических продуктах, препаратах на его основе, а также в объектах окружающей среды. СО может использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики измерений.

Область применения: сельское хозяйство, охрана окружающей среды, производство химических средств защиты растений и минеральных удобрений, пищевая, химическая промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля имидаклоприда, %.

Материал $\hat{\text{CO}}$ представляет собой порошок имидаклоприда (4,5-дигидро-N-нитро-1-[(6-хлор-3-пиридил)-метил]-имидазолидин-2-иленамин) белого цвета, расфасованный по $(0,1\pm0,01)$ г в стеклянные флаконы из темного стекла вместимостью $10~\text{cm}^3$; флаконы закрываются винтовыми пластиковыми крышками с пластиковыми кольцами для контроля первого вскрытия и этикетками.

ГСО 12774–2024 СО СОСТАВА ПЕСТИЦИДА КЛЕТОДИМА (ЛИТИЕВАЯ СОЛЬ)

СО предназначен для аттестации, валидации методик измерений, контроля точности результатов измерений массовой доли клетодима в технических продуктах, препаратах на его основе, а также в объектах окружающей среды. СО может использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики измерений.

Область применения: сельское хозяйство, охрана окружающей среды, производство химических средств защиты растений и минеральных удобрений, пищевая, химическая промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля клетодима (литиевая соль), %.

Материал СО представляет собой порошок клетодима (литиевой соли) ((5RS)-2-[1-(2E)-3-хлораллилоксиимино] пропил]-5-[(2RS)-2-(этилтио) пропил]-3-гидроксициклогекса-2-ен-1-он (лития)) белого цвета, расфасованный по $(0,1\pm0,01)$ г в стеклянные флаконы из темного стекла вместимостью 10 см³; флаконы закрываются винтовыми пластиковыми крышками с пластиковыми кольцами для контроля первого вскрытия и этикетками.

ГСО 12775-2024

СО СОСТАВА ПЕСТИЦИДА МЕТАМИТРОНА

CO предназначен для аттестации, валидации методик измерений, контроля точности результатов измерений массовой доли метамитрона в технических продуктах, препаратах на его основе, а также в объектах окружающей среды.

СО может использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики измерений.

Область применения: сельское хозяйство, охрана окружающей среды, производство химических средств защиты растений и минеральных удобрений, пищевая, химическая промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля метамитрона, %.

Материал СО представляет собой порошок метамитрона (4-амино-4,5-дигидро-3-метил-6-фенил-1,2,4-триазин-5-он) белого цвета, расфасованный по $(0,1\pm0,01)$ г в стеклянные флаконы из темного стекла вместимостью 10 см³; флаконы закрываются винтовыми пластиковыми крышками с пластиковыми кольцами для контроля первого вскрытия и этикетками.

ГСО 12776-2024

СО СОСТАВА ПЕСТИЦИДА НИКОСУЛЬФУРОНА

СО предназначен для аттестации, валидации методик измерений, контроля точности результатов измерений массовой доли никосульфурона в технических продуктах, препаратах на его основе, а также в объектах окружающей среды. СО может использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики измерений.

Область применения: сельское хозяйство, охрана окружающей среды, производство химических средств защиты растений и минеральных удобрений, пищевая, химическая промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля никосульфурона, %.

Материал СО представляет собой порошок никосульфурона (2-(4,6-диметоксипиримидин-2-илкарбамоилсульфамоил)-N, N-диметил-никотинамид) белого цвета, расфасованный по $(0,1\pm0,01)$ г в стеклянные флаконы из темного стекла вместимостью $10~{\rm cm}^3$; флаконы закрываются винтовыми пластиковыми крышками с пластиковыми кольцами для контроля первого вскрытия и этикетками.

ГСО 12777-2024

СО СОСТАВА ПЕСТИЦИДА ФЛОРАСУЛАМА

СО предназначен для аттестации, валидации методик измерений, контроля точности результатов измерений массовой доли флорасулама в технических продуктах, препаратах на его основе, а также в объектах окружающей среды. СО может использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики измерений.

Область применения: сельское хозяйство, охрана окружающей среды, производство химических средств защиты растений и минеральных удобрений, пищевая, химическая промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля флорасулама, %.

Материал СО представляет собой порошок флорасулама (2',6',8-трифтор-5-метокси[1,2,4]триазол[1,5-с]пиримидин-2-сульфонанилид) белого цвета, расфасованный по $(0,1\pm0,01)$ г в стеклянные флаконы из темного стекла вместимостью 10 см³; флаконы закрываются винтовыми пластиковыми крышками с пластиковыми кольцами для контроля первого вскрытия и этикетками.

ГСО 12778-2024

СО СОСТАВА ТРИМЕТОПРИМА

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой

доли триметоприма в материалах и лекарственных средствах, в состав которых входит триметоприм.

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 триметоприма в продуктах питания и продовольственном сырье, кормах для животных, объектах окружающей среды, в том числе с применением метода добавок; определения подлинности триметоприма, входящего в состав лекарственных средств; определения чувствительности патогенных микроорганизмов к триметоприму.

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 триметоприма, %.

Материалом СО является субстанция триметоприма, представляющая собой порошок белого или желтовато-белого цвета. Материал СО расфасован по (260 ± 10) мг в запаянные стеклянные ампулы с этикетками или стеклянные флаконы с обжимными колпачками с этикетками.

ГСО 12779–2024 СО СОСТАВА ФЕНБЕНДАЗОЛА

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли фенбендазола в материалах и лекарственных средствах, в состав которых входит фенбендазол.

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 фенбендазола в продуктах питания и продовольственном сырье, кормах для животных, объектах окружающей среды, в том числе с применением метода добавок; определения подлинности фенбендазола, входящего в состав лекарственных средств. 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 фенбендазола, %.

Материалом СО является субстанция фенбендазола, представляющая собой порошок белого или почти белого цвета. Материал СО расфасован по (210 ± 10) мг в запаянные стеклянные ампулы с этикетками или стеклянные флаконы с обжимными колпачками с этикетками.

ГСО 12780-2024/ГСО 12784-2024 СО СОСТАВА ОКСИДА ЦИРКОНИЯ (набор СОЦ-22)

СО предназначены для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений, аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли элементов в цирконии и его сплавах методом атомно-эмиссионного спектрального анализа.

СО могут быть использованы для поверки средств измерений при условии их соответствия обязательным требованиям, установленным в методиках поверки средств измерений; калибровки средств измерений при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках калибровки средств измерений; испытаний СО, в том числе в целях утверждения типа при условии соответствия их метрологических и технических характеристик требованиям, установленным в программах испытаний соответствующих СО; других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: металлургия, научные исследования, испытания и контроль качества продукции.

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов (относительно суммы масс металлов), %.

Материал СО представляет собой порошок оксида циркония, в который введены аттестуемые элементы в виде растворов с последующей термической обработкой на воздухе при (700—1 100) °С, измельчением и гомогенизацией. Оксид циркония приготовлен прокаливанием оксихлорида циркония специальной очистки при 1 100 °С. Образцы расфасованы порциями по 10,0 г в герметично закрытые полиэтиленовыми крышками стеклянные пеналы с этикетками. Каждая емкость промаркирована с указанием индекса образца в наборе. Набор, состоящий из пяти СО, упакован в коробку с этикеткой.

ГСО 12785–2024/ГСО 12789–2024 СО СТАЛЕЙ ЛЕГИРОВАННЫХ ТИПОВ 38Х2МЮА, 38ХН3МА, 5ХНВ, 20ХГ2Ц, ХВГ (набор ИСО УГ147-ИСО УГ151)

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

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

Область применения: металлургия, машиностроение, металлообработка, горнодобывающая промышленность. Способ аттестации – межлабораторный эксперимент, сравнение со стандартным образцом.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов, %.

Набор ИСО УГ147-ИСО УГ151 состоит из пяти типов СО; материал СО приготовлен из сталей легированных типов 38Х2МЮА, 38ХНЗМА, 5ХНВ, 20ХГ2Ц, ХВГ (ГОСТ 4543–2016, ГОСТ 5950–2000, ГОСТ 5781–82) в виде дисков диаметром (38–50) мм, высотой (23–30) мм (ГОСТ 7565–81, ГОСТ Р ИСО 14284–2009).

ГСО 12790–2024 СО ДАВЛЕНИЯ НАСЫЩЕННЫХ ПАРОВ НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТОВ (ДНП-100-ЭК)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов, в том числе по ГОСТ 1756–2000 (ИСО 3007–99), ГОСТ Р 52340–2005, ГОСТ 31874–2012, ГОСТ 8.601-2010, ГОСТ 33361–2022, ASTM D6377–20, ASTM D323–20a, ISO 3007:1999; контроля метрологических характеристик средств измерений (СИ) при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа.

СО может применяться для поверки, калибровки СИ при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО требованиям, установленным в методиках поверки, калибровки СИ.

Область применения: нефтехимическая, нефтеперерабатывающая, химическая промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: давление насыщенных паров при температуре (37.8 ± 0.1) °C, кПа.

Материал СО представляет собой пентан, расфасованный во флаконы из темного стекла с завинчивающимися крышками и этикетками. Объем материала СО во флаконе – не менее 250; 500; 1000 см³.

ГСО 12791-2024

СО МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СТАЛИ КОНСТРУКЦИОННОЙ НИЗКОЛЕГИРОВАННОЙ (КЛАССА ПРОЧНОСТИ К52)

СО предназначен для контроля точности результатов измерении механических свойств при статическом испытании металлов на растяжение; аттестации и валидации методик измерений механических свойств при статическом испытании металлов на растяжение; калибровки средств измерений механических свойств при статическом испытании металлов на растяжение; проверки программного обеспечения испытательных машин с программным управлением для определения характеристик механических свойств при растяжении по ГОСТ 1497—2023; других видов метрологического контроля. Область применения: металлургия, машиностроение, обязательная сертификация продукции, государственный метрологический надзор.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика CO: пластичность δ5 (относительное удлинение после разрыва) при статическом испытании на растяжение, %.

СО представляет собой мерную заготовку проката листового из стали конструкционной низколегированной размером (116,5 × 248 × 4) мм – заготовка для изготовления образцов по ГОСТ 1497–2023 или размером (116,5 × 410 × 4) мм – заготовка для изготовления образцов по ASTM A370–24а (класса прочности K52 по ГОСТ 20295–85 со значением временного сопротивления в диапазоне (520–760) Н/мм², предела текучести физического (415–565) Н/мм²). Экземпляр СО помещен в полиэтиленовый пакет с этикеткой.

ГСО 12792–2024 СО МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СТАЛИ МАРКИ 12X18H10T

СО предназначен для контроля точности результатов измерении механических свойств при статическом испытании металлов на растяжение; аттестации и валидации методик измерений механических свойств при статическом испытании металлов на растяжение; калибровки средств измерений механических свойств при статическом испытании металлов на растяжение; проверки программного обеспечения испытательных машин с программным управлением для определения характеристик механических свойств при растяжении по ГОСТ 1497–2023; других видов метрологического контроля.

Область применения: металлургия, машиностроение, обязательная сертификация продукции, государственный метрологический надзор.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика CO: пластичность δ5 (относительное удлинение после разрыва) при статическом испытании на растяжение, %; пластичность пси (относительное сужение после разрыва) при статическом испытании на растяжение, %.

СО представляет собой мерную заготовку проката сортового стального горячекатаного круглого сечения по ГОСТ 2590–2006 из стали марки 12X18H10T по ГОСТ 5632–2014, размером (18 × 300) мм (со значением временного сопротивления в диапазоне (500–750) Н/мм², условного предела текучести с допуском на величину пластической деформации 0,2 % при нагружении в диапазоне (150–350) Н/мм²). Экземпляр СО помещен в полимерную оболочку с этикеткой.

СВЕДЕНИЯ О СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦАХ УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ, В КОТОРЫЕ БЫЛИ ВНЕСЕНЫ ИЗМЕНЕНИЯ В ЧАСТИ СРОКА ДЕЙСТВИЯ УТВЕРЖДЕННОГО ТИПА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА

В. В. Суслова 🖂

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

☐ gosreestr so@uniim.ru

В соответствии с требованиями Приказа Минпромторга России № 2905¹, 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 (ФИФ ОЕИ), 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 CO принимается Росстандартом в форме приказа с продлением срока действия на последующие 5 лет с даты окончания действия утвержденного типа CO.

¹ Об утверждении порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, порядка утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений, внесения изменений в сведения о них, порядка выдачи сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, формы сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений и порядка их нанесения: Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 № 2905.

² Для СО серийного производства, типы которых утверждены до вступления в силу указанного приказа, заявление подает производитель/изготовитель СО. Для СО единичного производства, типы которых утверждены 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.

Таблица 1. CO утвержденного типа, в сведения о которых внесены изменения в части срока действия CO, начиная с конца ноября 2024 г. и до конца 2024 г.

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до			
Приказ Росстандарта № 2717 от 20.11.2024						
ГСО 9886–2011	СО 9886–2011 СО изотопного состава таллия (SRM 997)					
	Приказ Росстандарта № 2718 от 20.11.2024					
ГСО 11484–2020	4–2020 СО массовой доли общего фтора в угле каменном Кузнецкого бассейна (УК-1 СО МИСиС)		27.01.2030			
ГСО 11467–2019	СО состава бензойной кислоты	серийное	09.01.2030			
ГСО 11468–2019	СО состава сорбиновой кислоты	серийное	09.01.2030			
	Приказ Росстандарта № 2803 от 29.11.2024					
ГСО 11469–2019	СО состава низколегированного сплава титана (BS T 80)		09.01.2030			
ГСО 11470-2019	СО состава низколегированного сплава титана (BS T 81)	серийное	09.01.2030			
ГСО 11496–2020	СО удельного электрического сопротивления горных пород (имитатор) (УЭСГП-0,0005)	серийное	27.02.2030			
ГСО 11497–2020	СО удельного электрического сопротивления горных пород (имитатор) (УЭСГП-0,2)	серийное	27.02.2030			
ГСО 11498–2020	СО удельного электрического сопротивления горных пород (имитатор) (УЭСГП-2)	серийное	27.02.2030			
ГСО 11499–2020	СО удельного электрического сопротивления горных пород (имитатор) (УЭСГП-20)	серийное	27.02.2030			
ГСО 11500–2020	СО удельного электрического сопротивления горных пород (имитатор) (УЭСГП-200)	серийное	27.02.2030			
ГСО 11501–2020	501–2020 СО удельного электрического сопротивления горных пород (имитатор) (УЭСГП-2000)		27.02.2030			
Приказ Росстандарта № 2963 om 13.12.2024						
ГСО 6687–93/ 6689–93	СО состава водных растворов хлорид-ионов (комплект № 1А)	серийное	04.03.2030			
ГСО 6696–93/ 6698–93	I(I) corrada double in actromod highway $I(I)$ $I(I)$ $I(I)$ $I(I)$ $I(I)$ $I(I)$		04.03.2030			
ГСО 7018–93/ 7020–93			04.03.2030			
ГСО 7021–93/ 7022–93	I(T) coerana nomini v nacrnonon murnur-nomon (komuneka No $I(A)$		04.03.2030			
ГСО 7853–2000	О СО цветности водных растворов (хром-кобальтовая шкала)		04.03.2030			
ГСО 7101–94	СО состава фенола се		18.05.2030			
ГСО 7141–95	+ 1		18.05.2030			
ГСО 10403–2014	10403-2014 CO фракционного состава нефтепродуктов при атмосферном давлении (ФС-1)		27.01.2030			
ГСО 10404—2014 СО фракционного состава нефтепродуктов при атмосферном давлении (ФС-2)			27.01.2030			

Регистрационный номер СО	Наименование (()		Действует до		
ГСО 10405–2014	СО фракционного состава нефтепродуктов при атмосферном серийно серийн		27.01.2030		
ГСО 10803–2016	СО температуры вспышки в закрытом тигле (углеводороды) (ИНТЕГРСО ТЗТ-1)	серийное	29.06.2030		
ГСО 10804–2016	СО температуры вспышки в закрытом тигле (углеводороды) (ИНТЕГРСО ТЗТ-2)	серийное	29.06.2030		
ГСО 10805–2016	СО температуры вспышки в закрытом тигле (углеводороды) (ИНТЕГРСО ТЗТ-3)	серийное	29.06.2030		
ГСО 10806–2016	СО температуры вспышки в закрытом тигле (углеводороды) (ИНТЕГРСО ТЗТ-4)	серийное	29.06.2030		
ГСО 10807–2016	СО температуры вспышки в закрытом тигле (углеводороды) (ИНТЕГРСО ТЗТ-5)	серийное	29.06.2030		
ГСО 8159-2002	СО температуры вспышки в закрытом тигле (углеводороды) (ТЗТ-6)	серийное	29.06.2030		
ГСО 10829–2016	СО температуры вспышки в открытом тигле (углеводороды, масла) (ИНТЕГРСО ТОТ-2)	серийное	28.07.2030		
ГСО 10830–2016	СО температуры вспышки в открытом тигле (углеводороды, масла) (ИНТЕГРСО ТОТ-3)	серийное	28.07.2030		
ГСО 10831–2016	О16 СО температуры вспышки в открытом тигле (углеводороды, масла) (ИНТЕГРСО ТОТ-4)		28.07.2030		
ГСО 10832–2016	016 СО температуры вспышки в открытом тигле (углеводороды, масла) (ИНТЕГРСО ТОТ-5)		28.07.2030		
ГСО 4407–89	СО температуры вспышки в открытом тигле (углеводороды, масла) (TOT-1)	серийное	28.07.2030		
ГСО 8613–2004	СО температуры вспышки в открытом тигле (углеводороды, масла) (ТОТ-6)	серийное	28.07.2030		
ГСО 8804–2006	4–2006 CO температуры вспышки в открытом тигле (углеводороды, масла) (ТОТ-7)		28.07.2030		
Приказ Росстандарта № 2964 от 13.12.2024					
ГСО 7552–99	СО химического потребления кислорода	серийное	26.05.2030		
ГСО 7758–2000	СО состава раствора ионов алюминия	серийное	26.05.2030		
ГСО 7759–2000	СО состава раствора ионов бериллия	серийное	26.05.2030		
ГСО 7760–2000	СО состава раствора ионов бария	серийное	26.05.2030		
ГСО 7762–2000	СО состава раствора ионов марганца (II)	серийное	26.05.2030		
ГСО 7767–2000	СО состава раствора ионов магния	серийное	26.05.2030		
ГСО 7768–2000	СО состава раствора ионов молибдена (VI)	серийное	26.05.2030		
ГСО 7770–2000	СО состава раствора ионов цинка	серийное	26.05.2030		
ГСО 7771–2000	СО состава раствора ионов калия	серийное	26.05.2030		
ГСО 7772–2000	СО состава раствора ионов кальция	серийное	26.05.2030		
ГСО 7773–2000	СО состава раствора ионов кадмия	серийное	26.05.2030		

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до		
ГСО 7774–2000	СО состава раствора ионов ванадия (V)	серийное	26.05.2030		
ГСО 7775–2000	СО состава раствора ионов натрия	серийное	26.05.2030		
ГСО 7776–2000	СО состава раствора ионов олова (IV)	серийное	26.05.2030		
ГСО 7778–2000	СО состава раствора ионов свинца	серийное	26.05.2030		
ГСО 7779–2000	СО состава раствора ионов селена (IV)	серийное	26.05.2030		
ГСО 7780–2000	СО состава раствора ионов лития	серийное	26.05.2030		
ГСО 7783–2000	СО 7783–2000 СО состава раствора ионов стронция				
ГСО 7785–2000	О 7785–2000 СО состава раствора ионов никеля				
ГСО 7789–2000	СО 7789–2000 СО состава раствора фторид-ионов				
ГСО 7791–2000	СО 7791–2000 СО состава раствора фосфат-ионов				
ГСО 7797–2000	0 7797–2000 СО перманганатной окисляемости воды		26.05.2030		
ГСО 7861–2000	7861–2000 СО состава раствора сульфид-ионов		26.05.2030		
ГСО 9381–2009	9381–2009 СО поверхностной плотности оловянного покрытия на стали (комплект ПП-1-О/Ст)		25.02.2030		
ГСО 10583–2015	О 10583-2015 CO открытой пористости твердых веществ, материалов (имитаторы) (комплект ОПТВ СО УНИИМ)		25.02.2030		
Приказ Росстандарта № 2965 от 13.12.2024					
ГСО 11485–2020	СО состава искусственной газовой смеси химически активных газов (XA-HK-1)	серийное	29.01.2030		
ГСО 11486-2020	1486-2020 СО состава искусственной газовой смеси в кислороде (О2-НК-1)		29.01.2030		
ГСО 11487–2020	О 11487–2020 СО состава искусственной газовой смеси в кислороде (О2-НК-2)		29.01.2030		
Приказ Росстандарта № 3010 от 19.12.2024					
ГСО 9682–2010	2010 CO состава сталей углеродистых типов 15Л, 25, 30, 55, 08 (комплект CO УГ93-УГ97)		01.10.2040		
ГСО 7176–95	СО состава донных отложений оз. Байкал (БИЛ-2)	единичное	28.02.2040		
ГСО 7177–95	СО 7177–95 СО состава золы бурого угля Азея (ЗУА-1)				

ИНФОРМАЦИЯ ДЛЯ АВТОРОВ И ЧИТАТЕЛЕЙ

Журнал «Эталоны. Стандартные образцы» до 2020 года именовался «Стандартные образцы»

Журнал публикует результаты фундаментальных и прикладных исследований в области метрологии и смежных наук, связанных с вопросами стандартных образцов, на территории Российской Федерации и за рубежом. Приоритетная задача состоит в создании открытой площадки для обмена информацией, отражающей научные взгляды, результаты и достижения фундаментальных и прикладных исследований. К публикации принимаются передовые и оригинальные статьи, материалы аналитического, научно-исследовательского, научно-методического, консультативного и информационного характера; переводы опубликованных в зарубежных журналах статей 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.

РАЗДЕЛЫ. 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 придерживается международной практики редактирования, рецензирования, издания и авторства научных публикаций и рекомендаций Комитета по этике научных публикаций. Поступающие материалы проходят «двустороннее слепое» научное рецензирование с целью экспертной оценки. Рецензентами являются специалисты по тематике рецензируемых материалов. Рецензии хранятся в издательстве и редакции 5 лет. Авторы получают копии рецензий или мотивированный отказ в публикации. Копии рецензий направляются в Министерство образования и науки Российской Федерации при поступлении соответствующего запроса. Статьи по результатам диссертационных работ публикуются вне очереди. Плата за публикации не взимается. Авторский гонорар не выплачивается. Автор публикации получает печатный экземпляр журнала и электронную версию статьи. За достоверность информации в статьях и рекламных материалах и отсутствие в них не подлежащих открытой публикации данных 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 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).

Материалы журнала доступны по лицензии Creative Commons «Attribution» («Атрибуция») 4.0 Всемирная. Перечень площадок: *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 *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.



INFORMATION FOR AUTHORS AND READERS

Journal «Measurement standards. Reference materials» until 2020 was published under the name «Reference materials»

Journal 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 *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

- 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 публиковать 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).
- 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. Аффилиация 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 СОРЕ (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 конец рукописи рекомендуется включить примечание, в котором разъясняется фактический вклад каждого соавтора в выполненную работу. Приводится на русском и английском языках.
- 9. Библиографическое описание документов оформляется в соответствии с требованиями ГОСТ Р 7.0.5–2008. Ссылаться нужно в первую очередь на оригинальные источники из научных журналов, включенных в глобальные индексы цитирования. Желательно использовать 20–40 источников. Из них за последние 3 года не менее 50%, иностранных не менее пяти источников, самоцитирование не более трех источников. Следует указать DOI или адрес доступа в сети «Интернет». Оформляется на русском и английском языках.

10. Аффилиация авторов. Ф.И.О. (полное), ученое звание, должность, организация(и), адрес организации(й) (требуется указать все места работы автора, в которых выполнялись исследования (постоянное место, место выполнения проекта и др.)), ORCID, электронная почта, телефон, почтовый адрес для отправки авторского экземпляра. Приводится на русском и английском языках.

Правила рецензирования статьи

В журнале «Эталоны. Стандартные образцы» принято «двойное слепое» (рецензент и автор не знают имен друг друга) рецензирование статей. Рецензент на основании анализа статьи принимает решение рекомендовать статью к публикации (без доработки или с доработкой) или статью отклонить. В случае несогласия автора статьи с замечаниями рецензента его мотивированное заявление рассматривается редакционной коллегией.

Политика редакции

Политика редакционной коллегии журнала базируется на современных юридических требованиях в отношении клеветы, авторского права, законности и плагиата, поддерживает Кодекс этики научных публикаций, сформулированный Комитетом по этике научных публикаций, и строится с учетом этических норм работы редакторов и издателей, закрепленных в Кодексе поведения и руководящих принципах наилучшей практики для редактора журнала и Кодексе поведения для издателя журнала, разработанных Комитетом по публикационной этике (СОРЕ).

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 СС ВУ 4.0. Иные виды использования возможны только после заключения соответствующих письменных соглашений с правообладателем.

Электронные версии статей размещаются на сайтах журнала «Эталоны. Стандартные образцы», Российской государственной библиотеки, Научной электронной библиотеки eLIBRARY.RU, электронной библиотеки «КиберЛенинка».

Журнал распространяется платно по подписке в редакции или через подписные агентства. Технический секретарь: Тараева Наталия Сергеевна, тел.: +7 (343) 350-72-42, e-mail: taraeva@uniim.ru, uniim@uniim.ru www.rmjournal.ru

© «Эталоны. Стандартные образцы», 2024

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., Yekaterinburg, 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

- 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.
- 9. 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.

10. 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», 2024

