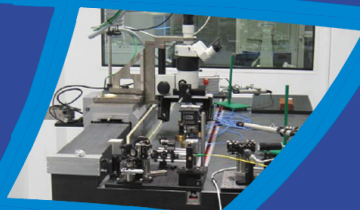
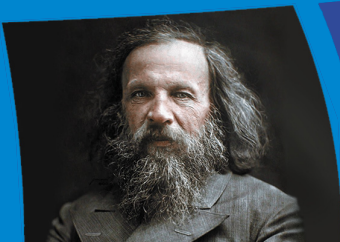


ISSN 2687-0886

ЭТАЛОНЫ СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Том
Vol. 21

№ 3
2025



Measurement standards
Reference materials



ВНИИМ

им. Д. И. Менделеева

Издание зарегистрировано Роскомнадзором.
Свидетельство о регистрации печатного издания: ПИ № ФС77-78423
от 29 мая 2020 г. Свидетельство о регистрации электронного издания:
Эл. № ФС77-79330 от 09 октября 2020 г.
ISSN 2687-0886 (Print)

УЧРЕДИТЕЛЬ ЖУРНАЛА

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

РЕДАКЦИЯ И ИЗДАТЕЛЬ

УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4.
Телефон, факс: + 7 (343) 350-72-42, 350-60-68.
e-mail: uniim@uniim.ru. www.rmjournal.ru

Основной целью журнала является аккумулирование научно-технических знаний в области метрологии. Приоритетная задача журнала состоит в создании открытой площадки для обмена информацией, отражающей результаты научных и прикладных исследований, которые связаны с вопросами разработки и внедрения эталонов единиц физических величин; стандартных образцов как средств передачи единицы величины, а также с вопросами разработки новых подходов создания и применения стандартных образцов. В журнале также публикуются исследования по изысканию и использованию физических и химических эффектов с целью создания новых и совершенствования существующих методов и средств измерений высшей точности; освещаются нормативные документы и международные работы, связанные со средствами измерений высшей точности и стандартными образцами.

ГЛАВНЫЙ РЕДАКТОР

Медведевских Сергей Викторович
канд. техн. наук, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»,
г. Санкт-Петербург, Россия

ЗАМЕСТИТЕЛЬ ГЛАВНОГО РЕДАКТОРА

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

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Собина Егор Павлович
д-р техн. наук, УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия

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 (ВНИИТИ РАН) и др.

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

ЭТАЛОНЫ. СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Научно-технический журнал

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 ФГАУ ДПО «АСМС (учебная)»,
г. Екатеринбург, Россия

Походун Анатолий Иванович

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

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

ТЕХНИЧЕСКИЙ СЕКРЕТАРЬ

Тарасева Наталья Сергеевна

КОРРЕКТОР

Уханова Маргарита Дмитриевна

ВЕРСТКА, ЦВЕТООКРЕЩЕНИЕ

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 25.09.2025.

Дата выхода в свет 01.10.2025.

Формат 60 × 90 1/8. Печать офсетная.

Бумага ВХИ. Усл. печ. л. 20,13.

Тираж 200 экз. Заказ № 30925.

Свободная цена.

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

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

FOUNDER:

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

EDITORIAL OFFICE & PUBLISHER

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

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

EDITOR-IN-CHIEF

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

DEPUTY CHIEF EDITOR

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

EDITORIAL TEAM

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

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 materials”. The frequency of publication is 4 times a year.

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

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

Leonid A. Konopelko

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

Anatoliy I. Krylov

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

Boris Ya. Litvinov

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

Elena 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. Syasko

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. Shchelchikov

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

Anatoly B. Yakovlev

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

EXECUTIVE SECRETARY

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

TECHNICAL SECRETARY

Natalia S. Tarasova

PROOF-READER

Margarita D. Uhanova

LAYOUT, COLOUR CORRECTION

Vladislav V. Taskaev

Subscription index in the electronic catalog of agencies «Pressa Rossii» – E 102263.

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

Signed for printing: 25.09.2025.

Date of publication: 01.10.2025.

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

Royal paper. Conventional printed sheets 20,13.

Number of copies 200. Order No 30925.

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

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



СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

- | | | |
|--|----|--|
| М. С. Вонский, А. Л. Рунов,
Е. В. Курчакова, С. Б. Горняя,
А. П. Степанова, Д. В. Хвостов,
М. Ю. Минаев | 5 | Стандартные образцы состава ДНК для метрологического обеспечения идентификации видового состава мясной продукции |
| А. И. Крылов, А. Ю. Михеева,
Е. М. Лопушанская,
Е. Н. Чернова, С. В. Спирин | 21 | Стандартные образцы состава синтетических подсластителей аспартама и ацесульфама калия |
| А. В. Собина, Е. П. Собина,
А. Ю. Шимолин | 40 | Разработка стандартного образца состава бромиды калия |
| Я. К. Чубченко, А. В. Ларош,
А. В. Смирнов, А. В. Колобова | 62 | Разработка стандартных образцов изотопного состава этанола |
| М. В. Беднова,
А. В. Стрельников,
Е. В. Шкулёва | 78 | Разработка стандартных образцов удельной электрической проводимости жидкости |

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

- | | | |
|-----------------------------------|-----|--|
| К. В. Чекирда,
В. В. Милорадов | 91 | Штриховые меры длины. Часть I. Обзор современного состояния нормативно-технической базы |
| Д. С. Замятин | 107 | Методы калибровки и поверки дозаторов весовых непрерывного действия и конвейерных весов |
| Н. В. Шелехова | 124 | Газохроматографическая методика определения массовой концентрации акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах |

РЕЕСТР УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ, ПРЕДСТАВЛЕННЫХ В ФЕДЕРАЛЬНОМ ИНФОРМАЦИОННОМ ФОНДЕ

- | | | |
|--------------|-----|---|
| В. В. Сулова | 138 | Сведения о новых типах стандартных образцов |
| В. В. Сулова | 148 | Сведения о стандартных образцах утвержденных типов, в которые были внесены изменения в части срока действия утвержденного типа стандартного образца |

ИНФОРМАЦИЯ ДЛЯ АВТОРОВ И ЧИТАТЕЛЕЙ

- | | | |
|---------------------|-----|-------------|
| Редакционная статья | 161 | Исправление |
|---------------------|-----|-------------|

REFERENCE MATERIALS

- | | | |
|--|----|--|
| M. S. Vonsky, A. L. Runov,
E. V. Kurchakova, S. B. Gorniaia,
A. P. Stepanova, D. V. Khvostov,
M. Yu. Minaev | 5 | DNA Composition Reference Materials for Metrological Support of Species Identification in Meat Products |
| A. I. Krylov, A. Yu. Miheeva,
E. M. Lopushanskaya,
E. N. Chernova, S. V. Spirin | 21 | Reference Materials of the Synthetic Sweeteners Aspartame and Acesulfame Potassium |
| A. V. Sobina, E. P. Sobina,
A. Yu. Shimolin | 40 | Development of a Reference Material for Potassium Bromide Composition |
| I. K. Chubchenko, A. V. Larosh,
A. V. Smirnov, A. V. Kolobova | 62 | Development of Reference Materials of Ethanol Isotopic Composition |
| M. V. Bednova, A. V. Strelnikov,
E. V. Shkuleva | 78 | Development of Reference Materials of Specific Electrical Conductivity of Liquids |

MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

- | | | |
|---------------------------------|-----|--|
| K. V. Chekirda, V. V. Miloradov | 91 | Line Standards of Length. Part I. Review of the Current State of the Regulatory and Technical Framework |
| D. S. Zamyatin | 107 | Calibration and Verification Methods for Continuous Weighing Batchers and Conveyor Scales |
| N. V. Shelekhova | 124 | Gas Chromatographic Method for Determination of Mass Concentration of Acrolein in Grain and Fruit Distillates |

ASPECTS OF MAINTAINING THE STATE REGISTER OF TYPE APPROVED REFERENCE MATERIALS

- | | | |
|---------------|-----|---|
| V. V. Suslova | 138 | Data on New Reference Materials Approved |
| V. V. Suslova | 148 | Data on Type Approved Reference Materials the Validity Period of Which Has Been Extended |

IN FORMATION FOR AUTHORS AND READERS

- | | | |
|-----------|-----|----------------|
| Editorial | 161 | Erratum |
|-----------|-----|----------------|

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Научная статья

УДК 006.91:637.07:577.322.9

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-5-20>



Стандартные образцы состава ДНК для метрологического обеспечения идентификации видового состава мясной продукции

М. С. Вонский¹  , А. Л. Рунов¹ , Е. В. Курчакова¹ , С. Б. Горняя¹ ,
А. П. Степанова¹ , Д. В. Хвостов² , М. Ю. Минаев² 

¹ ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева»,
г. Санкт-Петербург, Россия

² ФГБНУ «Федеральный научный центр пищевых систем им. В. М. Горбатова» Российской академии наук,
г. Москва, Россия

 m.s.vonsky@vniim.ru

Аннотация: Мясо и мясная продукция входят в число ключевых элементов питания во всем мире. Однако употребление фальсифицированных мясных продуктов может нанести ущерб здоровью человека, а также нарушить возможные ограничения, связанные с вероисповеданием. Для определения видового состава мясной продукции и измерений содержания примесей применяются методы анализа нуклеиновых кислот, требующие использования стандартных образцов. Утверждение в 2024 году Государственного первичного эталона единицы числа копий последовательности ДНК ГЭТ 220–2024 позволило приступить к разработке стандартных образцов, аттестуемых по отношению числа копий видоспецифических последовательностей ДНК. Были приготовлены и аттестованы стандартные образцы, представляющие растворы смесей геномной ДНК, выделенной из мяса свиньи, курицы и крупного рогатого скота. На основании проведенных испытаний в конце 2024 года были утверждены типы стандартных образцов состава ДНК курицы в матрице ДНК крупного рогатого скота (ГСО 12743-2024 комплект ДНК-*Gallus*-ВНИИМ) и стандартных образцов состава ДНК свиньи в матрице ДНК крупного рогатого скота (ГСО 12744-2024 комплект ДНК-*Sus*-ВНИИМ). Данные стандартные образцы содержания видоспецифической ДНК замещают существующие аналоги стандартных образцов иностранного производства и обеспечивают метрологическую прослеживаемость выполняемых в Российской Федерации измерений в области пищевой промышленности к Государственному первичному эталону единицы числа копий последовательности ДНК ГЭТ 220.

Ключевые слова: стандартные образцы, видовой состав, мясная продукция, видоспецифические последовательности ДНК, отношение числа копий последовательностей ДНК

Принятые сокращения: КККВ – Консультативный комитет по количеству вещества: метрология в химии и биологии; КРС – крупный рогатый скот; МКМВ – Международный комитет мер и весов; ПЦР – полимеразная цепная реакция; РГНА – рабочая группа по анализу нуклеиновых кислот; СО – стандартный образец; GMP – надлежащие производственные практики.

Для цитирования: Стандартные образцы состава ДНК для метрологического обеспечения идентификации видового состава мясной продукции / М. С. Вонский [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2025. Т. 21, № 3. С. 5–20. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-5-20>

Статья поступила в редакцию 03.06.2025; одобрена после рецензирования 25.08.2025; принята к публикации 25.09.2025.

REFERENCE MATERIALS

Research Article

DNA Composition Reference Materials for Metrological Support of Species Identification in Meat Products

Maxim S. Vonsky¹  , Andrei L. Runov¹ , Elena V. Kurchakova¹ ,
Sofiia B. Gorniaia¹ , Anastasiia P. Stepanova¹ , Daniil V. Khvostov² ,
Michail Yu. Minaev² 

¹ D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, St. Petersburg, Russia

² V. M. Gorbатов Federal Scientific Center of Food Systems, Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia

 m.s.vonsky@vniim.ru

Abstract: Meat and meat products are one of the key elements of nutrition worldwide. At the same time, food adulteration is a serious problem for both medical and religious reasons. To determine the species composition of meat products and measure the content of impurities, nucleic acid analysis methods are used, which require application of reference materials. The approval in 2024 of the State primary standard for the DNA sequence copies number GET 220–2024 made it possible to begin development of reference materials certified for the species-specific DNA sequences copy number ratio. Reference materials representing solutions of mixtures of genomic DNA isolated from pork, chicken, and cattle were prepared and certified. Based on the trials conducted, at the end of 2024, the types of RM for chicken DNA composition in a cattle DNA matrix (GSO 12743-2024 DNA-*Gallus*-VNIIM set) and RM for pig DNA composition in a cattle DNA matrix (GSO 12744-2024 DNA-*Sus*-VNIIM set) were approved at the end of 2024. These reference materials of species-specific DNA content replace existing foreign-made RM analogues and ensure the metrological traceability of measurements performed in the Russian Federation in the food industry to the state primary standard GET 220.

Keywords: reference materials, species composition, meat products, species-specific DNA sequences, DNA sequences copy number ratio

Abbreviations used: GMP – Good Manufacturing Practices; RM – Reference Material; NAWG – Nucleic Acid Analysis Working Group; CCQM – Consultative Committee for Amount of Substance: Metrology in Chemistry and Biology; CIPM – International Committee for Weights and Measures; PCR – Polymerase Chain Reaction; Cattle – Large Horned Livestock.

For citation: Vonsky M. S., Runov A. L., Kurchakova E. V., Gorniaia S. B., Stepanova A. P., Khvostov D. V. et al. DNA composition reference materials for metrological support of species identification in meat products. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2025;21(3):5–20. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-5-20>

The article was submitted 03.06.2025; approved after reviewing 25.08.2025; accepted for publication 25.09.2025.

Введение

Мясо и мясная продукция – один из важнейших источников животного белка, что делает мясо и мясную продукцию ключевыми элементами рациона питания во всем мире. Доля животного белка в общем мировом потреблении составляет около 40 % [1, 2], следовательно, по мере увеличения численности населения Земли последует и увеличение объема потребляемого мяса. Высокая стоимость мясной продукции и глобализация рынка продовольствия при совершенствовании технологии глубокой переработки продуктов убоя открывают возможности для подмены состава продукции с целью извлечения финансовой выгоды. Примером того является скандал, разгоревшийся в 2013 г. в странах Европейского Союза, когда в составе однокомпонентной продукции из говядины были обнаружены конина и свинина [3]. Обнаружение ДНК свиньи в шоколадных конфетах Cadbury в Малайзии в 2014 г. [4] получило широкую огласку в СМИ и продемонстрировало важность регулярных проверок пищевой продукции. В отдельных случаях контроль выявлял до 100 % замещения декларированной говядины мясом другого происхождения [3]. Очевидно, что несоответствие маркировки может происходить как вследствие преднамеренных мошеннических действий, так и в результате непреднамеренных случаев перекрестной контаминации в процессе производства и реализации пищевой продукции. Законодательно установленные во многих странах мира требования обязывают производителя информировать потребителей о составе пищевой продукции. Федеральный закон США об инспекции мяса¹ и Регламент Европейского пар-

ламента (ЕС) № 178/2002² не допускают фальсификацию мясных продуктов путем подмены мясом незаявленных видов животных. В Российской Федерации в соответствии с Федеральным законом № 29-ФЗ³ не допускаются в оборот пищевые продукты, которые не соответствуют представленной информации или в отношении которых имеются обоснованные подозрения об их фальсификации.

Системы прослеживаемости пищевой продукции позволяют на каждом этапе производственной цепочки контролировать источник и качество, аутентификация обеспечивает проверку соответствия маркировки действительному составу продукта [5, 6].

Учитывая многогранность проблематики фальсификации мясной продукции, а также ее влияние на экономику, здоровье потребителей и социальную стабильность, актуальность разработки новых методов контроля видового состава мяса в пищевой продукции становится бесспорной [7–9]. В странах Европейского Союза организована система мониторинга мясной продукции, позволяющая выявлять наличие незаявленных ингредиентов. Проведенные в 2013 г. в Великобритании исследования⁴ показали:

– 69 % исследованных образцов состава

² Regulation (EC) № 178/2002 of the European Parliament and of the Council of 28 January 2002 laying down the general principles and requirements of food law, establishing the European Food Safety Authority and laying down procedures in matters of food safety. Available at: <https://eur-lex.europa.eu/eli/reg/2002/178/oj/eng> [Accessed 29 July 2025].

³ О качестве и безопасности пищевых продуктов : Федер. закон Рос. Федерации от 2 января 2000 г. № 29-ФЗ.

⁴ The Guardian. Burger scandal: new tests at factory reveal more horse DNA. Available at: <https://www.theguardian.com/world/2013/jan/18/burger-scandal-tests-horse-dna>. [Accessed 29 July 2025].

¹ Federal Meat Inspection Act. Public Law 90–201. Available at: <https://www.fsis.usda.gov/policy/food-safety-acts/federal-meat-inspection-act> [Accessed 29 July 2025].

мясной продукции не соответствовали заявленным характеристикам;

– 29 % общей доли говядины на производствах составила говядина с незаявленной примесью конины.

Анализ причин присутствия незаявленных компонентов в составе сырья показал: многие случаи были вызваны перекрестной контаминацией продукции за счет несоблюдения надлежащих производственных практик (GMP) на производстве, особенно при смене ассортимента перечня вырабатываемой продукции.

Методы, основанные на применении полимеразной цепной реакции (ПЦР), с начала 2000-х гг. прочно закрепились в арсеналах лабораторий и в настоящее время широко применяются для определения видового состава мяса по выделенной из продукта питания ДНК [10–12]. Утвержденные в 2011 г. методические рекомендации МР 4.2.0019-11⁵ определяют методы качественного подтверждения видовой принадлежности растений, продуктов убоя сельскохозяйственных животных и птицы на основе анализа ДНК методом ПЦР. В отличие от морфологических методов и методов иммуноферментного анализа, метод ПЦР пригоден для анализа продукции, прошедшей термическую обработку [13]. Метод ПЦР в реальном времени был также положен в основу разработанных референтной лабораторией Европейского союза по животным белкам в кормовых продуктах (EURL-AP) протоколов по выявлению видоспецифических последовательностей ДНК жвачных животных⁶, кур⁷ и свиней⁸. Протоколы предписывают

использование в качестве калибраторов для определения порогового цикла сертифицированных стандартных образцов ERM-AD482k⁹, ERM-AD483¹⁰ и ERM-AD484¹¹, представляющих собой наборы растворов рекомбинантных плазмид, в составе которых находятся клонированные специфические последовательности ДНК жвачных животных, свиньи и домашней птицы соответственно. Кроме того, EURL-AP разработаны рекомендации¹² по пересчету результатов измерений отношения числа копий ДНК методом ПЦР в массовые доли: применение рекомендаций рассмотрено на примере продукции, содержащей ГМО, но не ограничено данным примером [14].

В Российской Федерации действует национальный стандарт – ГОСТ Р 70296–2022¹³, устанавливающий применение ПЦР в режиме реального времени для выполнения полуколичественной оценки содержания видоспецифических последовательностей ДНК относительно общей ДНК млекопитающих и птиц. Проведение оценки основано на применении рекомбинантных плазмид, содержащих последовательности из состава видоспецифических генов *Rarres1*, *RPL6*, *Pop1* или *RPS6* и элемента *VE1800*, называемых в статье «калибровочными стандартами» и используемых для построения калибровочного графика. Число копий каждой плазмиды – калибровочного стандарта – рассчитывают, исходя из результатов

www.eurl.craw.eu/wp-content/uploads/2021/09/EURL-AP-SOP-Pig-PCR-V1.0.pdf [Accessed 29 July 2025].

⁹ ERM-AD482k RUMINANT pDNA CALIBRANT. Available at: <https://crm.jrc.ec.europa.eu/p/ERM-AD482k> [Accessed 29 July 2025].

¹⁰ ERM-AD483 PORCINE pDNA CALIBRANT. Available at: <https://crm.jrc.ec.europa.eu/p/erm-AD483> [Accessed 29 July 2025].

¹¹ ERM-AD484k POULTRY pDNA CALIBRANT. Available at: <https://crm.jrc.ec.europa.eu/p/ERM-AD484k> [Accessed 29 July 2025].

¹² EURL Application Note.v:1.0. 11 2019. Use of the harmonised conversion factors to transform PCR results from the DNA copy number ratio domain into the mass fraction domain. Available at: <https://gmo-crl.jrc.ec.europa.eu/doc/Application%20note%20v1.0%20-%20conversion%20factor.pdf> [Accessed 29 July 2025].

¹³ ГОСТ Р 70296–2022 Продукция пищевая. Метод полуколичественной оценки содержания ДНК кур, быка домашнего, свиньи, лошади в мясной продукции, в том числе из мяса птицы.

⁵ Методические рекомендации МР 4.2.0019-11 «Идентификация сырьевого состава мясной продукции» (утв. Федеральной службой по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека 18 апреля 2011 г.).

⁶ EURL-AP Standard Operating Procedure. Detection of ruminant DNA in feed using real-time PCR. Available at: <https://www.eurl.craw.eu/wp-content/uploads/2021/05/EURL-AP-SOP-Ruminant-PCR-V1.3.pdf> [Accessed 29 July 2025].

⁷ EURL-AP Standard Operating Procedure. Detection of poultry (chicken and turkey) DNA in feed using real-time PCR. Available at: <https://www.eurl.craw.eu/wp-content/uploads/2023/03/Poultry-implementation-study-final-version.pdf> [Accessed 29 July 2025].

⁸ EURL-AP Standard Operating Procedure. Detection of pig DNA in feed using real-time PCR. Available at: <https://www.eurl.craw.eu/wp-content/uploads/2021/05/EURL-AP-SOP-Pig-PCR-V1.0.pdf> [Accessed 29 July 2025].

измерений массовой концентрации плазмидной ДНК на спектрофотометре или флуориметре. Документ не содержит показателей точности выполняемой полуколичественной оценки, при этом применение оптических методов для приписывания значения калибровочным стандартам может вносить значительный вклад в погрешность получаемых результатов [15].

Применение методов анализа нуклеиновых кислот для идентификации видовой принадлежности и определения видового состава мяса находится в фокусе внимания Рабочей группы по анализу нуклеиновых кислот Консультативного комитета по количеству вещества (метрология в химии и биологии) (РГНА КККВ) Международного комитета мер и весов (МКМВ) [16]. Возможности национальных метрологических институтов в части определения видоспецифического состава мяса и измерений отношения числа копий видоспецифических последовательностей ДНК были продемонстрированы в ключевых сличениях КККВ МКМВ CCQM-K86.d¹⁴ и параллельных пилотных сличениях CCQM-P113.5¹⁵. В пилотных сличениях CCQM-P231¹⁶ перед участниками была поставлена задача идентификации видов животных и птицы и определения отношения числа копий видоспецифических последовательностей ДНК в составе образцов, имитирующих мясную продукцию, прошедшую глубокую термическую обработку¹⁷. Предварительные результаты сличений продемонстрировали возможности применения цифровой ПЦР и метода массового параллельного

секвенирования не только для измерений отношения числа копий видоспецифических последовательностей ДНК, выделенной из матрицы с высоким содержанием белка, но также для количественного анализа видового состава мяса и определения массовой доли примеси по результатам анализа ДНК.

Успешное участие ВНИИМ им. Д. И. Менделеева в ключевых (CCQM-K86.d) и пилотных (CCQM-P231) сличениях КККВ МКМВ и последующее утверждение в 2024 г. Государственного первичного эталона единицы числа копий последовательности ДНК ГЭТ 220–2024¹⁸ позволило приступить к разработке стандартных образцов (СО), аттестуемых по отношению числа копий видоспецифических последовательностей ДНК.

Целью описанной в настоящей статье работы являлась разработка СО состава ДНК, предназначенных для метрологического обеспечения измерений содержания примесей ДНК курицы (*Gallus gallus*) и свиньи (*Sus scrofa*) в ДНК крупного рогатого скота (домашнего быка – *Bos taurus*) методами, основанными на применении ПЦР.

В рамках работы решены задачи:

- получения препаратов геномной ДНК курицы, свиньи и крупного рогатого скота (домашнего быка);
- подтверждения их видоспецифического состава и отсутствия примесей ДНК других видов;
- измерений концентрации копий видоспецифических последовательностей ДНК;
- приготовления и испытания в целях утверждения типа (а) СО состава ДНК курицы в матрице ДНК крупного рогатого скота; (б) СО состава ДНК свиньи в матрице ДНК крупного рогатого скота.

Одновременно изучена и доказана их применимость для проведения калибровки ПЦР в реальном времени.

Материалы и методы

В работе использованы образцы мяса, полученные во время убоя животных и их ветеринарно-санитарной экспертизы:

¹⁴ CCQM-K86.d Relative quantification of genomic DNA fragments extracted from protein rich matrix. Pilot institute National Institute of Metrology (Thailand). Available at: <https://publications.jrc.ec.europa.eu/repository/handle/JRC56358> [Accessed 29 July 2025].

¹⁵ CCQM-K86.d. Relative quantification of genomic DNA fragments extracted from protein rich matrix. Available at: <https://www.bipm.org/kcdb/comparison?id=1762> [Accessed 29 July 2025].

¹⁶ CCQM-P231: Species specific meat composition determination of DNA extracted from meat. Pilot institute National Institute of Metrology (Thailand). Available at: <https://conferences.ptb.de/event/3/attachments/package> [Accessed 29 July 2025].

¹⁷ Report from the CCQM Nucleic Analysis Working Group for the period (April 2024–25). Available in: www.bipm.org [Accessed 29 July 2025].

¹⁸ ГЭТ 220–2024 Государственный первичный эталон единицы числа копий последовательности ДНК.

- свиньи по ГОСТ 31476–2012 и ГОСТ 31778–2012¹⁹;
- КРС (быка) по ГОСТ 34120–2017 и ГОСТ 31797–2012²⁰;
- кур по ГОСТ 18292–2012, ГОСТ 31936–2012 и ГОСТ 31962–2013²¹.

После удаления жира, фасций, сосудов и кожи мясо измельчали и гомогенизировали последовательно на волчке с диаметром решетки 6 мм Hurakan HKN-12SC (Китай) и на ножевой мельнице GRINDOMIX GM 200 (Retsch, Хаан, Германия). Гомогенизированное мясо переносили в стерильные пакеты, замораживали при температуре –85 °С в течение суток и проводили лиофилизацию в течение 72 часов при глубине вакуума 0,47 мбар и температуре конденсатора –28 °С, используя лабораторную лиофильную сушилку Alpha 1–2 LD plus (Martin Christ, Osterode am Harz Germany). По окончании сушки до влажности не более 5% мясные пластины измельчали вручную и затем на ножевой мельнице GRINDOMIX GM 200 (Retsch, Хаан, Германия). Полученный материал использовали для выделения ДНК.

Выделение геномной ДНК проводили с использованием цетилтриметиламмония бромида модифицированным методом Stefanova et al. [17]. Чистоту и концентрацию выделенной ДНК оценивали спектрофотометрически на приборе BioSpec-nano (Shimadzu, Япония). Концентрацию двуцепочечной ДНК определяли по относительному поглощению раствора на длине волны 260 нм. Чистоту ДНК оценивали по соотношению относительного поглощения раствора на длинах волн: 260 и 280 нм; 260 и 230 нм. Несмотря на то, что данный метод определения чистоты

и концентрации ДНК широко используется в практике, он не позволяет провести измерения концентрации копий последовательности ДНК, не обладает достаточной чувствительностью и специфичностью и может быть использован только для оценки, но не для измерений [18].

Подтверждение видового состава полученных биологических материалов и измерения отношения числа копий видоспецифических последовательностей ДНК проводили с использованием аналитического оборудования из состава ГЭТ 220–2024 методом цифровой капельной ПЦР (цкПЦР) по методикам, включенным в комплект документации эталона. При проведении цкПЦР весь объем реакционной смеси разделяется на микрообъемы – капли, в каждой из которых создаются условия для прохождения независимой ПЦР с флуоресцентной детекцией наличия или отсутствия целевого продукта по конечной точке [19]. При прохождении капель через проточный флуориметр происходит детектирование флуоресцентного сигнала и разделение капель на два массива:

- «позитивные» капли, в которых прошла ПЦР и генерируется флуоресцентный сигнал;
- «негативные» капли с фоновым уровнем флуоресценции.

Концентрацию копий последовательности в образце рассчитывают на основе доли позитивных капель в общем количестве реакционных микрообъемов с помощью распределения Пуассона [20].

В работе использовали праймеры и зонды:

- 1) рекомендованные следующими стандартами²²:

– ISO/TS20224–1:2020 (последовательность из состава гена β-актина крупного рогатого скота, GeneBank AC: EN170825.1);

¹⁹ ГОСТ 31476–2012 Свиньи для убоя. Свинина в тушах и полутушах. Технические условия. ГОСТ 31778–2012 Мясо. Разделка свинины на отрубы. Технические условия.

²⁰ ГОСТ 34120–2017 Крупный рогатый скот для убоя. Говядина и телятина в тушах, полутушах и четвертинах. Технические условия. ГОСТ 31797–2012 Мясо. Разделка говядины на отрубы. Технические условия.

²¹ ГОСТ 18292–2012 Птица сельскохозяйственная для убоя. Технические условия. ГОСТ 31936–2012 Полуфабрикаты из мяса и пищевых субпродуктов птицы. Общие технические условия. ГОСТ 31962–2013 Мясо кур (тушки кур, цыплят, цыплят-бройлеров и их части). Технические условия.

²² ISO/TS20224–1:2020 Molecular biomarker analysis – Detection of animal-derived materials in foodstuffs and feedstuffs by real-time PCR. Part 1: Bovine DNA detection method. ISO/TS20224–3:2020 Molecular biomarker analysis – Detection of animal-derived materials in foodstuffs and feedstuffs by real-time PCR. Part 3: Porcine DNA detection method. ISO/TS20224–4:2020 Molecular biomarker analysis – Detection of animal-derived materials in foodstuffs and feedstuffs by real-time PCR. Part 4: Chicken DNA detection method.

– ISO/TS20224–3:2020 (последовательность из состава гена β -актина свиньи, GeneBank AC: DQ452569.1);

– ISO/TS20224–4:2020 (последовательность из состава гена TGF- β 3 курицы, GeneBank AC: AY685072.1);

2) описанные в статье [11] (последовательность из состава гена миостатина свиньи, общая для последовательностей генов миостатина животных и птиц, GeneBank AC: AY208121, Q71118).

Последовательности использованных в работе праймеров и зондов приведены в табл. 1. Наборы в составе фланкирующих праймеров и зонда предназначены для измерений концентрации копий последовательности общего для животных (млекопитающих и птиц) гена миостатина, концентрации копий видоспецифических последовательностей из состава генов β -актина свиньи, TGF- β 3 курицы и β -актина КРС соответственно.

Синтез праймеров и зондов был проведен ООО «Синтол» (Россия). В результате анализа подтвержден видовой состав полученных биологических материалов мяса кур-бройлеров,

свиней и КРС. После подтверждения видового состава материала крупного рогатого скота с использованием праймеров и зондов для амплификации последовательности в составе гена β -актина КРС провели измерения концентрации копий гаплоидных геномов животной ДНК в образцах при помощи праймеров и зондов для амплификации последовательности из состава гена миостатина, общего для животных и птиц. Распределение продуктов цкПЦР по интенсивности флуоресцентного сигнала для последовательностей в составе гена β -актина КРС, гена β -актина свиньи, гена TGF- β 3 курицы и гена миостатина, общего для животных и птиц, проиллюстрировано на рис. 1.

Исследование стабильности материалов-кандидатов СО проводили по методу ускоренного старения с учетом требований Руководства ГОСТ ISO Guide 35-2015, РМГ 93-2015²³.

²³ ГОСТ ISO Guide 35–2015. Стандартные образцы. Общие и статистические принципы сертификации (аттестации). РМГ 93–2015 «Государственная система обеспечения единства измерений. Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов».

Таблица 1. Последовательности праймеров и зондов
Table 1. Primers and probes sequences

Ген/последовательность	Последовательность нуклеотидов праймеров/зонда	Размер ампликона (пар нуклеотидов)
Миостатин AC: AY208121.1 84309-84405	5'-TTGTGCAAATCCTGAGACTCAT-3' 5'-ATACCAGTGCCTGGGTTCAT-3' 5'-[HEX]-CCCATGAAAGACGGTACAAGGTATACTG-[BHQ1]-3'	97
β -Актин свиньи AC: DQ452569.1 335-431	5'-CGTAGGTGCACAGTAGGTCTGAC-3' 5'-GGCCAGACTGGGGACATG-3' 5'-[FAM]-CCAGGTCGGGGAGTC-[NFQ-MGB]-3'	97
TGF- β 3 курицы AC: AY685072.1 313-389	5'-CAGCTGGCCTGCCGGC-3' 5'-GCCCAGTGGAATGTGGTATTCA-3' 5'-[FAM]-TGCCACTCCTCTGCACCCAGTGC-[TAMRA]-3'	77
β -Актин КРС AC: EH170825.1 19-80	5'-GGCCTCGGAGTGTGTATTTCAG-3' 5'-GCCCCAGAATGAGGTTCACTT-3' 5'-[FAM]-AGGTGCACAGTACGTTC-[NFQ-MGB]-3'	62

Таблица составлена авторами / The table is prepared by the authors

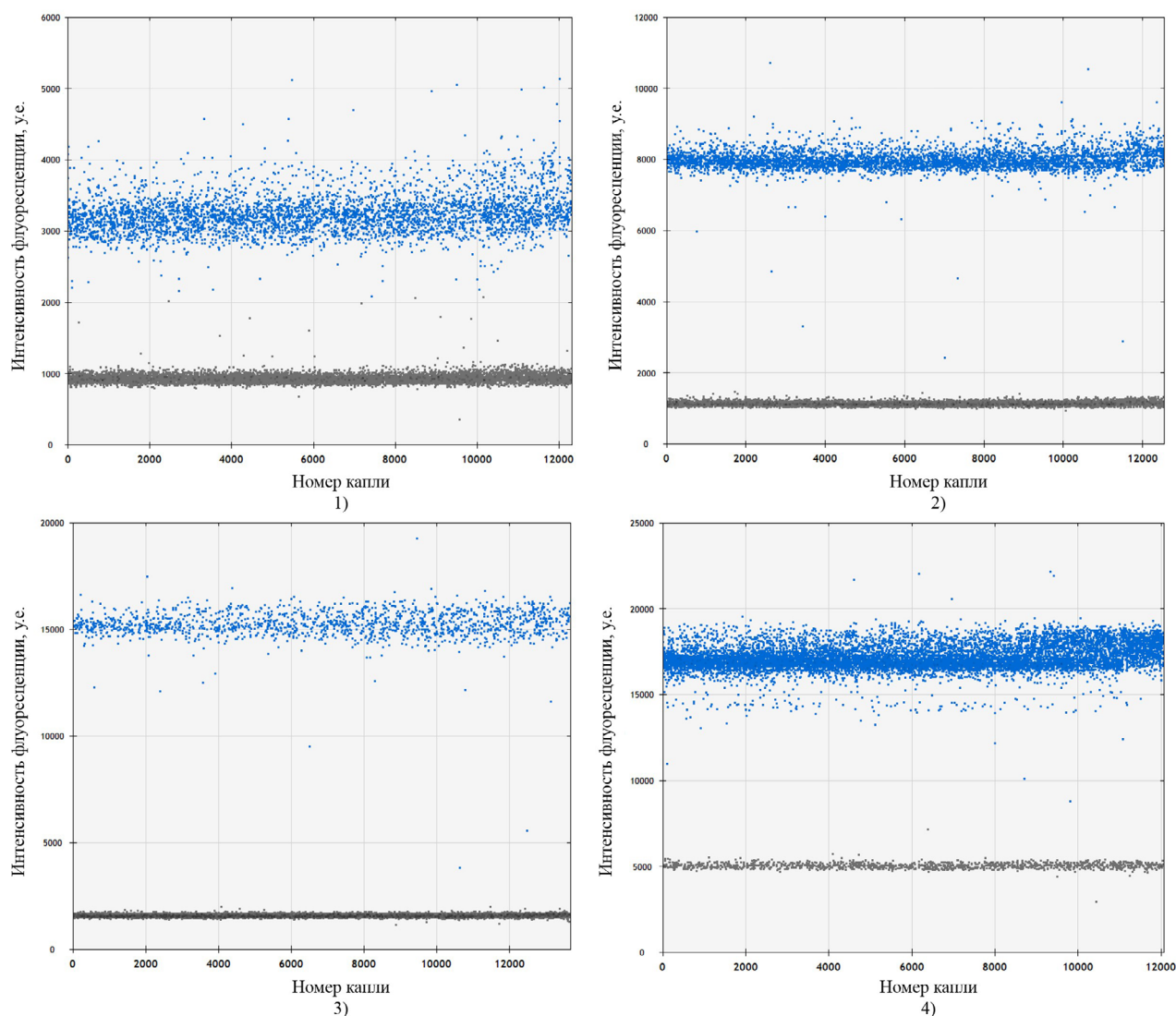


Рисунок подготовлен авторами / The figure is prepared by the authors

Рис. 1. Распределение продуктов цкПЦР по интенсивности флуоресцентного сигнала для последовательностей в составе: 1) гена β -актина КРС; 2) гена β -актина свиньи; 3) гена TGF- β 3 курицы; 4) гена миостатина

Fig. 1. Distribution of ddPCR products by fluorescence signal intensity for sequences within: 1) bovine β -actin gene; 2) porcine β -actin gene; 3) chicken TGF- β 3 gene; 4) myostatin gene

Результаты и обсуждение

Основным методом измерений содержания копий последовательности ДНК в аналитической лаборатории является количественный ПЦР в реальном времени. Данный метод требует использования калибраторов, содержащих известное число копий измеряемой последовательности. Отсутствие калибраторов, аттестованных по содержанию видоспецифических последовательностей ДНК курицы и свиньи,

не позволяло нормировать по данному показателю содержание примесей их мяса в мясной продукции. Требования к метрологическим характеристикам разработанных типов СО (табл. 2 и 3) были определены исходя из потребностей лабораторий контроля качества пищевого сырья и пищевой продукции.

СО представляют собой растворы, содержащие ДНК курицы и крупного рогатого скота, ДНК свиньи и крупного рогатого скота

Таблица 2. Нормируемые метрологические характеристики СО состава ДНК курицы в матрице ДНК крупного рогатого скота (комплект ДНК-*Gallus*-ВНИИМ)

Table 2. Standardized metrological characteristics of the reference material of chicken DNA composition in cattle DNA matrix (DNA-*Gallus*-VNIIM set)

Индекс СО	Аттестуемая характеристика	Интервал допускаемых аттестованных значений	Допускаемые значения относительной расширенной неопределенности аттестованного значения СО ($k=2$, $P=0,95$), U, %
ДНК- <i>Gallus</i> -ВНИИМ-0,1	Отношение числа копий видоспецифической последовательности ДНК курицы (<i>Gallus gallus</i>) к числу копий последовательности общего для животной ДНК гена миостатина	от 0,000 9 до 0,001 1 (от 0,09 до 0,11 %)	от 53 до 21
ДНК- <i>Gallus</i> -ВНИИМ-0,5		от 0,004 5 до 0,005 5 (от 0,45 до 0,55 %)	от 53 до 21
ДНК- <i>Gallus</i> -ВНИИМ-5		от 0,045 до 0,055 (от 4,5 до 5,5 %)	от 12 до 11

Таблица составлена авторами / The table is prepared by the authors

Таблица 3. Нормируемые метрологические характеристики СО состава ДНК свиньи в матрице ДНК крупного рогатого скота (комплект ДНК-*Sus*-ВНИИМ)

Table 3. Standardized metrological characteristics of the reference material of pig DNA composition in the cattle DNA matrix (DNA-*Sus*-VNIIM set)

Индекс СО	Аттестованная характеристика СО	Интервал допускаемых аттестованных значений	Допускаемые значения относительной расширенной неопределенности аттестованного значения СО ($k=2$, $P=0,95$), U, %
ДНК- <i>Sus</i> -ВНИИМ-0,1	Отношение числа копий видоспецифической последовательности ДНК свиньи (<i>Sus scrofa</i>) к числу копий последовательности общего для животной ДНК гена миостатина	от 0,000 9 до 0,001 1 (от 0,09 до 0,11 %)	от 53 до 21
ДНК- <i>Sus</i> -ВНИИМ-1		от 0,009 до 0,011 (от 0,9 до 1,1 %)	от 53 до 21
ДНК- <i>Sus</i> -ВНИИМ-5		от 0,045 до 0,055 (от 4,5 до 5,5 %)	от 12 до 11

Таблица составлена авторами / The table is prepared by the authors

в буфере TE (10 мМ Трис-НСl, 1 мМ ЭДТА, рН 8), расфасованные в полипропиленовые пробирки номинальным объемом 0,5 см³ с закручивающимися крышками, снабженные этикетками. Объем материала СО в каждой пробирке составляет не менее 0,2 см³. Каждый комплект включает 3 экземпляра СО. Первая партия произведенных стандартных образцов включала 20 комплектов ДНК-*Gallus*-ВНИИМ и 20 комплектов ДНК-*Sus*-ВНИИМ. Для аттестации от каждой партии случайным образом было отобрано по 8 экземпляров СО:

- 3 экземпляра для исследования метрологических характеристик СО;
- 3 экземпляра для исследования стабильности;
- 2 экземпляра для исследования технических характеристик.

Аттестованные значения СО были установлены методом прямых измерений на ГЭТ 220–2024 с применением входящих в комплект документации эталона методик после разбавления материала СО до значений величин из рабочего диапазона ГПЭ. Расчет относительной расширенной неопределенности

аттестованного значения СО проводили по формуле

$$U = k \cdot \sqrt{u_{\text{ГПЭ}}^2 + u_{\text{ТП}}^2 + u_{\text{стаб}}^2 + u_{\text{СКО}}^2}, \quad (1)$$

где $u_{\text{ГПЭ}}$ – относительная стандартная неопределенность ГПЭ; $u_{\text{ТП}}$ – относительная стандартная неопределенность, обусловленная процедурой приготовления СО; $u_{\text{стаб}}$ – относительная стандартная неопределенность, обусловленная нестабильностью СО; $u_{\text{СКО}}$ – относительная неопределенность, обусловленная стандартным отклонением при аттестации СО (межэкземплярная неоднородность); k – коэффициент охвата, равный 2, при $P=0,95$.

Вклады относительной стандартной неопределенности ГПЭ $u_{\text{ГПЭ}}$ приведены ниже в табл. 5 и 6.

Относительная стандартная неопределенность, обусловленная процедурой приготовления СО $u_{\text{ТП}}$, связана с разбавлением материала СО. При использовании автоматических дозаторов, указанных в методике приготовления, вклад данной составляющей не превышает 3 %.

Согласно ГОСТ ISO Guide 35–2015, допускается не проводить исследование неоднородности для СО, материал которых является истинным раствором, в связи с чем оценка внутриэкземплярной неоднородности не проводилась. Вклад межэкземплярной неоднородности учтен как $u_{\text{СКО}}$.

Стабильность СО определяли каждые 5 дней в течение 30 дней путем измерений отношения числа копий видоспецифической последовательности ДНК к числу копий последовательности общего для животной ДНК гена в СО, хранящемся при температуре хранения (ниже -15°C) и в СО, хранящемся при повышенной температуре ($+15^\circ\text{C}$).

Время исследования стабильности τ рассчитывали исходя из указанных температурных условий и предполагаемого срока хранения (8 месяцев, 240 дней) по формуле

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

где τ – время исследования стабильности (в днях); T – предполагаемый срок годности экземпляров СО; t_1, t_0 – температура хранения

материала СО и температура хранения СО при ускоренном старении.

Оценку стандартной неопределенности от нестабильности $u_{\text{стаб}}$ и проверку гипотезы об отсутствии тренда в течение срока годности выполняли согласно разделу 5 РМГ 93-2015. Отсутствие тренда определяли по t -критерию Стьюдента. Результаты исследования стабильности приведены в табл. 4.

Приведенные данные свидетельствуют о стабильности СО при температуре ниже -5°C в течение 8 месяцев.

Аттестованные значения СО и бюджет неопределенности приведены в табл. 5 и 6.

Разработанные СО внесены в Государственный реестр утвержденных типов стандартных образцов Российской Федерации под номерами ГСО 12743-2024 (комплект ДНК-*Gallus*-ВНИИМ) и ГСО 12744-2024 (комплект ДНК-*Sus*-ВНИИМ).

СО предназначены для хранения и передачи единицы «отношение числа копий последовательностей ДНК» при измерениях отношения числа копий видоспецифической последовательности ДНК курицы (*Gallus gallus*) и ДНК свиньи (*Sus scrofa*) к числу копий последовательности общего для животной ДНК гена миостатина от ГЭТ 220 средствами измерений, в качестве которого, в первую очередь, выступает оборудование для проведения ПЦР в реальном времени.

С целью апробации применения СО для построения калибровочного графика для ПЦР в реальном времени были поставлены реакции в 3-кратной повторности с системами праймеры/зонд для амплификации последовательностей из состава генов миостатина и TGF- $\beta 3$ курицы и генов миостатина и β -актина свиньи. Режим ПЦР в реальном времени включал этап 95°C 10 минут и 45 циклов в режиме плавления при 95°C 15 секунд и элонгации при 62°C 45 секунд на термоциклере CFX96 C1000 Touch (BioRad). На рис. 2 представлены в графической форме полученные результаты амплификации видоспецифической последовательности из состава гена TGF- $\beta 3$ курицы и последовательности из состава гена миостатина.

На рис. 3 представлен калибровочный график, который может быть использован для

Таблица 4. Результаты исследования стабильности
Table 4. Stability study results

Индекс СО	<i>t</i> -критерий Стьюдента (0,95; 7)	Расчетное значение <i>t</i>	Вывод об наличии тренда	Относительная неопреде- ленность от нестабильности за 8 месяцев, <i>u</i> _{стаб} %
ДНК- <i>Gallus</i> - ВНИИМ-0,1	2,365	1,340	отсутствует	5,1
ДНК- <i>Gallus</i> - ВНИИМ-0,5		1,058	отсутствует	5,2
ДНК- <i>Gallus</i> - ВНИИМ-5		0,543	отсутствует	2,4
ДНК- <i>Sus</i> - ВНИИМ-0,1		0,162	отсутствует	6,0
ДНК- <i>Sus</i> - ВНИИМ-1		0,739	отсутствует	4,5
ДНК- <i>Sus</i> - ВНИИМ-5		1,933	отсутствует	3,4

Таблица составлена авторами / The table is prepared by the authors

Таблица 5. Бюджет неопределенности и аттестованные значения отношения числа ко-
пий видоспецифической последовательности ДНК курицы (*Gallus gallus*) к числу ко-
пий последовательности общего для животной ДНК гена миостатина в ГСО 12743-2024,
партия № 244/001-2025
Table 5. Uncertainty budget and certified values of the copy number ratio of the chicken (*Gallus
gallus*) species-specific DNA sequence to the common to animal DNA of the myostatin gene
sequence in GSO 12743-2024, batch № 244/001-2025

Индекс СО в комплекте	Аттестованное значение	<i>u</i> _{ГПЭ} , %	<i>u</i> _{СКО} , %	<i>u</i> _{стаб} , %	<i>u</i> _{ТП} , %	<i>U</i> _о (<i>k</i> =2, <i>P</i> =0,95), %
ДНК- <i>Gallus</i> -ВНИИМ-5	0,050 3	2,9	2,2	2,4	3,0	10,6
ДНК- <i>Gallus</i> -ВНИИМ-0,5	0,004 9	8,7	2,7	5,2	3,0	21,8
ДНК- <i>Gallus</i> -ВНИИМ-0,1	0,001 01	13,0	2,9	5,1	3,0	29,2

Таблица составлена авторами / The table is prepared by the authors

пересчета результатов ПЦР в реальном вре-
мени – разнице в пороговых циклах, ΔCt – в от-
ношение числа копий видоспецифической по-
следовательности ДНК курицы к числу копий
последовательности общего для животной ДНК
гена миостатина.
Значение коэффициента достоверности ап-
проксимации калибровочного графика линей-
ной зависимостью R² составляет 0,99, что по-
казывает применимость разработанных СО

в качестве калибраторов для количественной
ПЦР в реальном времени. Аналогичные резуль-
таты получены при построении калибровочно-
го графика для генов миостатина и β-актина
свиньи.
Поскольку материал СО представляет
полноразмерную геномную ДНК, он явля-
ется полностью коммутативным с препара-
тами ДНК, выделенными из мясной продук-
ции. Это выгодно отличает разработанные

Таблица 6. Бюджет неопределенности и аттестованные значения отношения числа копий видоспецифической последовательности ДНК свиньи (*Sus scrofa*) к числу копий последовательности общего для животной ДНК гена миостатина в ГСО 12744-2024, партия № 244/001-2025

Table 6. Uncertainty budget and certified values of the copy number ratio of the pig (*Sus scrofa*) species-specific DNA sequence to the common to animal DNA of the myostatin gene sequence in GSO 12744-2024, batch № 244/001-2025

Индекс СО в комплекте	Аттестованное значение	$u_{ГПЭ}$, %	$u_{СКО}$, %	$u_{стаб}$, %	$u_{тип}$, %	$U_o (k=2, P=0,95)$, %
ДНК- <i>Sus</i> -ВНИИМ-5	0,050 9	2,9	2,5	3,4	3,0	11,9
ДНК- <i>Sus</i> -ВНИИМ-1	0,010 1	8,8	2,3	4,5	3,0	21,1
ДНК- <i>Sus</i> -ВНИИМ-0,1	0,001 02	13,0	2,5	6,0	3,0	29,7

Таблица составлена авторами / The table is prepared by the authors

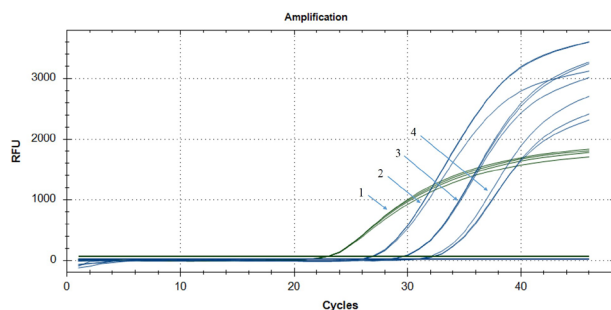


Рисунок подготовлен авторами / The figure is prepared by the authors

Рис. 2. Кривые амплификации методом ПЦР в реальном времени последовательностей в составе: 1) гена миостатина для всех образцов из комплекта ДНК-*Gallus*-ВНИИМ; 2) гена TGF- β 3 курицы, образец ДНК-*Gallus*-ВНИИМ-5; 3) гена TGF- β 3 курицы, образец ДНК-*Gallus*-ВНИИМ-0,5; 4) гена TGF- β 3 курицы, образец ДНК-*Gallus*-ВНИИМ-0,1

Fig. 2. Real-time PCR amplification curves for sequences within: 1) myostatin gene for all samples from the *Gallus*-VNIIM DNA set; 2) TGF gene- β 3 chickens, *Gallus*-VNIIM DNA sample-5; 3) TGF gene- β 3 chickens, *Gallus*-VNIIM DNA sample-0.5; 4) TGF gene- β 3 chickens, DNA sample-*Gallus*-VNIIM-0,1

СО от существующих сертифицированных СО производства Объединенного исследовательского центра Европейского Союза (JRC) ERM®-AD483 и ERM®-AD484, представляющих рекомбинантные плазмиды, в составе которой клонированы фрагменты ДНК свиньи и курицы, содержащие видоспецифические последовательности. В Российской Федерации аналоги разработанным СО отсутствуют.

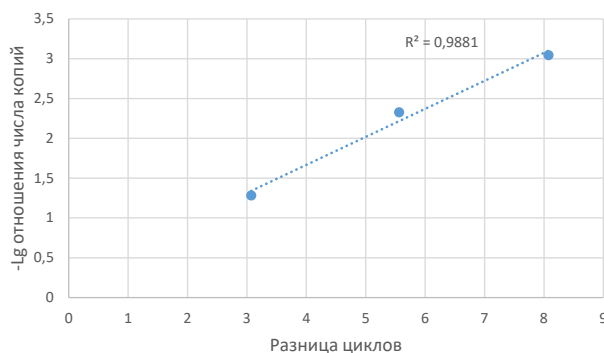


Рисунок подготовлен авторами / The figure is prepared by the authors

Рис. 3. Калибровочный график для пересчета результатов ПЦР в реальном времени в отношение числа копий видоспецифической последовательности ДНК курицы к числу копий последовательности общего для животной ДНК гена миостатина

Fig. 3. Calibration curve for converting real-time PCR results to the ratio of copies of a chicken-specific DNA sequence to copies of the myostatin gene common to animal DNA

Заключение

В результате проведенных работ были разработаны СО состава ДНК курицы в матрице ДНК крупного рогатого скота и СО состава ДНК свиньи в матрице ДНК крупного рогатого скота с аттестованной характеристикой – отношением числа копий видоспецифических последовательностей ДНК. Типы СО утверждены приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 20.11.2024 № 2730 и внесены в Государственный реестр

утвержденных типов стандартных образцов под номерами ГСО 12743-2024 (комплект ДНК-*Gallus*-ВНИИМ) и ГСО 12744-2024 (комплект ДНК-*Sus*-ВНИИМ), срок свидетельства – до 20.11.2029. Прослеживаемость аттестованного значения СО к единице «отношение числа копий последовательности ДНК», воспроизводимой ГЭТ 220, обеспечена проведением прямых измерений на ГЭТ 220. Данные СО являются первыми в Российской Федерации СО, охарактеризованными по содержанию видоспецифических последовательностей ДНК животных. В перспективе предприятия пищевой промышленности заинтересованы в разработке новых подобных СО, позволяющих выявлять и оценивать содержание незаявленных примесей мяса животных в пищевой продукции.

Использование при создании СО геномных ДНК, выделенных из мяса животных и птицы, обеспечивает коммутативность материала СО с препаратами ДНК, выделяемыми в аналитических лабораториях из образцов продуктов питания или кормов с целью идентификации видового состава методами ПЦР в реальном времени. Применение разработанных СО в качестве калибраторов позволит:

- перейти от полуколичественных оценок к измерениям содержания видоспецифических последовательностей ДНК при анализе пищевой продукции и кормов;
- обеспечить метрологическую прослеживаемость;
- повысить точность результатов измерений, выполняемых в лабораториях пищевой промышленности и санитарного контроля.

Благодарности: Авторы выражают благодарность сотрудникам научно-исследовательского отдела государственных эталонов и стандартных образцов в области биоаналитических и медицинских измерений ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», принимавшим участие в исследованиях.

Acknowledgments: The authors express their gratitude to the team members of the Research Department of State Standards and Reference Materials in the Field of Bioanalytical and Medical Measurements of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM) who took part in the research.

Вклад соавторов: Все авторы внесли свой вклад в концепцию и дизайн исследования. Вонский М. С. – концептуализация, методология, руководство исследованием, создание черновика рукописи, создание рукописи и ее редактирование; Рунов А. Л. – методология, проведение исследования, валидация, формальный анализ, создание черновика рукописи; Курчакова Е. В. – проведение исследования, валидация; Горняя С. Б. – проведение исследования, визуализация; Степанова А. П. – проведение исследования, визуализация; Хвостов Д. В. – предоставление материалов для исследования, создание черновика рукописи; Минаев М. Ю. – предоставление материалов для исследования, создание рукописи и ее редактирование.

Acknowledgments: All authors contributed to the concept and design of the study. Vonsky M. S. – conceptualization, methodology, supervision, writing-original draft, review end editing; Runov A. L. – methodology, investigation, validation, formal analysis, writing-original draft; Kurchakova E. V. – investigation, validation; Gornaya S. B. – investigation, visualization; Stepanova A. P. – investigation, visualization; Khvostov D. V. – resources, writing-original draft; Minaev M. Yu. – resources, writing-review end editing.

Финансирование: Работа выполнена в рамках 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 Government Contract No. 120-38/2023 dated 17.05.2023 for the implementation of experimental design work on the topic «Development and production of new complexes of reference standards and measures to ensure the uniformity of measurements in the priority areas for the purposes of securing technological sovereignty of the Russian Federation» (code of the Development Work “SUVERENITET”).

Конфликт интересов: Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

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

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Lysine supply is a critical factor in achieving sustainable global protein economy / I. Leinonen [et al.] // *Frontiers in Sustainable Food Systems*. 2019. Vol. 3, № 27. P. 1–11. <https://doi.org/10.3389/fsufs.2019.00027>
2. Lynch H., Berardy A., Wharton C. Food production and dietary patterns // *Environmental Nutrition*. 2019. Ch. 6. P. 101–122. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-811660-9.00006-0>
3. Kerschke-Risch P. K. The horsemeat scandal: the unknown victims of economically motivated crime // *Revista de Victimol*. 2017. Vol. 5. P. 63–84. <https://doi.org/10.12827/RVJV.5.03>
4. Overview of the halal food control system in Malaysia / A. N. Ahmad [et al.] // *Food Control*. 2018. Vol. 90. P. 352–363. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2018.02.035>
5. Nanotechnology and taggant technology in forensic science / P. V. Bhatt [et al.] // Rawtani D., Hussain Ch. M. eds. *Technology in Forensic Science*. Boschstr : WILEY-VCH GmbH, 2020. P. 279–301. <https://doi.org/10.1002/9783527827688.ch14>
6. Roux C., Weyermann C. From research integrity to research relevance to advance forensic science // *Forensic Sciences Research*. 2021. Vol. 6, № 4. P. 292–294. <https://doi.org/10.1080/20961790.2021.1977480>
7. Identification of pork adulteration in processed meat products using the developed mitochondrial DNA-Based Primers / J. Ha [et al.] // *Korean Journal for Food Science of Animal Resources*. 2017. Vol. 37, № 3. P. 464–468. <https://www.researchgate.net/publication/318727877>
8. Authentication technologies using DNA-based approaches for meats and halal meats determination / A. F. El Sheikh [et al.] // *Food Biotechnology*. 2017. Vol. 31, № 4. P. 281–315. <https://doi.org/10.1080/08905436.2017.1369886>
9. Burns M., Nixon G. Validation of two real-time PCR approaches for the relative quantitation of pork and horse DNA in food samples // *Food and Nutrition Sciences*. 2022. Vol. 13, № 4. P. 387–403. <https://doi.org/10.4236/fns.2022.134029>
10. Köppel R., Ruf J., Rentsch J. Multiplex real-time PCR for the detection and quantification of DNA from beef, pork, horse and sheep // *European Food Research and Technology*. 2011. Vol. 232, № 1. P. 151–155.
11. Methods for the detection of beef and pork in foods using real-time polymerase chain reaction / I. Laube [et al.] // *International Journal of Food Science & Technology*. 2003. Vol. 38. P. 111–118. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2621.2003.00651.x>
12. Digital duplex versus real-time PCR for the determination of meat proportions from sausages containing pork and beef / R. Köppel [et al.] // *European Food Research and Technology*. 2019. Vol. 245. P. 151–157. <https://doi.org/10.1007/s00217-018-3147-8>
13. Определение лимитирующих факторов ПЦР метода видовой идентификации состава продукции / Т. А. Фомина [и др.] // *Все о мясе*. 2019. № 6. С. 48–51. <https://doi.org/10.21323/2071-2499-2019-6-48-51>
14. Guidance documents. CRMs and conversion factors // European Union Reference Laboratory for Genetically Modified Food and Feed (EURL GMFF). URL: gmo-crl.jrc.ec.europa.eu/guidance-documents#inline-nav-3 (Accessed 27.05.2025).
15. Балановский О. П., Кагазежева Ж. А., Олькова М. В. Методы измерения концентрации ДНК: совпадение относительных величин и различия абсолютных // *Вестник РГМУ*. 2019. № 3. С. 27–33. <https://doi.org/10.24075/vrgmu.2019.043>
16. Metrological framework to support accurate, reliable, and reproducible nucleic acid measurements / M. Milavec [et al.] // *Analytical and Bioanalytical Chemistry*. 2022. № 414. P. 791–806. <https://doi.org/10.1007/s00216-021-03712-x>
17. Modified CTAB method for DNA extraction from soybean and meat products / P. Stefanova [et al.] // *Biotechnology & Biotechnological Equipment*. 2013. Vol. 27, № 3. P. 3803–3810. <https://doi.org/10.5504/BBEQ.2013.0026>
18. Viljoen C. D., Booysen C., Tantuan S. S. The suitability of using spectrophotometry to determine the concentration and purity of DNA extracted from processed food matrices // *Journal of Food Composition and Analysis*. 2022. Vol. 112. P. 104689. <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2022.104689>
19. Droplet digital PCR of viral DNA/RNA, current progress, challenges, and future perspectives / A. A. Kojabad [et al.] // *Journal of Medical Virology*. 2021. Vol. 93, № 7. P. 4182–4197. <https://doi.org/10.1002/jmv.26846>. Erratum in: *Journal of Medical Virology*. 2024. Vol. 96, № 5. P. e29632.
20. DNA copy number concentration measured by digital and droplet digital quantitative PCR using certified reference materials / P. Corbisier [et al.] // *Analytical and Bioanalytical Chemistry*. 2015. Vol. 407, № 7. P. 1831–1840. <https://doi.org/10.1007/s00216-015-8458-z>

REFERENCES

1. Leinonen I., Iannetta P. P. M., Rees B., Russell W., Watson Ch., Barnes A. P. Lysine supply is a critical factor in achieving sustainable global protein economy. *Frontiers in Sustainable Food Systems*. 2019;3(27):1–11. <https://doi.org/10.3389/fsufs.2019.00027>

2. Lynch H., Berardy A., Wharton C. Food production and dietary patterns. *Environmental Nutrition*. 2019;6:101–122. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-811660-9.00006-0>
3. Kerschke-Risch P. K. The horsemeat scandal: the unknown victims of economically motivated crime. *Revista de Victimol*. 2017;5:63–84. <https://doi.org/10.12827/RVJV.5.03>
4. Ahmad A. N., Abidin U. F. U. Z., Othman M., Rahman R. A. Overview of the halal food control system in Malaysia. *Food Control*. 2018;90:352–363. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2018.02.035>
5. Bhatt P. V., Pandey G., Tharmavaram M., Rawtani D., Hussain Ch. M. Nanotechnology and taggant technology in forensic science. In: *Technology in Forensic Science*. Boschstr: WILEY-VCH GmbH; 2020:279–301. <https://doi.org/10.1002/9783527827688.ch14>
6. Roux C., Weyermann C. From research integrity to research relevance to advance forensic science // *Forensic Sciences Research*. 2021;6(4):292–294. <https://doi.org/10.1080/20961790.2021.1977480>
7. Ha J., Kim S., Lee J., Lee S., Lee H., Choi Y. et al. Identification of pork adulteration in processed meat products using the developed mitochondrial DNA-Based primers. *Korean Journal for Food Science of Animal Resources*. 2017;37(3):464–468. <https://www.researchgate.net/publication/318727877>
8. El Sheikha A. F., Mokhtar N. F. K., Amie C., Lamasudin D. U., Isa N. M., Mustafa S. Authentication technologies using DNA-based approaches for meats and halal meats determination. *Food Biotechnology*. 2017;31(4):281–315. <https://doi.org/10.1080/08905436.2017.1369886>
9. Burns M., Nixon G. Validation of two real-time PCR approaches for the relative quantitation of pork and horse DNA in food samples. *Food and Nutrition Sciences*. 2022;13(4):387–403. <https://doi.org/10.4236/fns.2022.134029>
10. Köppel R., Ruf J., Rentsch J. Multiplex real-time PCR for the detection and quantification of DNA from beef, pork, horse and sheep. *European Food Research and Technology*. 2011;232(1):151–155.
11. Laube I., Spiegelberg A., Butschke A., Zagon J., Schauzu M., Kroh L. et al. Methods for the detection of beef and pork in foods using real-time polymerase chain reaction. *International Journal of Food Science & Technology*. 2003;38:111–118. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2621.2003.00651.x>
12. Köppel R., Ganeshan A., van Velsen F., Weber S., Schmid J., Graf Christoph et al. Digital duplex versus real-time PCR for the determination of meat proportions from sausages containing pork and beef. *European Food Research and Technology*. 2019;245:151–157. <https://doi.org/10.1007/s00217-018-3147-8>
13. Fomina T. A., Minaev M. Yu., Oyun N. Yu., Zakharova M. V. Determination of factors limiting of PCR-based species identification in food composition investigation. *Vse o myase*. 2019;6:48–51. (In Russ.). <https://doi.org/10.21323/2071-2499-2019-6-48-51>
14. European Commission Joint Research Centre EU Reference Laboratory for Genetically Modified Food & Feed. GMOMETHODS. Available from: www.gmo-crl.jrc.ec.europa.eu [Accessed 27 May 2025].
15. Balanovsky O. P., Kagazheva Zh. A., Olkova M. V. Methods for DNA quantification yield similar relative but different absolute values. *Bulletin of RSMU*. 2019;3:27–33. (In Russ.). <https://doi.org/10.24075/vrgmu.2019.043>
16. Milavec M., Cleveland M. H., Bae Y.-K., Wielgosz R. I., Vonsky M., Huggett J. F. Metrological framework to support accurate, reliable, and reproducible nucleic acid measurements. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*. 2022;414:791–806. <https://doi.org/10.1007/s00216-021-03712-x>
17. Stefanova P., Taseva M., Georgieva T., Gotcheva V., Angelov A. A Modified CTAB method for DNA extraction from soybean and meat products. *Biotechnology & Biotechnological Equipment*. 2013;27(3):3803–3810. <https://doi.org/10.5504/BBEQ.2013.0026>
18. Viljoen C. D., Booyesen C., Tantuan S. S. The suitability of using spectrophotometry to determine the concentration and purity of DNA extracted from processed food matrices. *Journal of Food Composition and Analysis*. 2022;112:104689. <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2022.104689>
19. Kojabad A. A., Farzanehpour M., Galeb H. E. G., Dorostkar R., Jafarpour A., Bolandian M. et al. Droplet digital PCR of viral DNA/RNA, current progress, challenges, and future perspectives. *Journal of Medical Virology*. 2021;93(7):4182–4197. <https://doi.org/10.1002/jmv.26846>. Erratum in: *Journal of Medical Virology*. 2024;96(5): e29632.
20. Corbisier P., Pinheiro L., Mazoua S., Kortekaas A. M., Chung P. Y., Gerganova T. et al. DNA copy number concentration measured by digital and droplet digital quantitative PCR using certified reference materials. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*. 2015;407(7):1831–1840. <https://doi.org/10.1007/s00216-015-8458-z>

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Вонский Максим Сергеевич – канд. биол. наук, руководитель научно-исследовательского отдела государственных эталонов и стандартных образцов в области биоаналитических и медицинских измерений, ученый-хранитель ГЭТ 220 ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

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

e-mail: m.s.vonsky@vniim.ru

<https://orcid.org/0000-0003-4061-7411>

Рунов Андрей Леонидович – и. о. руководителя сектора государственных эталонов в области биоаналитических измерений, помощник ученого-хранителя ГЭТ 220 ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

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

e-mail: a.l.runov@vniim.ru

<https://orcid.org/0000-0001-9496-4414>

Курчакова Елена Владимировна – инженер сектора государственных эталонов в области биоаналитических измерений ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

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

e-mail: e.v.kurchakova@vniim.ru

<https://orcid.org/0000-0002-3084-463X>

Горняя София Борисовна – инженер сектора государственных эталонов в области биоаналитических измерений ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

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

e-mail: s.b.gornaya@vniim.ru

<https://orcid.org/0009-0001-0688-1238>

Степанова Анастасия Павловна – техник сектора государственных эталонов в области биоаналитических измерений ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

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

e-mail: a.p.stepanova@vniim.ru

<https://orcid.org/0009-0004-9663-0468>

Хвостов Даниил Владиславович – канд. техн. наук, научный сотрудник лаборатории молекулярной биологии и биоинформатики ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В. М. Горбатова» РАН

109316, г. Москва, ул. Талалихина, 26

e-mail: d.hvostov@fnfps.ru

<https://orcid.org/0000-0002-3445-4559>

Минаев Михаил Юрьевич – канд. техн. наук, заведующий лабораторией молекулярной биологии и биоинформатики ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В. М. Горбатова» РАН

109316, г. Москва, ул. Талалихина, 26

e-mail: mminaev@inbox.ru

<https://orcid.org/0000-0002-0038-9744>

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Maxim S. Vonsky – Cand. Sci. (Biology), Head of the Research Department of State Standards and Reference Materials in the Field of Bioanalytical and Medical Measurements, Scientist Keeper of State Primary Standard 220, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology

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

e-mail: m.s.vonsky@vniim.ru

<https://orcid.org/0000-0003-4061-7411>

Andrei L. Runov – Acting Head of the Sector of State Standards in the Field of Bioanalytical Measurements, Assistant of the Scientist Keeper of State Primary Standard 220, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology

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

e-mail: a.l.runov@vniim.ru

<https://orcid.org/0000-0001-9496-4414>

Elena V. Kurchakova – Engineer of the Sector of State Standards in the Field of Bioanalytical Measurements, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology

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

e-mail: e.v.kurchakova@vniim.ru

<https://orcid.org/0000-0002-3084-463X>

Sofiia B. Gorniaia – Engineer of the Sector of State Standards in the Field of Bioanalytical Measurements, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology

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

e-mail: s.b.gornaya@vniim.ru

<https://orcid.org/0009-0001-0688-1238>

Anastasiia P. Stepanova – Technician of the Sector of State Standards in the Field of Bioanalytical Measurements, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology

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

e-mail: a.p.stepanova@vniim.ru

<https://orcid.org/0009-0004-9663-0468>

Daniil V. Khvostov – Cand. Sci. (Eng.), Researcher at the Laboratory of Molecular Biology and Bioinformatics, V. M. Gorbатов Federal Scientific Center of Food Systems, Russian Academy of Sciences

26 Talalikhina st., Moscow, 109316, Russia

e-mail: d.hvostov@fnfps.ru

<https://orcid.org/0000-0002-3445-4559>

Michail Yu. Minaev – Cand. Sci. (Eng.), Head of the Laboratory of Molecular Biology and Bioinformatics, V. M. Gorbатов Federal Scientific Center of Food Systems, Russian Academy of Sciences

26 Talalikhina st., Moscow, 109316, Russia

e-mail: mminaev@inbox.ru

<https://orcid.org/0000-0002-0038-9744>

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Научная статья

УДК 006.915:549.68:663.051

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-21-39>



Стандартные образцы состава синтетических подсластителей аспартама и ацесульфам калия

А. И. Крылов , А. Ю. Михеева , Е. М. Лопушанская,
Е. Н. Чернова , С. В. Спирин 

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

 akrylov@b10.vniim.ru

Аннотация: Синтетические подсластители нашли широкое применение в народном хозяйстве, однако их употребление имеет некоторые ограничения. Безопасные нормы потребления аспартама и ацесульфам калия установлены рекомендациям Объединенного экспертного комитета ФАО/ВОЗ по пищевым добавкам. Соблюдение требований безопасности может быть обеспечено посредством контроля содержания подсластителей в пищевой продукции.

В Российской Федерации измерения проводятся по ГОСТам и аттестованным методикам, для реализации которых служат стандартные образцы. Представленное в статье исследование проведено с целью замещения зарубежных референтных материалов стандартными образцами отечественного производства для обеспечения единства измерений в целях технологического суверенитета Российской Федерации. Публикация содержит информацию о разработке новых типов стандартных образцов состава синтетических подсластителей аспартама и ацесульфам калия, метрологически прослеживаемых к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии ГЭТ 208–2024. Идентификация основного компонента в материале стандартного образца проведена методом масс-спектрометрии высокого разрешения. Характеризация стандартных образцов выполнена методом массового баланса. Измерены содержание примесей родственных соединений – методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с УФ-детектором на основе диодной матрицы; содержание примесей летучих органических соединений – методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектором; содержание примеси воды – методом кулонометрического титрования по методу Карла Фишера. Содержание примесей нелетучих соединений измерено методом гравиметрии – для аспартама и методом атомно-эмиссионной спектроскопии с СВЧ-плазмой – для ацесульфам калия. Исследована однородность и долговременная стабильность стандартных образцов. Как и было заявлено авторами при постановке цели исследования, в результате метрологические характеристики новых отечественных стандартных образцов не уступают зарубежным аналогам: массовая доля основного компонента в чистом веществе аспартаме – $(96,2 \pm 0,3) \%$; массовая доля основного компонента в чистом веществе ацесульфам калия – $(99,98 \pm 0,01) \%$.

Ключевые слова: подсластители, аспартам, ацесульфам калия, стандартный образец, метод массового баланса, метрологическая прослеживаемость, аттестованная характеристика, метрологическое обеспечение

Принятые сокращения: АЭС – атомно-эмиссионная спектрометрия; ВОЗ – Всемирная организация здравоохранения; ВЭЖХ – высокоэффективная жидкостная хроматография; ВЭЖХ/МС/ВР – высокоэффективная жидкостная хроматография/масс-спектрометрия высокого разрешения; ГСО – стандартный образец утвержденного типа; ГХ – газовая хроматография; ГЭТ 208 – Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии ГЭТ 208; КЭ – капиллярный электрофорез; ЛОС – летучие органические соединения; МБ – метод массового баланса; НС – нелетучие соединения; ОК – основной компонент; РС – родственные соединения; СО – стандартный образец; ТР ТС – Технический регламент Таможенного союза; ФАО – Продовольственная и сельскохозяйственная организация Объединенных Наций (Food and Agriculture Organization); ЧВ – чистое вещество.

Для цитирования: Стандартные образцы состава синтетических подсластителей аспартама и ацесульфам калия / А. И. Крылов [и др.] // Эталон. Стандартные образцы. 2025. Т. 21, № 3. С. 21–39. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-21-39>

Статья поступила в редакцию 04.04.2025; одобрена после рецензирования 20.05.2025; принята к публикации 25.09.2025.

REFERENCE MATERIALS

Research Article

Reference Materials of the Synthetic Sweeteners Aspartame and Acesulfame Potassium

Anatoliy I. Krylov ✉, Alena Yu. Miheeva , Elena M. Lopushanskaya, Ekaterina N. Chernova , Sergey V. Spirin 

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

✉ akrylov@b10.vniim.ru

Abstract: Synthetic sweeteners have found widespread application in the national economy, but their use has some limitations. Safe intake levels for aspartame and acesulfame potassium are established by the recommendations of the Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives (JECFA). Compliance with safety requirements can be ensured by controlling the content of sweeteners in food products.

In Russia, measurements performed in accordance with GOST standards and certified methods, for which reference materials are essential. The presented research was conducted with the aim of replacing foreign reference materials with domestically produced reference materials to ensure measurement uniformity for the purpose of Russia's technological sovereignty.

The publication contains information on the development of new types of reference materials for the composition of the synthetic sweeteners aspartame and acesulfame potassium, which are metrologically traceable to the State Primary Standard of units of mass (molar) fraction and mass (molar) concentration of organic components in liquid and solid substances and materials based on liquid and gas chromatography-mass spectrometry with isotope dilution and gravimetry GET 208–2024. Identification of the main component in the reference material was performed using high-resolution mass spectrometry. Characterization of the reference materials was carried out using the mass balance method. The content

of related compound impurities was measured using high-performance liquid chromatography with a diode-array UV detector; the content of volatile organic compound impurities was measured using gas chromatography with a flame ionization detector; water content was determined by Karl Fischer coulometric titration. The content of non-volatile impurities was measured by gravimetry for aspartame and microwave plasma atomic emission spectrometry for acesulfame potassium. The homogeneity and long-term stability of the reference materials were studied.

The metrological characteristics of the new domestically produced reference materials demonstrate parity with foreign analogues: the mass fraction of the main component in the pure aspartame is $(96.2 \pm 0.3)\%$; the mass fraction of the main component in the pure acesulfame potassium is $(99.98 \pm 0.01)\%$.

Keywords: sweeteners, aspartame, acesulfame potassium, reference material, mass balance method, metrological traceability, certified characteristic, metrological assurance

Abbreviations used: AES – atomic emission spectrometry; WHO – World Health Organization; HPLC – high performance liquid chromatography; HPLC/MS/HR – high performance liquid chromatography/high-resolution mass spectrometry; GSO – state certified reference material; GC – gas chromatography; GET 208 – State Primary Standard of units of mass (molar) fraction and mass (molar) concentration of organic components in liquid and solid substances and materials based on liquid and gas chromatography-mass spectrometry with isotope dilution and gravimetry; CE – capillary electrophoresis; VOC – volatile organic compounds; MB – mass balance method; NVC – non-volatile compounds; MC – main component; RC – related compounds; RM – reference material; TR CU – Technical Regulations of the Customs Union; FAO – Food and Agriculture Organization of the United Nations; PS – pure substance.

For citation: Krylov A. I., Miheeva A. Yu., Lopushanskaya E. M., Chernova E. N., Spirin S. V. Reference materials of the synthetic sweeteners aspartame and acesulfame potassium. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2025;21(3):21–39. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-21-39>

The article was submitted 04.04.2025; approved after reviewing 20.05.2025; accepted for publication 25.09.2025.

Введение

ТР ТС 029/2012¹ устанавливает: подсластитель – это пищевая добавка, предназначенная для придания пищевым продуктам сладкого вкуса. Подсластители во много раз слаще сахара, имеют меньшую калорийность, чем сахароза.

Подсластители бывают натуральные и синтетические. К натуральным подсластителям относят многоатомные спирты, обладающие сладким вкусом (сорбит, маннит и др.), и некоторые материалы растительного происхождения (тауматин и стевииогликозиды и др.). Синтетические подсластители в природе не встречаются, наиболее популярны синтетические подсластители аспартам и ацесульфам калия, которые примерно в 200 раз слаще сахара [1].

Аспартам (пищевая добавка E951) и ацесульфам калия (пищевая добавка E950) входят в состав зубных паст, некоторых лекарственных препаратов и многих пищевых продуктов, включая диетические напитки, жевательную резинку, мороженое, молочную продукцию, готовые сухие завтраки и др.

Массовое применение подсластителей в народном хозяйстве сопряжено с необходимостью соблюдения ограничений и нормативов при употреблении этих веществ [2]. Например, наличие в составе молекулы аспартама аминокислоты фенилаланина представляет серьезную опасность для потребителей с диагностированным редким наследственным заболеванием фенилкетонурией. Рекомендации Объединенного экспертного комитета ФАО/ВОЗ по пищевым добавкам и Научного комитета Европейской комиссии по вопросам продовольствия устанавливают в качестве безопасных норм потребления 40 мг аспартама и 15 мг ацесульфам калия на 1 кг массы

¹ ТР ТС 029/2012 Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств : Технический регламент Таможенного союза от 20 июля 2012 г. № 58 (с изменениями на 18 сентября 2014 г.). Режим доступа: <https://docs.cntd.ru/document/902359401> (дата обращения: 04.04.2025).

тела². В 2023 г. Всемирная организация здравоохранения (ВОЗ, WHO) и Международное агентство по изучению рака (МАИР, IARC)³ включили аспартам в список потенциальных канцерогенов.

В Российской Федерации основными нормативно-правовыми актами в области обеспечения безопасности пищевых продуктов являются 29-ФЗ⁴ и ТР ТС 021/2011⁵. Другие нормативы содержания аспартама и ацесульфама калия в различных объектах контроля регламентируют ТР ТС 029/2012, СанПиН 2.3.2.1293–03⁶, ГН 2.1.6.695–98⁷.

² World Health Organization. Режим доступа: <https://www.who.int/news/item/14-07-2023-aspartame-hazard-and-risk-assessment-results-released> (дата обращения: 04.04.2025).

³ Там же.

⁴ О качестве и безопасности пищевых продуктов : Федеральный закон от 02.01.2000 № 29-ФЗ (редакция от 13.07.2020).

⁵ ТР ТС 021/2011 О безопасности пищевой продукции : Технический регламент Таможенного союза от 9 декабря 2011 г. № 880 (с изменениями на 22 апреля 2024 г.).

⁶ СанПиН 2.3.2.1293-03 Гигиенические требования по применению пищевых добавок. Санитарно-эпидемиологические правила и нормативы. Режим доступа: <https://docs.cntd.ru/document/901862338> (дата обращения: 04.04.2025).

⁷ ГН 2.1.6.695-98 Федеральные санитарные правила, нормы и гигиенические нормативы. Предельно допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест. Режим доступа: <https://meganorm.ru/Data2/1/4294850/4294850755.htm> (дата обращения: 04.04.2025).

Таким образом, контроль содержания подсластителей в пищевой продукции является ключевым звеном обеспечения соблюдения требований безопасности. В международной практике для определения подсластителей в продуктах питания применяется метод высокоэффективной жидкостной хроматографии [3–5]. В российских аккредитованных лабораториях содержание подсластителей в пищевых продуктах и напитках выполняют по ГОСТ 30059–93⁸ и ГОСТ EN12856–2015⁹, в текстах которых нет прямых указаний на метрологические характеристики чистых веществ, необходимых в качестве средств градуировки. На практике до недавнего времени лаборатории использовали референтные материалы зарубежного производства (табл. 1).

В существующих реалиях на первый план вышла необходимость обеспечения суверенитета страны путем разработки и производства собственных референтных материалов – СО, обеспечивающих прослеживаемость к отечественным эталонам, в том числе СО состава синтетических подсластителей.

Цель опубликованного в настоящей статье исследования: разработка СО состава наиболее

⁸ ГОСТ 30059–93 Напитки безалкогольные. Методы определения аспартама, сахарина, кофеина и бензоата натрия.

⁹ ГОСТ EN12856–2015 Продукция пищевая. Определение ацесульфама калия, аспартама и сахарина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Таблица 1. Референтные материалы синтетических подсластителей зарубежного производства

Table 1. RMs of synthetic sweeteners of foreign production

Наименование	Производитель	Каталожные номер производителя	Массовая доля основного компонента, %
Aspartame	Supelco, Германия	PHR1381	(98,8 ± 0,3)
Aspartame	LGC Micromol, Великобритания	MM0314.00	(96,6 ± 0,4)
Acesulfame potassium	Supelco, Германия	PHR1663	(100,0 ± 0,2)
Acesulfame potassium	LGC Micromol, Великобритания	G1349656	(100,0 ± 0,2)

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

популярных синтетических подсластителей – аспартама и ацесульфам калия – для обеспечения контроля качества и безопасности продуктов питания, а также в рамках выполнения требований 102-ФЗ¹⁰.

Задачи исследования: идентификация ОК, определение чистоты ЧВ методом массового баланса, исследование однородности и стабильности СО.

Публикация содержит:

– сведения о разработке СО состава аспартама и ацесульфам калия с аттестованным значением массовой доли ОК в ЧВ, которые обеспечены метрологической прослеживаемостью к ГПЭ соответствующей единицы величины – ГЭТ 208–2024;

– информацию об особенностях процедуры характеристики чистых органических веществ различной химической природы методом массового баланса на примере аспартама и ацесульфам калия.

Материалы и методы

Реактивы

Материалами-кандидатами СО были выбраны:

– чистое вещество аспартам (производитель MACKLIN) с заявленной массовой долей основного компонента 99,13 %;

– чистое вещество ацесульфам калия (производитель Aladdin) с заявленной массовой долей основного компонента 99,3 %.

Чистые вещества аспартам и ацесульфам калия представляют собой порошки белого цвета.

При выполнении исследований использовали следующие реактивы: ацетонитрил, сорт 0 (производитель «Криохром»); метанол для ВЭЖХ-МС (Мультисолв) (производитель EvaScience); вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144; калий фосфорнокислый 1-замещенный (производитель Fluka), кат. № 60218; кислота азотная «х. ч.» по ГОСТ 4461; кислота муравьиная (производитель Sigma Aldrich), кат. № F0507; кислота соляная «х. ч.» по ГОСТ 3118; кислота ортофосфорная «х. ч.» по ГОСТ 6552–80.

¹⁰ Об обеспечении единства измерений : Федеральный закон от 26.06.2008 № 102-ФЗ (редакция от 08.08.2024).

Оборудование и методы исследований

Аттестацию образцов проводили по алгоритму [6, 7]. Характеризация материала СО по содержанию основного компонента выполнена методом массового баланса («100 минус сумма примесей») [8, 9]. Измерения выполнены на комплексе аналитических приборов из состава ГЭТ 208–2024 с использованием привлеченного оборудования.

Идентификация (подтверждение идентичности) ОК в материале СО выполнена методом ВЭЖХ–МС/ВР на эталонной установке хроматографе жидкостном Agilent 1290 Infinity II LC с tandemным масс-спектрометрическим детектором Agilent 6530 Q-TOFLC/MS. Использовали хроматографическую колонку Zorbax Eclipse XDB C18 ((3,0 × 150) мм, 5 мкм). Другие параметры проведения измерений подбирали индивидуально.

Определение содержания неорганических катионов в материале СО выполнено методом капиллярного электрофореза на приборе «Капель 105М».

Определение содержания примесей РС в материале СО проведено на эталонной установке на основе метода ВЭЖХ с диодной матрицей с использованием хроматографа жидкостного Agilent 1260 Infinity II LC с детектором на основе диодной матрицы. Измерение массовой доли примесей РС выполнено методом внешнего стандарта по фактору отклика (RF), рассчитанному для основного компонента.

Определение содержания примесей ЛОС выполнено с использованием техники статического парового анализа на эталонной установке хроматографе газовом «Хроматэк-Кристалл 5000» с пламенно-ионизационным детектором.

Определение содержания примесей НС проведено методом гравиметрии с использованием муфельной печи SNOL 8,2/1100 и весов электронных специального класса точности Mettler-Toledo XP105 DR и методом атомно-эмиссионной спектроскопии с СВЧ-плазмой с использованием атомно-эмиссионного спектрометра с микроволновой плазмой Agilent 4200 MP-AES.

Определение содержания примеси воды выполнено методом кулонометрического титрования по методу Карла Фишера с использованием приставки-испарителя для твердых образцов на приборе титраторе кулонометрическом

по методу Карла Фишера КЕМ МКС 710, оснащенный приставкой-испарителем для твердых образцов ADP-611.

Исследование стабильности материалов-кандидатов в СО выполнено изохронным методом с использованием климатической камеры М-60/100–80 КТВХ СПЕЦ.

Результаты и обсуждение

Косвенный метод определения чистоты МБ основан на всестороннем изучении чистого вещества и предполагает определение всех возможных примесей в исследуемом материале. Для разных органических веществ (или групп однотипных соединений) метод МБ требует адаптации с учетом конкретных особенностей исследуемых соединений.

В данной работе рассмотрена процедура определения чистоты двух органических соединений, которые являются синтетическими подсластителями, но существенно различаются с точки зрения химической природы: аспартам – нейтральная органическая молекула, ацесульфам калия – органическая соль. В этой ситуации реализация метода МБ требует применения разных аналитических методов для измерений содержания примесных компонентов. Возможности методов должны учитывать специфику каждого из ЧВ.

1. Идентификация материалов-кандидатов в СО

Для идентификации чистых органических веществ применяются различные методы (ГХ/МС, ИК, ВЭЖХ–МС/МС, ВЭЖХ–МС/ВР). Один из наиболее подходящих для большинства термолабильных веществ – метод жидкостной хроматографии-масс-спектрометрии с электрораспылительной ионизацией. Масс-спектрометрия высокого разрешения позволяет установить брутто-формулу аттестуемого соединения. В случае идентификации изомерных структур дополнительно применяют фрагментные масс-спектры.

В качестве критериев идентификации были приняты [10]:

– совпадение значения m/z зарегистрированного молекулярного иона аттестуемого соединения с теоретическим (расчетным) значением

m/z для данного соединения с ошибкой, не превышающей 5 ppm;

– соответствие брутто-формулы аттестуемого вещества теоретической брутто-формуле (брутто-формулу аттестуемого соединения устанавливали с использованием программного обеспечения MassHunter Workstation. Qualitative Analysis. Version 10.0, Agilent);

– для идентификации изомерных структур (дополнительно): наличие в фрагментных масс-спектрах сигналов, соответствующих характеристичным фрагментам молекулы.

В рамках данной работы были получены масс-спектры высокого разрешения в режиме электрораспылительной ионизации для характеризующих соединений в условиях (табл. 2). Масс-спектры получали:

– для аспартама – при регистрации положительных ионов, поскольку вещество является основанием по Бренстеду (соединение, способное присоединять протон, то есть акцептор протона);

– для ацесульфам калия – при регистрации отрицательных ионов, поскольку вещество является кислотой по Бренстеду (соединение, способное отдавать протон, то есть донор протона).

Для аспартама расчетное значение m/z молекулярного иона равно 295,128 8. Зарегистрированное значение величины m/z составляет 295,129 5, что соответствует брутто-формуле протонированной молекулы аспартама $C_{14}H_{19}N_2O_5$ ¹¹, установленной с использованием специализированного программного обеспечения прибора, с ошибкой определения 2,22 ppm.

Следует отметить, что полученной данным методом информации не всегда достаточно для подтверждающей идентификации соединения. В случае существования изомерных форм для аттестуемого соединения необходимо подтверждение структурной формулы, что может быть проведено с помощью информации, полученной из фрагментных масс-спектров.

Для соединения с брутто-формулой $C_{14}H_{18}N_2O_5$ (соответствующей аспартаму) возможно существование двух структурных изомеров [11, 12] (рис. 1). Изомерная

¹¹ PubChem Open chemistry database. Режим доступа: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Aspartame> (дата обращения: 04.04.2025).

Таблица 2. Аналитические условия измерений для ВЭЖХ–МС/ВР

Table 2. Analytical measurement conditions for HPLC–MS/HR

Хроматографическая колонка	Zorbax Eclipse XDB-C18 (3,0 × 150) мм, 5 мкм
Скорость элюирования	0,4 мл/мин
Температура термостата колонки	30 °С
Элюент А	Вода + 0,1 % муравьиной кислоты
Элюент В	Ацетонитрил + 0,1 % муравьиной кислоты
Режим элюирования	Градиентный 5–90 % фазы В
Тип ионного источника	электроспрей
Режим регистрации	регистрация положительных ионов, регистрация отрицательных ионов, регистрация полного ионного тока
Диапазон сканирования m/z	m/z 300–400
Напряжение на фрагменторе, V	100
Энергия соударений, V	0
Параметры работы ионного источника: – температура газа-осушителя, °С – скорость потока газа-осушителя, л/мин – давление на небулайзере, psi – температура фокусирующего газа, °С – напряжение на капилляре, V – энергия соударения, V	300 8 35 350 3 500 5

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

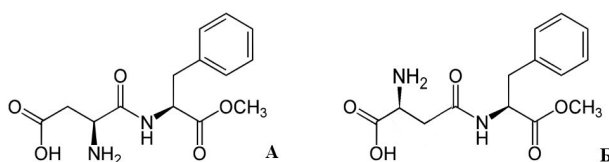


Рисунок подготовлен авторами / The figure is prepared by the authors

Рис. 1. Структурные формулы двух изомеров аспартама: А – α -аспартам (подсластитель); Б – β -аспартам

Fig. 1. Structural formulas of two aspartame isomers: А – α -aspartame (sweetener); Б – β -aspartame

форма α -аспартам (А) является подсластителем, а β -форма (Б) обладает горьким вкусом и может образовываться при нарушениях в процессе синтеза аспартама.

Полученный фрагментный масс-спектр для аттестуемого соединения (энергия соударений 15%) (А на рис. 2) соответствует библиотечному

спектру аспартама из базы данных масс-спектров NIST MS Search 2.4 (Б на рис. 2) со степенью совпадения 97%.

Наличие в фрагментном спектре ионов с m/z 175 позволяет идентифицировать структуру как α -аспартам. Образование иона с m/z 175, подтверждающее присущее α -аспартаму расположение амино-группы в структуре молекулы, вызвано дальнейшим распадом иона с m/z 235 с элиминирования группы HCOOH (рис. 3). Данное наблюдение согласуется с выводами [12].

Таким образом, в случае существования изомерных структур для аттестуемого соединения, кроме установления брутто-формулы, необходимо дополнительно получать информацию о структуре с помощью фрагментных спектров.

Некоторые классы соединений, например, соли, не могут быть идентифицированы только с помощью ВЭЖХ–МС/ВР. В молекуле соли

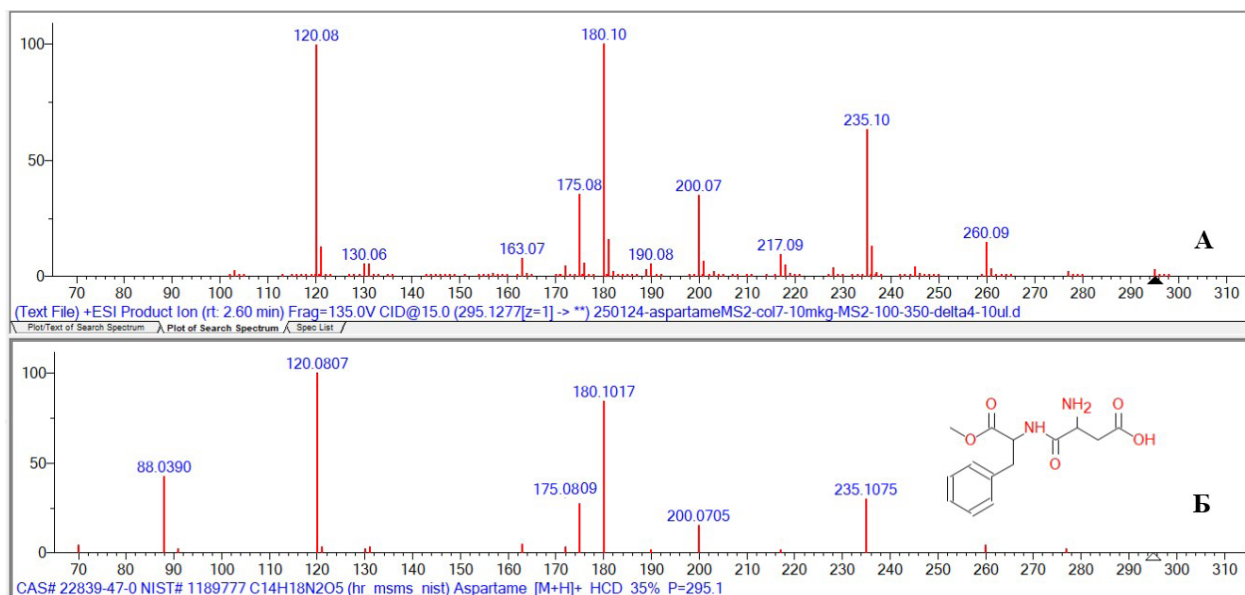


Рисунок подготовлен авторами по собственным данным / The figure is prepared by the authors using their own data

Рис. 2. Фрагментные спектры аттестуемого соединения (А) и аспартама из базы данных NIST* (Б)
Fig.2. Fragment spectra of the certified compound (A) and aspartame from the NIST database* (Б)

* The NIST/EPA/NIH EI and NIST Tandem Mass Spectral Library Version 2.3. Режим доступа: <https://diabloanalytical.com/products/software/nistms/> (дата обращения: 04.04.2025).

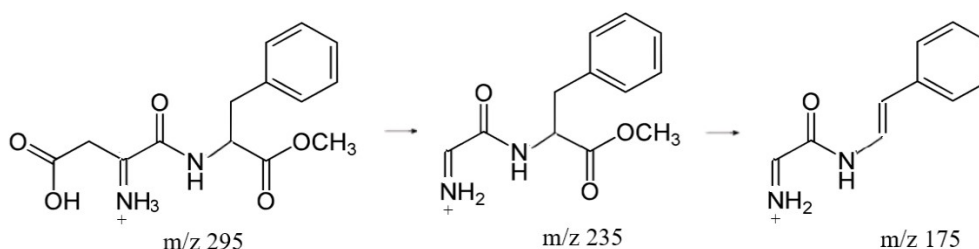


Рисунок подготовлен авторами по собственным данным / The figure is prepared by the authors using their own data

Рис. 3. Пути фрагментации, характерные для α-аспартама
Fig. 3. Fragmentation pathways characteristic of α-aspartame

возможно идентифицировать только органическую часть (анион или катион). Для получения информации о неорганической составляющей молекулы необходимо использовать другие аналитические методы анализа, например, капиллярный электрофорез и/или ионную хроматографию и/или элементный анализ. В данном исследовании примером такого соединения является соль ацесульфам калия.

Ацесульфам калия ($C_4H_4KNO_4S$) представляет собой калиевую соль ацесульфам (2,2-диоксида 3,4-дигидро-6-метил-1,2,3-оксатиазин-4-она, брутто-формула

$C_4H_5NO_4S^{12}$). При растворении в воде соль диссоциирует на неорганический катион (калий) и органический анион (ацесульфам), которые идентифицировали по отдельности.

Идентификация аниона выполнена методом ВЭЖХ–МС/ВР. Рассчитанное значение m/z молекулярного иона 161,9867. Зарегистрированное значение m/z 161,9867 соответствует брутто-формуле депротонированной молекулы ацесульфам с ошибкой определения – 0,29 ppm.

¹² PubChem Open chemistry database. Режим доступа: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Acesulfame> (дата обращения: 04.04.2025).

Для идентификации катиона был использован метод капиллярного электрофореза, подходящий для определения элементов из группы щелочных и щелочно-земельных металлов, особенно в случае их большого содержания. Было установлено, что содержание ионов калия в аттестуемом веществе составляет $(18,9 \pm 1,6)\%$, что хорошо соотносится с расчетным содержанием калия в составе молекулы ацесульфам калия – $19,43\%$.

Таким образом, для подтверждающей идентификации ацесульфам калия были использованы данные двух методов.

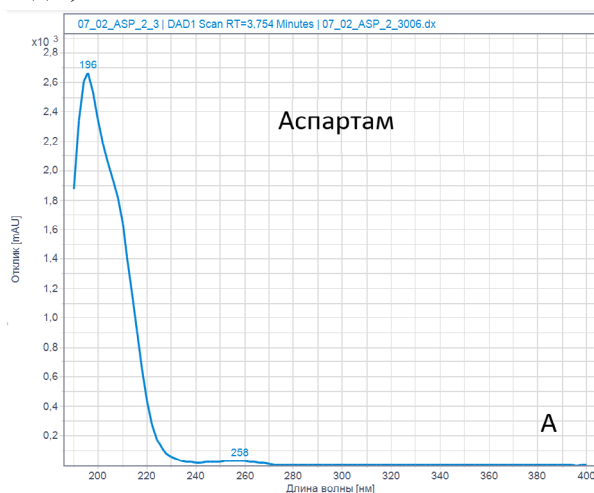
2. Характеризация материалов-кандидатов в СО по массовой доле основного вещества косвенным методом массового баланса

Массовую долю основного ОК в ЧВ, w_B (%) рассчитывали по формуле

$$w_B = 100 - \sum_{i=1}^4 w_i, \quad (1)$$

$$\sum_{i=1}^4 w_i = w_{PC} + w_{ЛОС} + w_{НС} + w_{H_2O}, \quad (2)$$

где w_{PC} – массовая доля примесей РС (суммарно), %; $w_{ЛОС}$ – массовая доля примесей ЛОС (суммарно), %; $w_{НС}$ – массовая доля примесей НС, %; w_{H_2O} – массовая доля примеси воды, %.



2.1. Результаты измерения массовой доли примесей РС

Условия разделения на хроматографических колонках подбирали так, чтобы гарантировать отделение примесей от основного компонента. Кроме того, отдельное внимание было уделено выбору оптимальной длины волны для детектирования примесей РС и ОК.

На первом этапе получали УФ-спектры в диапазоне длин волн от 190 до 400 нм (рис. 4) и определяли специфичную (максимальную интенсивность сигнала) длину волны для каждого ОК. Затем хроматографировали растворы ЧВ в условиях широкого градиента (варьирование вклада элюента В от 5 до 100 %) и регистрировали величину отклика во всем диапазоне длин волн с помощью диодной матрицы. Полученные данные анализировали, сравнивая интенсивности сигналов основного и примесных компонентов при разных длинах волн (рис. 4; Б и Г на рис. 5; Б и Г на рис. 6), исключая фоновые сигналы, зарегистрированные в аналогичных условиях (А и В на рис. 5; А и В на рис. 6). Для пиков, относенных к примесным родственным соединениям, на рисунках хроматограмм растворов ЧВ указаны времена удерживания. Например, на хроматограмме раствора аспартама при специфической для ОК длине волны (194 нм) (Б на рис. 2) наблюдали меньшее количество пиков примесных компонентов по сравнению с хроматограммой, полученной при длине



Рисунок подготовлен авторами по собственным данным / The figure is prepared by the authors using their own data

Рис. 4. УФ-спектры для материалов-кандидатов в СО: А – аспартам; Б – ацесульфам калия

Fig. 4. UV-spectra of the candidate RMs: А – aspartame; Б – acesulfame potassium

волны 210 нм (Г на рис. 5). Кроме того, одним из элюентов являлся метанол, для которого использование длины волны 194 нм не рекомендуется из-за высокого фонового сигнала. Минимальная допустимая длина волны для работы с этим элюентом – 210 нм. Таким образом, для аспартама была выбрана длина волны 210 нм, которая обеспечивала оптическую чувствительность детектора для ОК и примесей РС (Г на рис. 5).

При подборе условий хроматографирования для ацесульфам калия сопоставляли данные спектров, полученных при специфичной для ОК длине волны (225 нм; Б на рис. 4) и 210 нм. Выбор длины волны 210 нм связан с тем, что иногда в сертификатах СО (в данном случае сертификат LGC DR EHRENSTORFER для ацесульфам калия¹³) анализ примесей методом ВЭЖХ проводится в диапазоне длин волн

¹³ Acesulfame potassium. Режим доступа: <https://www.lgcstandards.com/RU/en/Acesulfame-potassium/p/DRE-C10010800> (дата обращения: 04.04.2025).

205–210 нм, несмотря на наличие специфичных длин волн в спектре аттестуемого соединения. В связи с этим мы провели сравнение получаемых данных. В случае ацесульфам калия на хроматограммах, полученных в широком градиенте элюента В, при 210 нм сигналы примесных соединений не были зарегистрированы (Б на рис. 6). На хроматограмме при длине волны 225 нм было отмечено два незначительных сигнала, которые мы отнесли к примесям (Г на рис. 6). Все остальные наблюдаемые пики, кроме пика ОК, также присутствовали и в хроматограмме воды (растворителя для материала-кандидата в СО) (А и В на рис. 6). В связи с этим для измерений массовой доли примесей РС в ацесульфаме калия была выбрана длина волны 225 нм.

Далее, принимая во внимание количество и расположение примесных пиков на хроматограммах, снятых в широком градиенте, оптимизировали условия хроматографического разделения, варьируя скорость потока

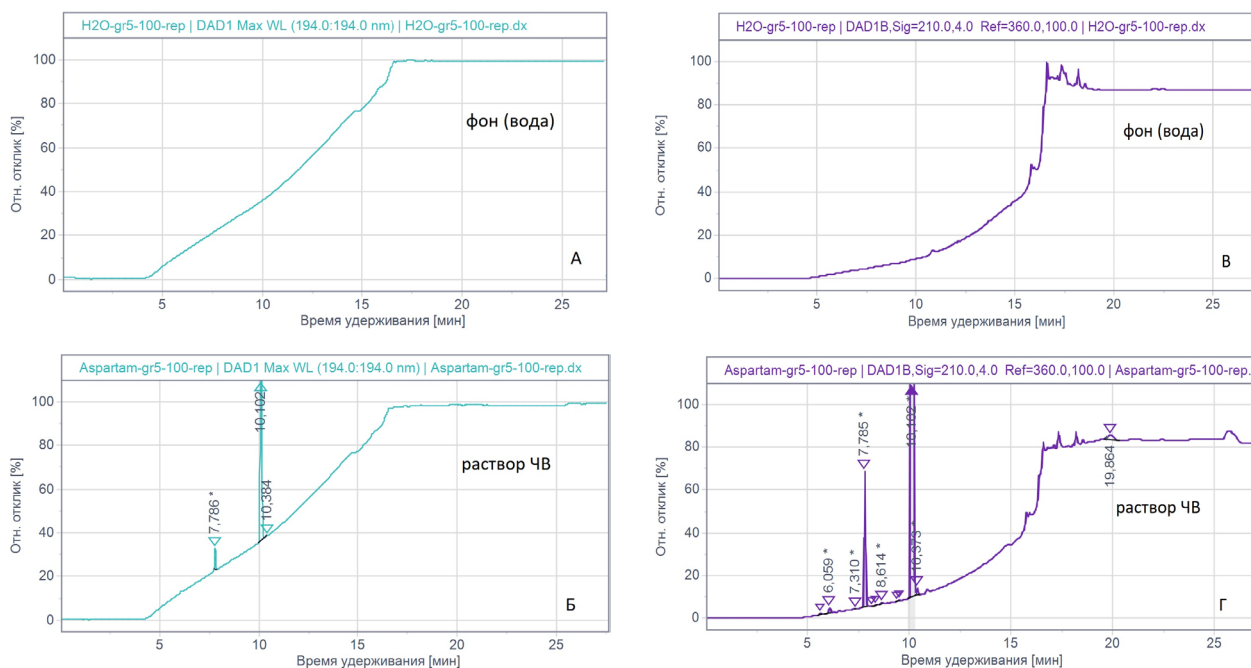


Рисунок подготовлен авторами по собственным данным / The figure is prepared by the authors using their own data

Рис. 5. Хроматограммы фона (растворитель для ЧВ – вода) – А, В и раствора ЧВ аспартам – Б, Г при разных длинах волн: А, Б – 194 нм, В, Г – 210 нм. Для пиков, отнесенных к примесным родственным соединениям, указано время удерживания

Fig. 5. Chromatograms of blank (HPLC solvent – water) – А, В and aspartame analyte solution – Б, Г at different wavelengths: А, Б – 194 nm, В, Г – 210 nm. Retention times are indicated for peaks assigned to related impurity compounds

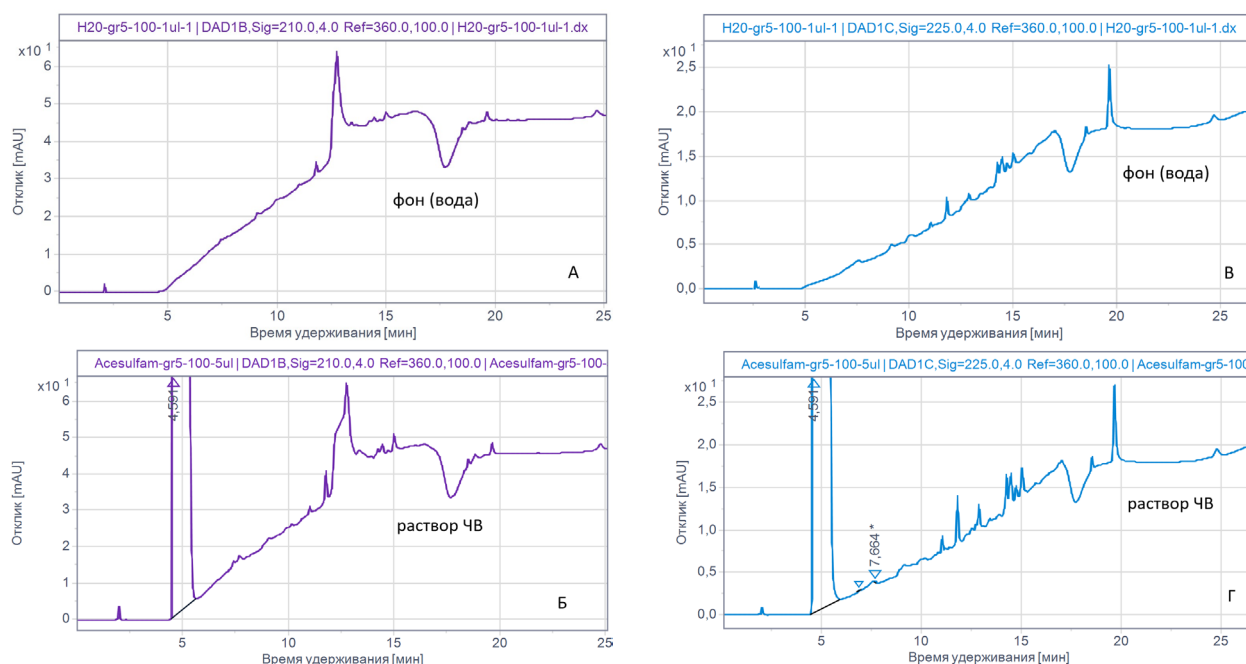


Рисунок подготовлен авторами по собственным данным / The figure is prepared by the authors using their own data

Рис. 6. Хроматограммы фона (растворитель для ЧВ – вода) – А, В и раствора ЧВ ацесульфам калия – Б, Г при разных длинах волн: А, Б – 210 нм, В, Г – 225 нм

Fig. 6. Chromatograms of blank (HPLC solvent – water) – А, В and acesulfame potassium analyte solution – Б, Г at different wavelengths: А, Б – 210 nm, В, Г – 225 nm

и градиентную программу. Примеры хроматограмм ЧВ аспартам и ацесульфам калия, полученные в оптимизированных условиях (рис. 7 и 8). Аналитические условия проведения хроматографического анализа приведены (табл. 3). Результаты измерения содержания примесей РС в аспартаме и ацесульфаме калия (табл. 4).

Таким образом были подобраны оптимальные условия, которые позволили обеспечить:

- хроматографическое разделение пиков основного и примесных компонентов;
- регистрацию максимального количества примесей родственных соединений в ЧВ.

2.2. Результаты измерения массовой доли примесей НС

Для измерений массовой доли примесей НС одним из самых технологичных подходов является использование метода гравиметрии. За суммарное содержание НС принимали остаток после прокаливании ЧВ при температуре 700 °С. Измерения для аспартама проводили при массе навески 1 г, массовая доля примесей

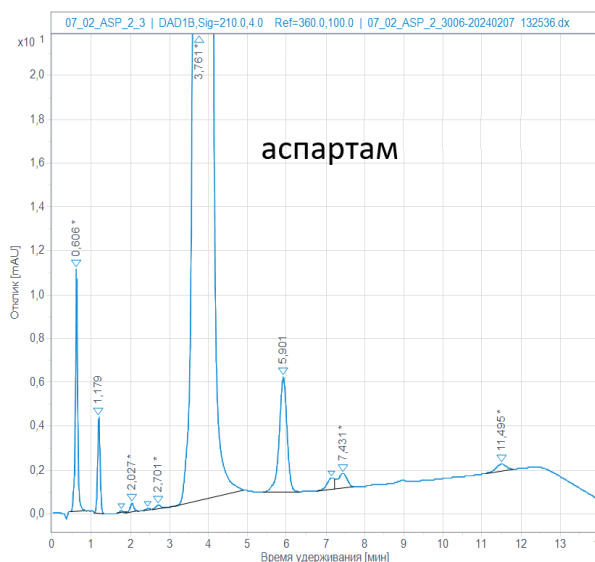


Рисунок подготовлен авторами по собственным данным / The figure is prepared by the authors using their own data

Рис. 7. Пример хроматограммы ЧВ аспартам (увеличение)

Fig. 7. Example of HPLC chromatogram of aspartame (zoomed view)

Таблица 3. Аналитические условия проведения хроматографического анализа
Table 3. Analytical conditions for chromatographic analysis

Материал для СО	Аспартам	Ацесульфам калия
Хроматографическая колонка	Zorbax Eclipse Plus C18, Agilent (100×2,1)мм, 3,5 мкм	Hypersil GOLD, Thermo (150×4,6) мм, 5 мкм
Элюент А	вода + 50 ммоль КН ₂ РO ₄ + ортофосфорная кислота (рН=4,3)	вода + 0,1 % ортофосфорной кислоты
Элюент В	метанол	ацетонитрил + 0,1 % ортофосфорной кислоты
Скорость подвижной фазы, мл/мин	0,8	1,0
Режим элюирования	0 мин – 8 % В; 11 мин – 15 % В; 13 мин – 8 % В; 16 мин – 8 % В	0 мин – 8 % В; 10 мин – 15 % В; 12 мин – 15 % В; 13 мин – 8 % В; 17 мин – 8 % В
Температура термостата колонки	30	30
Длина волны, нм	210	225

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

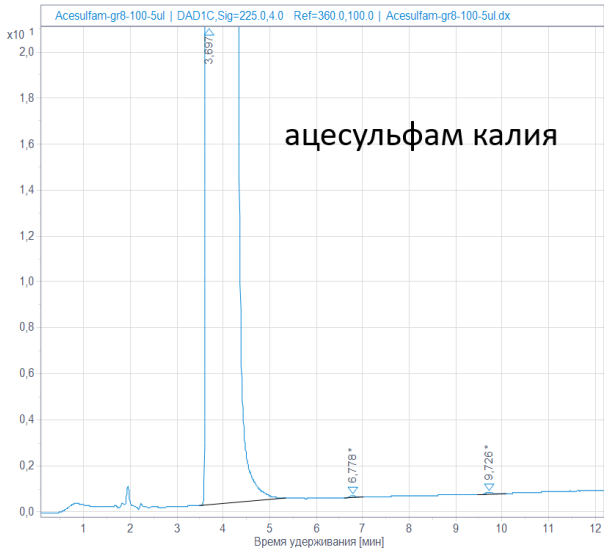


Рисунок подготовлен авторами по собственным данным /
The figure is prepared by the authors using their own data

Рис. 8. Пример хроматограммы ЧВ ацесульфам калия (увеличение)

Fig. 8. Example of HPLC chromatogram of acesulfame potassium (zoomed view)

НС в аспартаме составила 0,202 %, стандартная неопределенность – 0,006 %.

Однако метод гравиметрии не подходит для исследования веществ, являющихся солями

с неорганическими катионами и анионами. Так, при анализе ацесульфам калия под примесями НС понимали суммарную массовую долю неорганических элементов без учета калия, который является частью молекулы. В таком случае необходимо применять метод, позволяющий определять максимальное количество индивидуальных элементов. Например, метод атомно-эмиссионной спектроскопии с микроплазмой позволяет определять более 40 элементов в отличие от метода капиллярного электрофореза (использованный для подтверждения брутто-формулы ОК), который предназначен, в основном, для измерения щелочных и щелочно-земельных элементов. Применение метода капиллярного электрофореза оправдано в случае большого содержания определяемого элемента (например, когда он входит в состав молекулы), поскольку позволяет избежать значительного разбавления пробы.

В результате выполненных измерений было установлено, что ацесульфам калия содержит примесный компонент натрия в количестве 0,02 % (стандартная неопределенность 0,003 %), а также калий (по данным анализа методом капиллярного электрофореза) в количестве

18,9% (стандартная неопределенность 0,8%), что соответствует расчетному стехиометрическому значению и дополнительно подтверждает идентичность ОК.

2.3. Результаты измерения массовой доли примесей ЛОС

При определении содержания примесей ЛОС в твердых образцах ключевое значение имеет полнота вскрытия матрицы, что обеспечивает эмиссию летучих соединений из материала. Один из самых распространенных подходов, позволяющий эффективно решить эту задачу, – растворение образца в воде и последующий анализ равновесной паровой фазы над раствором. Метод статического парофазного анализа (ПФА) характеризуется высокой чувствительностью в части неполярных ЛОС ограниченно растворимых в воде (предельные и непредельные углеводороды, ароматические соединения, хлорорганические соединения). С другой стороны, гидрофильные соединения (например, низшие спирты, кетоны, амины, фенолы) имеют очень низкий коэффициент распределения между газовой и водной фазой, что приводит к неприемлемо высоким пределам детектирования. По этой причине целесообразно комбинировать аналитические методы таким образом, чтобы гарантировать

обнаружение всех примесных компонентов ЛОС в ЧВ. В данном исследовании был выполнен статический парофазный анализ над водным раствором аспартама и ацесульфам калия, а затем чистые вещества были растворены в подходящем тяжелом органическом растворителе (ДМФА) и проанализированы прямым вводом методом ГХ-ПВД.

Аналитические условия проведения измерений: хроматографическая колонка DB-624 30 м × 0,53 мм × 3 мкм; температура испарителя (инжектора) 200 °С; температура детектора 200 °С; скорость потока газа-носителя азота 8,0 см³/мин; расход воздуха 400 см³/мин; расход водорода 40 см³/мин; объем пробы 1 мм³. Условия подготовки пробы для парофазного анализа: навеска 100 мг, NaCl для высаливания 1 г, термостатирование при 65 °С / 20 мин, объем пробы 0,5 см³.

Результаты измерений содержания примесей ЛОС (табл. 4).

2.4. Результаты измерения массовой доли примеси воды

Измерения были выполнены методом кулонометрического титрования по Карлу Фишеру с использованием приставки-испарителя для твердых образцов. Температура печи 150 °С, время проведения анализа 10 мин, расход газа

Таблица 4. Результаты расчета массовой доли основного компонента

Table 4. The calculated results of the mass fraction of the main component

Измеряемая величина	Аспартам		Ацесульфам калия	
	Значение измеряемой величины, %	Стандартная неопределенность, %	Значение измеряемой величины, %	Стандартная неопределенность, %
Массовая доля примесей РС (суммарно)	0,749	0,118	0,002 3	0,000 5
Массовая доля примесей ЛОС (суммарно)	0,297	0,042	менее 0,001 0	0,000 6
Массовая доля примесей НС (суммарно)	0,202	0,006	0,020	0,003
Массовая доля примеси воды	2,530	0,06	менее 0,050	0,003
Массовая доля ОК	96,221	0,139	99,978	0,004

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

носителя 180 см³/мин. Навеска образца ацесульфам калия – 1 000 мг, аспартама – 50 мг, что учитывает предварительные данные о содержании примеси воды в материале таким образом, чтобы в титровальную ячейку попало от 0,1 до 2 мг воды. Рабочую температуру печи и время экспозиции подбирали исходя из необходимости обеспечить полное количественное извлечение воды из материала СО и сохранность ОК.

Результаты измерения содержания примеси воды представлены (табл. 4).

2.5. Результаты измерения массовой доли основного компонента методом массового баланса

Полученные результаты измерений массовой доли примесных компонентов в аспартаме и ацесульфам калия были использованы для расчета массовой доли ОК в чистых веществах методом массового баланса (табл. 4).

3. Исследования однородности и стабильности материалов-кандидатов в СО

3.1. Результаты исследования однородности

В качестве индикаторов при исследовании однородности выбраны примеси РС, так как они являются показателем (в нашем случае

регистрируется от 2 до 10 примесей в аттестуемых ЧВ), наиболее адекватно отражающим постоянство состава вещества.

Оценка однородности материалов-кандидатов в СО проведена методом однофакторного дисперсионного анализа с использованием 12 экземпляров в соответствии с ГОСТ ISO Guide 35–2015¹⁴. Результаты статистической обработки полученных данных (табл. 5).

Поскольку F меньше $F_{кр}$, партия СО является однородной. Вклад неопределенности от неоднородности СО аспартама (0,005 %) и ацесульфам калия (0,000 06 %) учитывается при расчете суммарной стандартной неопределенности аттестованного значения партии СО соответствующего состава.

3.2. Результаты исследования стабильности

При исследовании стабильности материала СО в качестве индикаторов также были выбраны примеси РС, так как они хорошо отражают поведение ОК в условиях хранения чистых веществ. Кроме того, принимая во внимание высокое содержание воды, обнаруженное

¹⁴ ГОСТ ISO Guide 35–2015 Стандартные образцы. Общие и статистические принципы сертификации (аттестации).

Таблица 5. Результаты дисперсионного анализа данных, полученных при исследовании однородности СО материалов-кандидатов в СО на основе измерений массовой доли суммы примесей родственных соединений

Table 5. Results of variance analysis for homogeneity study data of the candidate RMs based on measurements of the mass fraction of total RC impurities

Дисперсионный анализ				
Аспартам				
Источник вариации	SS	F	$F_{кр.}$	uh
Между группами (SS_n)	0,001 08	2,09	2,72	0,005
Внутри групп (SS_e)	0,000 562			
Ацесульфам калия				
Источник вариации	SS	F	$F_{кр.}$	uh
Между группами (SS_n)	$1,076 \cdot 10^{-7}$	2,65	2,72	0,000 06
Внутри групп (SS_e)	$4,43 \cdot 10^{-8}$			

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

в аспартаме, было принято решение использовать воду в качестве дополнительного индикатора стабильности для аспартама. В этой связи стабильность материала СО аспартам оценивали, измеряя суммарное содержание примесей РС и воды.

Исследование стабильности материалов СО аспартама и ацесульфам калия проведено методом ускоренного старения. Учитывая рекомендованный диапазон температур хранения чистых веществ, исследование проводили при температуре 4 °С и температуре испытаний 54 °С. Продолжительность исследования стабильности τ (в сут.) была рассчитана по формуле

$$\tau = \frac{T}{2^{\frac{t_1 - t_0}{10}}}, \quad (5)$$

где T – предполагаемый срок годности экземпляра СО, дни; t_0 , t_1 – предполагаемая температура хранения СО и температура хранения при ускоренном старении (+4 и +54 °С соответственно).

Для исследования от партии случайным образом было отобрано 11 экземпляров СО. Вials хранили в холодильнике при +4 °С и через равные промежутки времени помещали в климатическую камеру, где поддерживали постоянную температуру +54 °С. По истечении срока хранения вials извлекали из климатической камеры и исследовали в условиях повторяемости.

Максимальный срок хранения в указанных условиях составил 35 суток, что исходя из (5)

соответствует сроку годности СО до 36 месяцев (1095 суток) и охватывает предполагаемый срок годности СО до 36 месяцев.

Расчет для исследования стабильности проводили методом регрессии в соответствии с ГОСТ ISO Guide 35–2015. По результатам исследований установлен срок годности СО – 3 года.

Данные регрессионного анализа, свидетельствующие об отсутствии статистически значимых изменений аттестуемой характеристики (табл. 6).

Вклад неопределенности от нестабильности СО: 0,008 % – для аспартама, 0,0002 % – для ацесульфам калия – учитывали при расчете суммарной стандартной неопределенности аттестованного значения партии СО. Исследования кратковременной стабильности не проводились, поскольку температура и длительность исследования долгосрочной стабильности изохронным методом позволяют говорить о стабильности СО в процессе транспортировки.

4. Метрологические характеристики СО

Расчет бюджета неопределенности для разработанных СО

Представлены бюджет неопределенности (табл. 7), метрологические характеристики (табл. 8).

Заключение

В результате выполненных исследований разработаны и внесены в реестр утвержденных типов стандартных образцов СО состава

Таблица 6. Результаты оценивания стабильности материалов-кандидатов СО

Table 6. Stability assessment results of the candidate RMs

Измеряемая величина	Промежуточные результаты расчетов					Стандартная неопределенность от нестабильности, u_{stab} , %
	b_1	b_0	$S(b_1)$	$ b_1 /S(b_1)$	$t_{0,95, n-2}$	
Аспартам						
Массовая доля РС, %	$-5,94 \cdot 10^{-5}$	0,75	$1,09 \cdot 10^{-5}$	0,574	2,26	0,008
Ацесульфам калия						
Массовая доля РС, %	$6,96 \cdot 10^{-8}$	0,002 2	$1,38 \cdot 10^{-7}$	0,50	2,26	0,000 3

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

Таблица 7. Бюджет неопределенности СО аспартама и ацесульфам калия

Table 7. Uncertainty budget of aspartame and potassium acesulfame RMs

№	Источник неопределенности	Тип оценки	Стандартная неопределенность, (вклад) %	
			Аспартам	Ацесульфам калия
1	Характеризация материала СО	А, В	0,14	0,004
2	Неоднородность материала СО	А	0,005	0,000 06
3	Нестабильность материала СО	А	0,008	0,000 3
Суммарная стандартная неопределенность, $u_c(w_B)$			0,14	0,004
Расширенная неопределенность (при $P=0,95$, $k=2$), $U(w_B)=2u_c(w_B)$			0,28	0,008
Принято			0,3	0,01

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

Таблица 8. Нормированные метрологические характеристики ГСО

Table 8. Standardized metrological characteristics of GSO

Номер ГСО	Наименование аттестуемой характеристики	Интервал допускаемых аттестованных значений, %	Границы допускаемых значений абсолютной погрешности (при $P=0,95$), %	Допускаемые значения расширенной неопределенности (при $k=2$ и $P=0,95$), %
ГСО 12731-2024	Массовая доля аспартама	от 94 до 99,99	от 0,01 до 3	от 0,01 до 3
ГСО 12732-2024	Массовая доля ацесульфам калия	от 94 до 99,99	от 0,01 до 3	от 0,01 до 3

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

аспартама ГСО 12731-2024 (Асп-ВНИИМ) и СО состава ацесульфам калия ГСО 12732-2024 (АцК-ВНИИМ), метрологически прослеживаемые к единице величины «массовая доля компонента», воспроизводимой Государственным первичным эталоном ГЭТ 208-2024.

При определении аттестованной характеристики СО – массовой доли основного компонента в чистых веществах методом массового баланса приняты во внимание особенности химического строения аспартама и ацесульфам калия, которые в полной мере учтены при формировании алгоритма определения чистоты органических веществ различной химической природы.

Разработанные СО преимущественно надлежит применять в пищевой и фармацевтической промышленности при контроле качества и безопасности пищевой и фармацевтической продукции, в научных исследованиях. СО предназначены также для применения в сфере государственного метрологического контроля и надзора, в том числе при поверке и/или калибровке средств измерений, экологическом мониторинге, контроле качества продукции и при испытаниях средств измерений и стандартных образцов в целях утверждения типа.

Благодарности: Авторы выражают благодарность Федеральному агентству по техничес-

кому 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»).

Acknowledgments: The authors express gratitude to the Federal Agency for Technical Regulating and Metrology (Rosstandart) for financial support within the framework of the implementation of development work on the subject «Development and production of new sets of 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»).

Вклад авторов: Все авторы внесли вклад в концепцию и дизайн исследования. Крылов А. И. – администрирование проекта, разработка концепции исследований, общее руководство проведением работ; Михеева А. Ю. – руководство исследованием, проведение исследования, валидация, проверка и редактирование текста рукописи, формулировка выводов; Лопушанская Е. М. – проведение исследования, создание черновика рукописи; Чернова Е. Н. – создание рукописи и ее редактирование, визуализация; Спирин С. В. – проведение исследования, подготовка комплекта документов по разработке и испытаниям стандартного образца.

Contribution of the authors: All authors contributed to the concept and design of the study. Krylov A. I. – project administration, development of the research concept, general management of work; Mikheeva A. Yu. – research management, conducting research, validation, revision of the text, formulation of conclusions; Lopushanskaya E. M. – conducting research, creating a draft manuscript; Chernova E. N. – creation of the manuscript and its editing, visualization; Spirin S. V. – conducting research, preparation of a set of documents on the development and testing of a reference material.

Финансирование: Работа выполнена в рамках 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 the Government Contract No. 120–38/2023 dated 17.05.2023 for the implementation of experimental design work on the subject «Development and production of new sets of 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»).

Конфликт интересов: Крылов А. И. является членом редакционного совета 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 о беспристрастности оценки полученных данных. Остальные авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов, требующего раскрытия в данной статье.

Conflict of interest: Krylov A. I. is a member of the Editorial Board of the journal «Measurement Standards. Reference Materials», but this has nothing to do with the decision to publish the article. The article has undergone the peer review procedure adopted by the journal. The authors are employees of the journal 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 other authors declare no conflict of interest.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Натуральные и искусственные подсластители: свойства и экспертиза качества / К. К. Полянский [и др.] М. : ДеЛи принт, 2009. 252 с.
2. Влияние сахарозаменителей на углеводный обмен, метаболические показатели и кишечную микробиоту / Н. В. Силина [и др.] // Ожирение и метаболизм. 2024. Т. 21, № 1. С. 58–67. <https://doi.org/10.14341/omet13020>
3. Sezgin B., Arli G., Can N. Ö. Simultaneous HPLC-DAD determination of seven intense sweeteners in foodstuffs and pharmaceuticals using a core-shell particle column // *Journal of Food Composition and Analysis*. 2021. Vol. 97. P. 103768. <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2020.103768>
4. Serdar M., Knežević Z. Determination of artificial sweeteners in beverages and special nutritional products using high performance liquid chromatography // *Archives of Industrial Hygiene and Toxicology*. 2011. Vol. 62. P. 169–173. <https://doi.org/10.2478/10004-1254-62-2011-2084>
5. Zyglar A., Wasik A., Namieśnik J. Analytical methodologies for determination of artificial sweeteners in foodstuffs // *TrAC Trends in Analytical Chemistry*. 2009. Vol. 28 (9). P. 1082–1102. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2009.06.008>
6. Михеева А. Ю., Лопушанская Е. М., Крылов А. И. Совершенствование Государственного первичного эталона в области органического анализа ГЭТ 208 // *Эталоны. Стандартные образцы*. 2024. Т. 20, № 4. С. 5–19. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-4-5-19>
7. Михеева А. Ю. Измерение чистоты органических веществ: общие подходы и разработка оптимальной процедуры исследований чистого органического вещества // *Измерительная техника*. 2024. Т. 73, № 8. С. 56–68. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2024-8-56-68>
8. An approach to the metrologically sound traceable assessment of the chemical purity of organic reference materials / D. L. Duewer [et al.] // *NIST Special Publication*. 2004. № 1012. 55 p.
9. Mass balance method for the SI value assignment of the purity of organic compounds / S. Westwood [et al.] // *Analytical Chemistry*. 2013. Vol. 85, Iss. 6. P. 3118–3126. <https://doi.org/10.1021/ac303329k>
10. Мильман Б. Л., Журкович И. К. Обобщенные критерии идентификации химических соединений методами хроматографии – масс-спектрометрии // *Аналитика и контроль*. 2020. Т. 24, № 3. С. 164–173. <https://doi.org/10.15826/analitika.2020.24.3.003>
11. Stamp J. A., Labuza T. P. Mass spectrometric determination of aspartame decomposition products. Evidence for β -isomer formation in solution // *Food Additives & Contaminants*. 1989. Vol. 6, Iss. 4. P. 397–414. <https://doi.org/10.1080/02652038909373799>
12. Qin X.-Z. Atmospheric pressure chemical ionization tandem mass spectra of α - and β -aspartame // *Journal of Mass-spectrometry*. 1998. Vol. 33, Iss. 1. P. 55–63. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1096-9888\(199801\)33:1<55::AID-JMS609>3.0.CO;2-A](https://doi.org/10.1002/(SICI)1096-9888(199801)33:1<55::AID-JMS609>3.0.CO;2-A)

REFERENCES

1. Polyansky K. K., Rudakov O. B., Podporinova G. K., Khripushin V. V., Verzilina N. D. Natural and artificial sweeteners: properties and quality assessment. Moscow : DeLi print; 2009. 252 p. (In Russ.).
2. Silina N. V., Mazurina N. V., Ershova E. V., Komshilova K. A. The effect of sweeteners on carbohydrate metabolism, metabolic parameters and intestinal microbiota. *Obesity and Metabolism*. 2024;21(1):58–67. (In Russ.). <https://doi.org/10.14341/omet13020>
3. Sezgin B., Arli G., Can N. Ö. Simultaneous HPLC-DAD determination of seven intense sweeteners in foodstuffs and pharmaceuticals using a core-shell particle column. *Journal of Food Composition and Analysis*. 2021;97:103768. <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2020.103768>
4. Serdar M., Knežević Z. Determination of artificial sweeteners in beverages and special nutritional products using high performance liquid chromatography. *Archives of Industrial Hygiene and Toxicology*. 2011;62:169–173. <https://doi.org/10.2478/10004-1254-62-2011-2084>
5. Zyglar A., Wasik A., Namieśnik J. Analytical methodologies for determination of artificial sweeteners in foodstuffs. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*. 2009;28(9):1082–1102. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2009.06.008>
6. Mikheeva A. Yu., Lopushanskaya E. M., Krylov A. I. Improvement of the State Primary Standard in the field of organic analysis GET 208. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2024;20(4):5–19. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/207711772024204-5-19>
7. Mikheeva A. Yu. Measuring the purity of organic chemicals: general approaches and development of an appropriate procedure for research of pure organic chemicals. *Izmeritel'naya Tekhnika*. 2024;73(8):56–68. (In Russ.). <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2024-8-56-68>
8. Duewer D. L., Parris R. M., White V. E., May W. E. An approach to the metrologically sound traceable assessment of the chemical purity of organic reference materials. *NIST Special Publication*. 2004;1012:55.

9. Westwood S., Choteau T., Daireaux A., Josephs R. D., Wielgosz R. I. Mass balance method for the SI value assignment of the purity of organic compounds. *Analytical Chemistry*. 2013;85(6):3118–3126. <https://doi.org/10.1021/ac303329k>
10. Milman B. L., Zhurkovich I. K. Summarized criteria of chemical compounds identification by chromatography-mass spectrometry. *Analitika i kontrol' [Analytics and Control]*. 2020;24(3):164–173. (In Russ.). <https://doi.org/10.15826/analitika.2020.24.3.003>
11. Stamp J. A., Labuza T. P. Mass spectrometric determination of aspartame decomposition products. Evidence for β -isomer formation in solution. *Food Additives & Contaminants*. 1989;6(4):397–414. <https://doi.org/10.1080/02652038909373799>
12. Qin X.-Z. Atmospheric pressure chemical ionization tandem mass spectra of α - and β -aspartame. *Journal of Mass-spectrometry*. 1998;33(1):55–63. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1096-9888\(199801\)33:1<55::AID-JMS609>3.0.CO;2-A](https://doi.org/10.1002/(SICI)1096-9888(199801)33:1<55::AID-JMS609>3.0.CO;2-A)

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Крылов Анатолий Иванович – д-р хим. наук, руководитель отдела госэталонов в области органического и неорганического анализа ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19
e-mail: akrylov@b10.vniim.ru

Михеева Алена Юрьевна – канд. хим. наук, заместитель руководителя отдела госэталонов в области органического и неорганического анализа ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19
e-mail: may@b10.vniim.ru
<https://orcid.org/0000-0003-1032-5653>

Лопушанская Елена Михайловна – ведущий инженер отдела госэталонов в области органического и неорганического анализа ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19
e-mail: e.m.lopushanskaya@vniim.ru

Чернова Екатерина Николаевна – старший научный сотрудник отдела госэталонов в области органического и неорганического анализа ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19
e-mail: e.n.chernova@vniim.ru
<https://orcid.org/0000-0002-2135-4540>

Спирин Сергей Владимирович – и. о. руководителя лаборатории отдела госэталонов в области органического и неорганического анализа ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19
e-mail: s.v.spirin@vniim.ru
<https://orcid.org/0009-0005-4405-4777>

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Anatoliy I. Krylov – Dr. Sci. (Chem.), Department Head of the Department of State Measurement Standards in the field of Organic and Inorganic Analysis, D. I. Mendeleev Institute for Metrology
19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia
e-mail: akrylov@b10.vniim.ru

Alena Yu. Mikheeva – Cand. Sci. (Chem.), Deputy Head of the Department of State Measurement Standards in the field of Organic And Inorganic Analysis, D. I. Mendeleev Institute for Metrology
19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia
e-mail: may@b10.vniim.ru
<https://orcid.org/0000-0003-1032-5653>

Elena M. Lopushanskaya – Leading Engineer of the Department of State Measurement Standards in the field of Organic and Inorganic Analysis, D. I. Mendeleev Institute for Metrology
19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia
e-mail: e.m.lopushanskaya@vniim.ru

Ekaterina N. Chernova – Senior Researcher of the Department of State Measurement Standards in the field of Organic And Inorganic Analysis, D. I. Mendeleev Institute for Metrology
19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia
e-mail: e.n.chernova@vniim.ru
<https://orcid.org/0000-0002-2135-4540>

Sergey V. Spirin – Head of the Department of State Measurement Standards in the field of Organic and Inorganic Analysis, D. I. Mendeleev Institute for Metrology
19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia
e-mail: s.v.spirin@vniim.ru
<https://orcid.org/0009-0005-4405-4777>

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Научная статья

УДК 006.034:543.612.2:546.14

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-40-61>



Разработка стандартного образца состава бромида калия

А. В. Соби́на , Е. П. Соби́на , А. Ю. Шимо́лин 

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

✉ sobinaav@uniim.ru

Аннотация: Получение достоверных результатов измерений содержания компонентов в составах различных объектов требует применения стандартных образцов с аттестованным содержанием интересующего компонента. Простое вещество бром – летучая ядовитая жидкость – не может выступать исходным материалом для приготовления стандартного образца состава химического элемента брома. Оптимальным материалом для такого стандартного образца является соль брома – бромид калия.

Цель представленного в статье исследования – разработать сертифицированный стандартный образец состава бромида калия на основе одноименной соли высокой чистоты с аттестованной характеристикой «массовая доля бромида калия».

Измерения массовой доли основного компонента в бромиде калия проведены двумя способами. Первый, прямой, предполагал использование метода кулонометрического титрования с поправками на мешающие примеси, определенные методом ионной хроматографии. Второй, косвенный, основывался на схеме «100 процентов минус сумма примесей» и учитывал их ионные формы.

Показано, что прямой и косвенный способы установления массовой доли бромида калия дают согласующиеся результаты: $(99,871 \pm 0,029)$ и $(99,873 \pm 0,017)\%$ соответственно. Проведены исследования однородности, кратковременной и долговременной стабильности методом кулонометрического титрования. В итоге разработан стандартный образец состава бромида калия ГСО 12300-2023 с интервалом аттестованных значений массовой доли бромида калия $(99,5–100)\%$, расширенной неопределенностью аттестованного значения $0,05\%$ при $k=2$. Аттестованное значение и расширенная неопределенность массовой доли бромида калия для партии стандартного образца составили $(99,87 \pm 0,05)\%$.

Особенностью реализованного в данной работе косвенного способа определения массовой доли бромида калия является построение модели химического состава анализируемого объекта на основе априорных и экспериментальных данных с использованием двух базовых принципов при суммировании содержания примесей: условия материального (массового) баланса и принципа электронейтральности. Описанный косвенный способ является достаточно общим, для высокочистых солей позволяет достичь относительной расширенной неопределенности при $k=2$ менее $0,02\%$. В аналитической практике указанный способ применим для оценивания чистоты других солей металлов, когда требуется высокая точность.

Представленный в публикации сертифицированный стандартный образец может быть использован для обеспечения метрологической прослеживаемости результатов измерений как в титриметрии в осадительном титровании, так и в элементном анализе. Он уместен также для приготовления или контроля аттестованных значений стандартных образцов состава раствора бромид-ионов, в том числе в многокомпонентной смеси с другими анионами.

Ключевые слова: чистота соли, бромид калия, массовая доля основного компонента, кулонометрическое титрование, массовая доля примесей, государственный первичный эталон, сертифицированный стандартный образец, ГЭТ 176, масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой, ионная хроматография

Для цитирования: Собина А. В., Собина Е. П., Шимолин А. Ю. Разработка стандартного образца состава бромида калия // Эталон. Стандартные образцы. 2025. Т. 21, № 3. С. 40–61. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-40-61>

Статья поступила в редакцию 11.06.2025; одобрена после рецензирования 09.09.2025; принята к публикации 25.09.2025.

REFERENCE MATERIALS

Research Article

Development of a Reference Material for Potassium Bromide Composition

Alena V. Sobina  , Egor P. Sobina , Alexander Yu. Shimolin 

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

 sobinaav@uniim.ru

Abstract: To obtain reliable measurement results for the content of components in various materials, reference materials with certified content of the studied component are required. Elemental bromine, being a volatile and toxic liquid, is unsuitable as a source material for the preparation of a reference material for the chemical element bromine. The most optimal choice for the reference material is a bromine salt – potassium bromide.

The aim of the study is to develop a certified reference material for composition of potassium bromide based on the same high-purity salt with the certified characteristic «mass fraction of potassium bromide». The mass fraction of the main component in potassium bromide was measured using two methods: a direct method employing coulometric titration with corrections for interfering impurities determined by ion chromatography, and an indirect method based on the scheme of 100% minus the sum of impurities, taking into account their ionic forms.

It is shown that the direct and indirect methods for determining the mass fraction of potassium bromide yield consistent results: (99.871 ± 0.029) and $(99.873 \pm 0.017)\%$, respectively. Studies of homogeneity, as well as short-term and long-term stability, were conducted using the coulometric titration. A reference material for potassium bromide composition, GSO 12300-2023, was developed with an interval of certified values of the mass fraction of potassium bromide (99.5–100)% and an expanded uncertainty of the certified value of 0.05% at $k=2$. The certified value and expanded uncertainty of the mass fraction of potassium bromide for a batch of the reference material were $(99.87 \pm 0.05)\%$.

A distinctive feature of the indirect method for determining the mass fraction of potassium bromide implemented in this work is the construction of a chemical composition model of the analyzed object. This model is based on both a priori and experimental data and utilizes two fundamental principles when summing impurity contents: the condition of material (mass) balance and the principle of electroneutrality. The described indirect method is sufficiently universal. For high-purity salts, it enables achieving a relative

expanded uncertainty (at $k=2$) of less than 0.02 %. This method can be adopted in analytical practice for assessing the purity of other metal salts where high accuracy is required.

The developed certified reference material can be used to ensure the metrological traceability of measurement results in both titrimetry (precipitation titration) and elemental analysis. It can also be utilized for the preparation or control of certified values for reference materials of bromide ion solution composition, including those in multicomponent mixtures with other anions.

Keywords: salt purity, potassium bromide, mass fraction of the main component, coulometric titration, mass fraction of impurities, state primary standard, certified reference material, GET 176, inductively coupled plasma mass spectrometry, ion chromatography

For citation: Sobina A. V., Sobina E. P., Shimolin A. Yu. Development of a reference material for potassium bromide composition. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2025;21(3):40–61. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-40-61>

The article was submitted 11.06.2025; approved after reviewing 09.09.2025; accepted for publication 25.09.2025.

Введение

Стандартные образцы (СО) состава чистых веществ и их растворов являются носителями информации о содержании аттестованных в них компонентов. Также они играют роль средств передачи единиц величин, характеризующих химический состав веществ и материалов, от государственного первичного эталона единиц величин, к которому реализована метрологическая прослеживаемость их аттестованных характеристик. СО необходимы для построения калибровочной (градуировочной) зависимости аналитического сигнала от содержания определяемого компонента для большинства инструментальных аналитических методов. Наилучшим исходным материалом для приготовления СО состава растворов элементов служат чистые металлы. Для элементов-неметаллов, а также щелочных и щелочноземельных металлов, нестабильных на воздухе, в качестве исходных веществ для приготовления СО чаще всего используют соли, в состав которых входит интересующий элемент [1]. В свете требований обеспечения метрологической прослеживаемости аналитических измерений вопросы оценки чистоты солей приобретают особую актуальность, что подтверждается, например, постоянным интересом международного метрологического сообщества к проведению и участию в международных ключевых сличениях по определению чистоты солей металлов под эгидой Консультативного Комитета по количеству

вещества – Метрология в химии и биологии Международного Бюро мер и весов [2–5], а также проектами Международного совета теоретической и прикладной химии IUPAC¹, затрагивающими вопросы оценки чистоты веществ, соответствующей неопределенности и рисков принятия ложных решений при оценке соответствия вещества или материала [6–7].

Бром как чистое вещество представляет собой едкую, летучую жидкость и не может служить исходным материалом для приготовления сертифицированного СО состава химического элемента брома. В таких случаях общемировая практика – использовать соли интересующего элемента. Соль брома – бромид калия – с известным содержанием основного компонента может выступать исходным веществом для приготовления СО растворов бромид-ионов [1], а также использоваться в элементном анализе для обеспечения прослеживаемости измерений содержания калия и брома. Бромид калия также применяется в качестве установочного вещества в осадительной титриметрии (аргентометрии) в методиках определения содержания компонентов в различных объектах, а также совместно с броматом калия в качестве источника молекулярного брома для окислительно-восстановительного титрования [8–10]. Поэтому

¹ IUPAC Project 2019-012-1-500. Influence of a mass balance constraint on uncertainty of test results of a substance or material and risks in its conformity assessment, 2019. <https://iupac.org/project/2019-012-1-500> (дата обращения: 05.06.2025).

бромид калия является оптимальным объектом для исследования в целях создания СО на его основе сначала СО состава бромида калия, затем СО состава растворов бромид-ионов, в том числе многокомпонентных СО, где бромид-ионы присутствуют в смеси с другими анионами.

Общие подходы к оцениванию содержания основного компонента в чистых веществах на основе анализа примесного состава описаны в работах [11–14]. В руководстве² даны рекомендации по выбору способа оценки массовой доли основного компонента в чистых металлах в зависимости от целевой неопределенности результата измерений, приведен алгоритм расчета неопределенности для косвенного способа определения чистоты металлов на основе оценки примесей. В работах [15–17] приведены порядок действий и алгоритм оценки неопределенности измерений массовой доли основного компонента применительно к солям металлов на примере хлорида калия и йодата калия. Показано, что расхождение между результатами измерений массовой доли основного компонента на основе примесного состава с учетом и без учета ионных форм присутствующих примесей может быть существенным. Так, для сложного многокомпонентного объекта хлорида калия флотационного без учета ионных форм присутствующих примесей результат измерений массовой доли хлорида калия оказался на 1,9% выше результата, полученного с учетом ионных форм [16]. Для чистых солей металлов из-за меньшей доли примесей завышение в общем случае гораздо менее выражено и даже не всегда может быть значимым на уровне точности применяемых методов, как, например, в работе [18].

Цель настоящего исследования – продолжить экспериментальное опробование ранее изложенных прямого и косвенного способов³ оцен-

ки чистоты солей металлов [15–17] и разработать СО состава бромида калия (KBr) на основе одноименной соли высокой чистоты с аттестованной характеристикой – массовой долей бромида калия и значениями погрешности/расширенной неопределенности аттестованных значений на уровне 0,05% с установленной метрологической прослеживаемостью к единицам SI.

В задачи исследования входит:

– выполнить измерения и сопоставить результаты измерений массовой доли основного компонента в чистой соли бромида калия, полученных двумя способами: прямым (когда измеряют непосредственно массовую долю бромида калия методом кулонометрического титрования, измеряют мешающие примеси методом ионной хроматографии и вносят поправку на примеси) и косвенным (когда определяют содержание примесей методами масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой, ионной хроматографии и затем проводят расчет по схеме «100% минус сумма примесей» с учетом ионных форм присутствия примесей);

– провести исследования однородности и стабильности материала СО; установить метрологические характеристики СО; провести испытания в целях утверждения типа СО.

Материалы и методы

Объект исследования

В качестве объекта был взят реактив калия бромистого (бромида калия) квалификации «ос. ч. 3-4» по ТУ 6-09-476-76⁴.

Аппаратура для анализа

Массовую долю бромида калия в материале СО определяли по реакции осаждения с применением эталонной установки, реализующей метод кулонометрического титрования, входящей

Комитета мер и весов (МКМВ). Понятия также применяются в МИ 3560–2016 «Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Оценка неопределенности измерений массовой доли основного компонента в неорганических веществах» (ФГУП «УНИИМ», 2016). Не следует путать с терминологией прямых и косвенных измерений по РМГ 29–2013 «Рекомендации по межгосударственной стандартизации. Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения» (М.: Стандартинформ, 2014).

⁴ ТУ 6-09-476-76 Калий бромид (Калий бромистый).

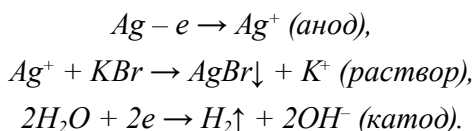
² Vogl J. Roadmap for the purity determination of pure metallic elements. Basic principles and helpful advice. 2017. P. 9.

³ В данной статье термины «прямой способ» и «косвенный способ» определения чистоты веществ применяются в соответствии с терминологией, принятой Рабочей группой по неорганическому анализу Консультативного Комитета по количеству вещества – Метрология в химии и биологии (Consultative Committee on Amount of Substance – Metrology in Chemistry and Biology – CCQM) Международного

в состав Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176 [19].

Методы анализа

Предварительно высушенную пробу бромида калия титровали ионами серебра (I), электролитически растворяемыми с серебряного генераторного анода. При этом протекали реакции:



Массу прореагировавшего бромида калия определяли по количеству электричества, прошедшего через раствор от начала титрования до достижения точки конца титрования (ТКТ), согласно закону Фарадея:

$$m = \frac{M \cdot I \cdot t}{z \cdot F}, \quad (1)$$

где m – масса определяемого вещества, г; M – молярная масса определяемого вещества, для бромида калия равная $M = 119,0023$ г/моль [20]; I – сила генераторного тока, А; t – время генерирования ионов серебра, с; z – число электронов, участвовавших в реакции ($z = 1$); F – постоянная Фарадея, принятая равной $96485,33212$ Кл/моль⁵.

Для титрования применяли кулонометрическую ячейку вертикального типа. Во время проведения экспериментальных работ кулонометрическую ячейку затемняли с помощью светонепроницаемой полимерной пленки. Генераторным анодом служила серебряная пластина размером $100 \times 10 \times 1$ мм. В качестве катода использовали платиновую сетку 300-3 по ГОСТ 6563⁶. Точку конца титрования (ТКТ) определяли потенциометрически с применением Ag-селективного электрода и анализатора жидкости, используемого в режиме измерений

⁵ Mohr P. J. et al. CODATA Recommended Values of the Fundamental Physical Constants: 2022. <https://arxiv.org/pdf/2409.03787> (дата обращения: 05.06.2025).

⁶ ГОСТ 6563–2016 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия.

ЭДС. Использованные методы анализа, аппаратура и определяемые с их помощью показатели приведены в табл. 1.

Результаты и обсуждение

Построение модели химического состава анализируемого объекта

При построении модели химического состава бромида калия для вычисления массовой доли бромида калия опирались на априорные и экспериментальные данные, а также на фундаментальные закономерности и ряд предположений, которые приведем ниже.

1. В соответствии с уравнением материального баланса сумма содержания всех компонентов в анализируемой соли составляет 100 %, т. е.

$$\sum_{i=1}^n w_i = 100\%, \quad (2)$$

где w_i – массовая доля i -го компонента, %; n – количество компонентов.

2. В соответствии с принципом электронейтральности вещество (в нашем случае бромид калия) является незаряженным и имеет ионное строение; бромид калия легко растворяется в воде, поэтому, вероятно, все солеобразующие элементы входят в состав анионов и катионов, для которых справедливо уравнение

$$\sum_{i=1}^k v_{Z+,i} - \sum_{i=1}^{n-k} v_{Z-,i} = 0, \quad (3)$$

где n – количество компонентов (ионов); k – количество катионов; $n-k$ – количество анионов; Z – заряд иона; v_i – содержание i -го иона, моль/кг (содержание компонента в единицах моль/кг показывает число молей данного компонента в 1 кг анализируемого образца).

3. Методом ионной хроматографии при разложении пробы бромида калия деионизированной водой подтверждено наличие примесных ионов:

– аниона Cl^- (результат измерений массовой доли хлорид-ионов составил $w_{\text{Cl}^-} = 0,0642$ %, относительная расширенная неопределенность 8 % при $k=2$, $p=0,95$);

– катиона Na^+ (результат измерений массовой доли ионов натрия $w_{\text{Na}^+} = 0,0166$ %, относительная расширенная неопределенность 7 % при $k=2$, $p=0,95$).

Таблица 1. Методы анализа, аппаратура и определяемые с их помощью показатели состава бромида калия

Table 1. Methods of analysis, equipment, and the determined characteristics of the potassium bromide composition

Метод анализа	Аппаратура	Реактивы, СО	Определяемый показатель
<i>Качественный анализ</i>			
Ионная хроматография	Ионный хроматограф Dionex Integrion (Thermo Fisher Scientific, США), оснащенный детектором по электропроводности	Вода деионизированная с удельной электрической проводимостью не более 1 мкСм/см; СО состава растворов ионов утвержденного типа	Присутствующие анионы и катионы
<i>Количественный анализ</i>			
Кулонометрическое титрование	Эталонная установка, реализующая метод кулонометрического титрования в составе ГЭТ 176*	Калий бромистый «ос. ч.»; натрий азотнокислый «х. ч.»; натрий уксуснокислый 3-водный «х. ч.»; уксусная кислота ледяная; этанол высокочистый; кислота азотная «ос. ч.»; вода деионизированная	Массовая доля анионов, образующих осадок с ионами серебра, в пересчете на бромид калия, %
МС-ИСП	Эталонная установка, реализующая метод МС-ИСП в составе ГЭТ 176* (на основе масс-спектрометра с индуктивно связанной плазмой NexION2000B (PerkinElmer Inc., США))	Вода деионизированная; кислота азотная «ос. ч.», дополнительно очищенная с помощью системы некипящей перегонки кислот; СО состава растворов ионов утвержденного типа; эталоны сравнения в виде чистых веществ из коллекции УНИИМ – филиала ВНИИМ им. Д. И. Менделеева	Массовая доля примесей, %

* ГЭТ 176–2019 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии [19].

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

4. Методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (МС-ИСП) измерены массовые доли еще 68 элементов. Содержание 23 элементов превышает предел обнаружения масс-спектрометра: Na, Rb, Ca, Fe, Ti, Mg, Mo, Ba, Al, Hg, Cr, Mn, Co, As, Sr, Pd, Ag, Pt, Bi, Ni, Cu, Pb, Cl (результаты приведены в табл. 2), из них значимые (с массовой долей более 0,001 %) – Na и Rb.

5. Исходя из наиболее устойчивых степеней окисления для каждого из 68 элементов, сделали предположение о форме нахождения данного элемента в анализируемом объекте. Поскольку бромид калия растворим

в деионизированной воде без видимого нерастворимого остатка, предположили, что основные элементы примесей присутствуют в соли в виде следующих растворимых в воде катионов и анионов: Na^+ , Rb^+ , Ca^{2+} , Fe^{3+} , Ti^{4+} , Mg^{2+} , MoO_4^{2-} , Ba^{2+} , Al^{3+} , Hg^{2+} , Cr^{3+} , Mn^{2+} , Co^{2+} , AsO_3^{3-} , Sr^{2+} , Pd^{4+} , Ag^+ , Pt^{4+} , Bi^{3+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Pb^{2+} , Cl^- .

Рассчитали содержания каждого элемента-примеси с учетом ионной формы путем умножения количества вещества элемента, полученного из результатов измерений его массовой доли методом МС-ИСП, на молярную массу иона (табл. 2).

Таблица 2. Результаты определения примесей в бромиде калия методами масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой и ионной хроматографии (ИХ), предполагаемые ионные формы присутствия элементов в бромиде калия, значения эквивалентных содержаний ионной формы с учетом знака заряда (для вычисления избытка анионов или катионов), значения массовых долей компонентов в предполагаемой ионной форме с соответствующей расширенной неопределенностью, учтенных при вычислении результата определения массовой доли основного компонента косвенным способом

Table 2. Results of the determination of impurities in potassium bromide by inductively coupled plasma mass spectrometry and ion chromatography (IC); proposed ionic forms of the elements present in potassium bromide; values of the equivalent content of ionic forms taking into account the charge sign (for calculating the excess of anions or cations); values of the mass fractions of components in the proposed ionic form with the corresponding expanded uncertainty, taken into account when calculating the result of the determination of the mass fraction of the main component by the indirect method

№	Элемент	Массовая доля элемента %	Результат измерений (Result) или предел обнаружения (LOD)	Предполагаемая ионная форма	Содержание заряженной ионной формы/соединения, моль/кг	Массовая доля ионной формы/соединения, %	Расширенная неопределенность массовой доли ионной формы/соединения ($k=2$, $p=0,95$), %	Метод анализа
1	Li	0,0000020	LOD	Li^+	0,0000014	0,0000010	0,00000098	МС-ИСП
2	Be	0,00000061	LOD	Be^{2+}	0,00000067	0,00000030	0,00000030	МС-ИСП
3	B	0,00010	LOD	BO_3^{3-}	-0,000139	0,00027	0,000272	МС-ИСП
4	Na	0,0166	Result	Na^+	0,00723	0,0166	0,001162	ИХ
5	Mg	0,000050	Result	Mg^{2+}	0,0000415	0,000050	0,000015	МС-ИСП
6	Al	0,000031	Result	Al^{3+}	0,0000343	0,000031	0,0000093	МС-ИСП
7	Si	0,00040	LOD	SiO_4^{4-}	-0,000285	0,00066	0,00066	МС-ИСП
8	P	0,00039	LOD	PO_4^{3-}	-0,000190	0,00060	0,00060	МС-ИСП
9	S	0,00001	LOD	SO_4^{2-}	-0,00000312	0,000015	0,000015	МС-ИСП
10	Cl	0,0642	Result	Cl^-	-0,0181	0,0642	0,00520	ИХ
11	Ca	0,00083	Result	Ca^{2+}	0,000414	0,00083	0,00025	МС-ИСП
12	Sc	0,000020	LOD	Sc^{3+}	0,0000067	0,0000010	0,0000010	МС-ИСП
13	Ti	0,000086	Result	Ti^{4+}	0,000072	0,000086	0,000026	МС-ИСП
14	V	0,0000010	LOD	VO^{2+}	0,00000020	0,00000068	0,00000068	МС-ИСП
15	Cr	0,000012	Result	Cr^{3+}	0,0000069	0,000012	0,0000036	МС-ИСП
16	Mn	0,0000094	Result	Mn^{2+}	0,0000034	0,0000094	0,0000028	МС-ИСП
17	Fe	0,00011	Result	Fe^{3+}	0,000061	0,00011	0,000034	МС-ИСП
18	Co	0,0000015	Result	Co^{2+}	0,00000053	0,0000015	0,00000046	МС-ИСП
19	Ni	0,0000068	Result	Ni^{2+}	0,0000023	0,0000068	0,0000020	МС-ИСП
20	Cu	0,000010	Result	Cu^{2+}	0,0000032	0,000010	0,0000030	МС-ИСП
21	Zn	0,0000080	LOD	Zn^{2+}	0,0000012	0,0000040	0,0000040	МС-ИСП

Продолжение табл. 2
Continuation of Tabl. 2

№	Элемент	Массовая доля элемента %	Результат измерений (Result) или предел обнаружения (LOD)	Предполагаемая ионная форма	Содержание заряженной ионной формы/соединения, моль/кг	Массовая доля ионной формы/соединения, %	Расширенная неопределенность массовой доли ионной формы/соединения ($k=2$, $p=0,95$), %	Метод анализа
22	Ga	0,00000046	LOD	Ga^{3+}	0,00000010	0,00000023	0,00000023	МС-ИСП
23	Ge	0,00000010	LOD	Ge^{4+}	0,00000003	0,000000050	0,00000005	МС-ИСП
24	As	0,000058	Result	AsO_3^{3-}	-0,000023	0,000095	0,0000286	МС-ИСП
25	Se	0,000020	LOD	SeO_3^{2-}	-0,0000025	0,000016	0,000016	МС-ИСП
26	Rb	0,00145	Result	Rb^+	0,000170	0,00145	0,000436	МС-ИСП
27	Sr	0,0000065	Result	Sr^{2+}	0,00000074	0,0000065	0,0000019	МС-ИСП
28	Y	0,00000028	LOD	Y^{3+}	0,00000005	0,00000014	0,00000014	МС-ИСП
29	Zr	0,0000046	LOD	ZrO^{2+}	0,00000050	0,0000031	0,0000031	МС-ИСП
30	Nb	0,00000010	LOD	Nb^{2+}	0,000000011	0,000000050	0,00000005	МС-ИСП
31	Mo	0,000026	Result	MoO_4^{2-}	-0,0000054	0,000043	0,00001300	МС-ИСП
32	Ru	0,00000032	LOD	Ru^{3+}	0,000000047	0,00000016	0,00000016	МС-ИСП
33	Rh	0,0000022	LOD	Rh^{3+}	0,00000032	0,0000011	0,00000111	МС-ИСП
34	Pd	0,000014	Result	Pd^{4+}	0,0000054	0,000014	0,00000434	МС-ИСП
35	Ag	0,0000071	Result	Ag^+	0,00000066	0,0000071	0,00000214	МС-ИСП
36	Cd	0,0000010	LOD	Cd^{2+}	0,000000091	0,00000051	0,00000051	МС-ИСП
37	In	0,00000035	LOD	In^{3+}	0,000000046	0,00000017	0,00000017	МС-ИСП
38	Sn	0,000016	LOD	Sn^{2+}	0,0000013	0,0000080	0,00000801	МС-ИСП
39	Sb	0,0000047	LOD	SbO_3^{3-}	-0,00000058	0,0000033	0,00000330	МС-ИСП
40	Te	0,0000051	LOD	TeO_3^{2-}	-0,00000040	0,0000035	0,00000349	МС-ИСП
41	Cs	0,00000058	LOD	Cs^+	0,000000022	0,00000029	0,00000029	МС-ИСП
42	Ba	0,000054	Result	Ba^{2+}	0,0000078	0,000054	0,00001606	МС-ИСП
43	La	0,00000036	LOD	La^{3+}	0,000000039	0,00000018	0,00000018	МС-ИСП
44	Ce	0,00000067	LOD	Ce^{4+}	0,000000095	0,00000033	0,00000033	МС-ИСП
45	Pr	0,00000030	LOD	Pr^{3+}	0,000000032	0,000000015	0,000000015	МС-ИСП
46	Nd	0,00000010	LOD	Nd^{3+}	0,000000010	0,000000050	0,000000050	МС-ИСП
47	Sm	0,00000010	LOD	Sm^{3+}	0,000000010	0,000000050	0,000000050	МС-ИСП
48	Eu	0,00000010	LOD	Eu^{3+}	0,000000010	0,000000050	0,000000050	МС-ИСП
49	Gd	0,00000010	LOD	Gd^{3+}	0,000000010	0,000000050	0,000000050	МС-ИСП
50	Tb	0,00000006	LOD	Tb^{3+}	0,000000006	0,000000030	0,0000000030	МС-ИСП
51	Dy	0,00000010	LOD	Dy^{3+}	0,000000009	0,000000050	0,000000050	МС-ИСП
52	Ho	0,00000010	LOD	Ho^{3+}	0,000000009	0,000000050	0,000000050	МС-ИСП

Окончание табл. 2

End of Table 2

№	Элемент	Массовая доля элемента %	Результат измерений (Result) или предел обнаружения (LOD)	Предполагаемая ионная форма	Содержание заряженной ионной формы/соединения, моль/кг	Массовая доля ионной формы/соединения, %	Расширенная неопределенность массовой доли ионной формы/соединения ($k=2$, $p=0,95$), %	Метод анализа
53	Er	0,000 000 10	LOD	Er ³⁺	0,000 000 009	0,000 000 050	0,000 000 050	МС-ИСП
54	Tm	0,000 000 06	LOD	Tm ³⁺	0,000 000 005	0,000 000 030	0,000 000 030	МС-ИСП
55	Yb	0,000 000 10	LOD	Yb ³⁺	0,000 000 009	0,000 000 050	0,000 000 050	МС-ИСП
56	Lu	0,000 000 06	LOD	Lu ³⁺	0,000 000 005	0,000 000 030	0,000 000 030	МС-ИСП
57	Hf	0,000 000 10	LOD	Hf ³⁺	0,000 000 008	0,000 000 050	0,000 000 050	МС-ИСП
58	Ta	0,000 001 5	LOD	Ta ³⁺	0,000 000 12	0,000 000 74	0,000 000 74	МС-ИСП
59	W	0,000 019	LOD	WO ₃ ²⁻	-0,000 001 05	0,000 012	0,000 012	МС-ИСП
60	Re	0,000 001 2	LOD	Re ₂ O ₃ ²⁻	-0,000 000 062	0,000 000 65	0,000 000 65	МС-ИСП
61	Os	0,000 000 41	LOD	[OsBr ₆] ²⁻	-0,000 000 021	0,000 000 71	0,000 000 71	МС-ИСП
62	Ir	0,000 004 9	LOD	[IrBr ₆] ²⁻	-0,000 000 25	0,000 008 5	0,000 008 5	МС-ИСП
63	Pt	0,000 010	Result	Pt ⁴⁺	0,000 002 06	0,000 010	0,000 003 0	МС-ИСП
64	Au	0,000 010	LOD	Au ³⁺	0,000 000 76	0,000 005 0	0,000 005 0	МС-ИСП
65	Hg	0,000 038	Result	Hg ²⁺	0,000 003 8	0,000 038	0,000 011	МС-ИСП
66	Tl	0,000 001 4	LOD	Tl ⁺	0,000 000 035	0,000 000 71	0,000 000 71	МС-ИСП
67	Pb	0,000 003 2	Result	Pb ²⁺	0,000 000 31	0,000 003 2	0,000 000 97	МС-ИСП
68	Bi	0,000 003 0	Result	Bi ³⁺	0,000 000 43	0,000 003 0	0,000 000 89	МС-ИСП
69	Th	0,000 000 10	LOD	Th ⁴⁺	0,000 000 009	0,000 000 050	0,000 000 050	МС-ИСП
70	U	0,000 000 05	LOD	UO ₂ ²⁺	0,000 000 002	0,000 000 029	0,000 000 029	МС-ИСП
71	K (excess)	0,041 8	Result	K ⁺	-0,010 7	0,041 8	0,006 2	Расчет*

* Значение поправки на неэквивалентное содержание примесных катионов и анионов, рассчитанное по уравнению электронейтральности, составило -0,010 7 моль/кг. Массовая доля катиона основы (K⁺), рассчитанная по уравнению электронейтральности, составила 0,041 8 %.

Примечания.

1. LOD – предел обнаружения, оцененный как три стандартных отклонения результатов измерений массовой доли элемента в растворе холостого опыта методом МС-ИСП.

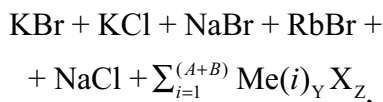
2. Для необнаруженных элементов (отмеченных LOD в столбце 4) в дальнейших расчетах использовали значение массовой доли элемента, равное половине предела обнаружения (см. формулы (9) и (12)).

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

6. Поскольку по результатам расчетов на основе данных МС-ИСП сумма содержаний отрицательно заряженных ионов превышает сумму содержаний положительно заряженных ионов и разница с учетом знака заряда ионов составила $\Delta = -0,010 7$ моль/кг, предположили, что все анионы, присутствующие сверх эквивалентного

содержания катионов, связаны с ионом калия, являющимся элементом основы. В предлагаемом подходе нет необходимости выяснять, какой катион связан с каким анионом, т. к. для вычисления избытка ионов калия достаточно из суммарного содержания всех анионов вычесть суммарное содержание всех катионов.

Для большей наглядности упрощенную модель химического состава бромида калия можно представить в виде следующей смеси (рис. 1):



где A – число обнаруженных катионов, связанных с анионами X^{Y-} в растворимые в воде соединения; B – число необнаруженных катионов (содержание ниже пределов обнаружения использованного аналитического оборудования), связанных с анионами X^{Y-} в растворимые в воде соединения; Y, Z – индексы, соответствующие числу атомов в молекуле соли и показывающие заряд аниона или катиона соответственно.

Из представленной модели видно, что даже чистая соль бромида калия при детальном рассмотрении не является соединением стехиометрического состава (исследуемой соли бромида калия соответствует модель (б) на рис. 1). Поэтому приготовление по измеренной массе растворов бромида калия заданной массовой концентрации исходя только из теоретической стехиометрии и без учета фактической чистоты соли может приводить к систематическим смещениям массовой концентрации приготовленных растворов. Следует отметить, что до сих пор такой подход без учета чистоты соли и ее стехиометрии широко

распространен на практике, однако не может быть оправдан в случае проведения высокоточных измерений.

Прямой способ измерений массовой доли основного компонента

Методика измерений массовой доли основного компонента в бромиде калия методом кулонометрического титрования описана в эксплуатационной документации на ГЭТ 176. Поскольку применяемая кулонометрическая методика предполагает электрогенерирование ионов серебра, которые могут осаждать не только бромид-ионы, но и другие анионы, то измеряемую величину, результат измерения которой получен методом кулонометрического титрования, корректно называть массовой долей анионов, образующих осадок с ионами серебра, в пересчете на бромид калия.

Уравнение измерений массовой доли анионов, образующих осадок с ионами серебра, в пересчете на бромид калия (без поправок на примеси) методом кулонометрического титрования имеет вид

$$w_{\text{осад.}}^{\text{CT}} = 100\% \cdot M_{\text{KBr}} \cdot \frac{U / R \cdot t}{Z \cdot F \cdot m_{\text{KBr}}}, \quad (4)$$

где $w_{\text{осад.}}^{\text{CT}}$ – массовая доля анионов, образующих осадок с ионами серебра, в пересчете на бромид калия, %; U – значение напряжения генераторного тока, В; t – время генерирования тока, с;

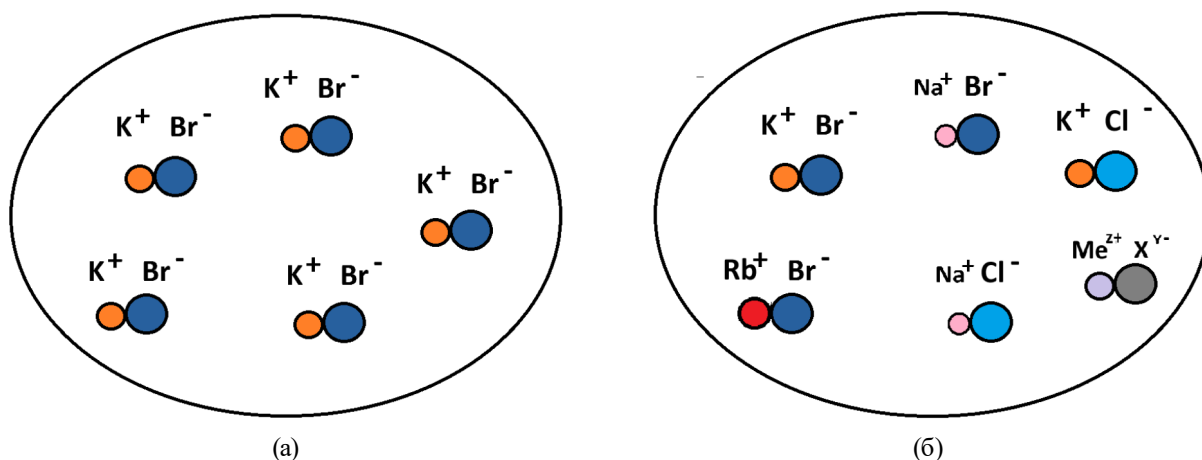


Рисунок подготовлен авторами по собственным данным / The figure is prepared by the authors using their own data

Рис. 1. Упрощенная модель бромида калия: (а) модель соли с идеальной стехиометрией; (б) модель соли с учетом наличия нестехиометрии, рассматриваемая в данной статье

Fig. 1. Simplified model of potassium bromide: (a) a salt model with ideal stoichiometry; (b) a salt model accounting for non-stoichiometry, which is discussed in the article

M_{KBr} – молярная масса бромида калия, г/моль ($M=119,0023$ г/моль) [20]; z – число электронов, участвующих в реакции ($z=1$); F – постоянная Фарадея, Кл/моль ($F=96485,33212$ Кл/моль)⁷; m_{KBr} – масса навески бромида калия с учетом поправки на подъемную силу воздуха, г; R – сопротивление резистора, Ом.

Результат измерений содержания анионов, образующих осадок с ионами серебра, в пересчете на бромид калия (без поправок на примеси), полученный как среднее арифметическое восьми определений, представлен в табл. 3.

Для нахождения массовой доли именно бромида калия необходимо в результат измерений, полученный методом кулонометрического титрования, внести поправку на мешающие ионы – анионы-осадители серебра (кроме бромид-иона). Исходя из требований ТУ 6-09-476-76 на реактив бромида калия квалификации «ос. ч. 3-4», подозревали присутствие хлорат-, бромат-, йодид-, хлорид- и сульфат-ионов. Из перечисленных

анионов методом ионной хроматографии были обнаружены только хлорид-ионы (0,068 %). Кроме того, методами ионной хроматографии и масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой проверили наличие примесей катионов (или элементов, присутствующих в виде катионов), т. к. значимое присутствие (более 0,001 %) могло оказывать влияние на результат измерений массовой доли бромида калия. Было обнаружено значимое присутствие ионов натрия (0,0166 %), рубидия (0,00145 %), кальция (0,00083 %). В результат кулонометрического титрования перед вычислением массовой доли бромида калия вносили поправки на хлорид-ионы, которые осаждаются совместно с бромид-ионами, и ионы натрия, которые вносят положительную ошибку в результат измерений из-за того, что атомная масса натрия в 1,7 раза меньше атомной массы калия. Именно влияние присутствия примесей (Cl и Na) с атомной массой меньше, чем у элементов основы (K и Br), обуславливает результат измерений массовой доли основного компонента более 100 %, полученный методом

Таблица 3. Результаты измерений содержания анионов, образующих осадок с ионами серебра, в пересчете на бромид калия (без поправок на примеси), полученные методом кулонометрического титрования на ГЭТ 176

Table 3. Measurements results of the content of anions forming a precipitate with silver ions, converted to potassium bromide (without corrections for impurities), obtained by coulometric titration on the GET 176

№	$v_{осад.}^{CT}$, моль/кг	$w_{осад.}^{CT}$, %
1	8,4129	100,116
2	8,4153	100,144
3	8,4134	100,121
4	8,4195	100,194
5	8,4165	100,158
6	8,4190	100,188
7	8,4182	100,179
8	8,4183	100,180
Среднее арифметическое	8,417	100,160

Примечание. Значения величины $v_{осад.}^{CT}$ рассчитываются по формуле, аналогичной формуле (4), но без умножения на 100 %.

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

кулонометрического титрования, что невозможно с рациональной точки зрения для измеряемой величины «массовая доля бромид калия», но объяснимо для измеряемой величины «массовая доля анионов, образующих осадок с ионами серебра, в пересчете на бромид калия» при наличии информации о присутствующих примесях анионов и катионов.

Массовую долю бромида калия по результатам кулонометрического титрования с внесением поправок на мешающие примеси (хлорид-ионы и ионы натрия), w_{KBr}^{CT} , %, рассчитывали по формуле

$$w_{KBr}^{CT} = 100\% \cdot \left[M_{KBr} \cdot \left(\frac{U / R \cdot t}{z \cdot F \cdot m_{KBr}} - \frac{v_{Cl}}{1000} \right) - M_{NaBr} \cdot \frac{v_{Na}}{1000} \right] = 100\% \cdot \left[M_{KBr} \cdot \left(\frac{v_{осад.}^{CT}}{1000} - \frac{v_{Cl}}{1000} \right) - M_{NaBr} \cdot \frac{v_{Na}}{1000} \right], \quad (5)$$

где v_{Cl} – количество вещества хлорид-ионов в 1 кг бромида калия, моль/кг; v_{Na} – количество вещества ионов натрия в 1 кг бромида калия, моль/кг; делитель 1000 переводит моль/кг в моль/г; $v_{осад.}^{CT}$ – результат определения (среднее арифметическое значение по данным табл. 3) содержания осадителей, полученный методом кулонометрического титрования на ГЭТ 176 (без поправки на мешающие примеси), моль/кг.

Неопределенность результатов измерений оценивали в соответствии с рекомендациями Руководства по оцениванию неопределенности измерений GUM⁸, учитывая все входные величины, входящие в уравнение измерений (5), а также источники неопределенности, обусловленные так называемыми химическими факторами: диффузией бромид-ионов из рабочей камеры ячейки в промежуточную и вспомогательную (анодную) камеры, потерями ионов Ag^+ за счет их восстановления до Ag под воздействием света, примесями электролита, соосаждением и сорбцией ионов серебра и бромид-ионов на осадке бромида

серебра. Инструментальные составляющие неопределенности результатов измерений оценены по типу В по результатам периодически проводимых калибровок применяемых средств измерений из состава ГЭТ 176. Вклад в неопределенность за счет факторов диффузии и воздействия света оценены экспериментально по алгоритмам, примененным в международных ключевых сличениях по определению количественного содержания хлорида калия CCQM-K48.2014 [3]. Фактор соосаждения и сорбции ионов серебра и бромид-ионов на осадке бромида серебра в ходе исследования удалось исключить, применив способ «совместного приливания», заключающийся в одновременном введении пробы анализируемого вещества с электрогенерацией титранта. Способ подробно описан в [21, 22] и успешно применен при международных ключевых сличениях CCQM-K152 [5].

Бюджет неопределенности измерений массовой доли бромида калия методом кулонометрического титрования с поправками на мешающие примеси (хлорид-ионов и ионов натрия) приведен в табл. 4. Суммарную стандартную неопределенность результата измерений массовой доли основного компонента в бромиде калия, полученного прямым способом, $u(w_{KBr}^{CT})$, %, рассчитывали по формуле

$$u(w_{KBr}^{CT}) = \sqrt{u_A^2(w_{KBr}^{CT}) + u_B^2(w_{KBr}^{CT})}, \quad (6)$$

где $u(w_{KBr}^{CT})$ – суммарная стандартная неопределенность результата измерений массовой доли основного компонента методом кулонометрического титрования с поправкой на мешающие примеси, %; $u_A(w_{KBr}^{CT})$, $u_B(w_{KBr}^{CT})$ – стандартные неопределенности измерений массовой доли основного компонента, оцениваемые по типу А и типу В соответственно.

Результат определения массовой доли основного компонента в бромиде калия, полученный прямым способом, и соответствующая ему расширенная неопределенность U , рассчитанная по формуле (7), составили $(99,871 \pm 0,029)\%$ (см. табл. 5).

$$U = k \cdot u(w_{KBr}^{CT}), \quad (7)$$

где k – коэффициент охвата, равный двум, при уровне доверия, приблизительно равном 0,95.

⁸ JCGM 100:2008 Evaluation of Measurement Data – Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement. https://www.bipm.org/utils/common/documents/jcgm/JCGM_100_2008_E.pdf (дата обращения: 05.05.2025).

Таблица 4. Бюджет неопределенности измерений массовой доли бромида калия методом кулонометрического титрования с поправками на мешающие примеси (хлорид-ионы и ионы натрия) (на примере единичного результата определения № 3)

Table 4. Uncertainty budget for the measurement of the mass fraction of potassium bromide by coulometric titration with corrections for interfering impurities (chloride ions and sodium ions) (using the example of a single determination result № 3)

Тип	Характеристика	Величина		Стандартная неопределенность		Распределение вероятности	Коэффициент чувствительности		Вклад	
		xi	ед.	ui	ед.		ci	ед.	ciui	ед.
A	Повторяемость	99,871	%	$1,07 \cdot 10^{-2}$	%	N	1	1	$1,07 \cdot 10^{-2}$	%
B	U_1	0,100 160	B	$4,8 \cdot 10^{-5}$	B	R	$-5,15 \cdot 10^{-3}$	%/B	$2,49 \cdot 10^{-7}$	%
B	t'_1	172,389 286	с	$4,3 \cdot 10^{-5}$	с	R	$8,21 \cdot 10^{-6}$	%/с	$3,55 \cdot 10^{-10}$	%
B	t_1	109,496 426	с	$2,0 \cdot 10^{-5}$	с	R	$-8,21 \cdot 10^{-6}$	%/с	$1,65 \cdot 10^{-10}$	%
B	U_2	1,000 488	B	$6,7 \cdot 10^{-5}$	B	R	$9,85 \cdot 10^{-2}$	%/B	$6,62 \cdot 10^{-6}$	%
B	t_2	1 201,621 59	с	$2,1 \cdot 10^{-4}$	с	R	$8,20 \cdot 10^{-5}$	%/с	$1,69 \cdot 10^{-8}$	%
B	U_3	0,100 155	B	$4,8 \cdot 10^{-5}$	B	R	$2,71 \cdot 10^{-2}$	%/B	$1,31 \cdot 10^{-6}$	%
B	t_3	130,546 409	с	$3,8 \cdot 10^{-5}$	с	R	$8,21 \cdot 10^{-6}$	%/с	$3,14 \cdot 10^{-10}$	%
B	$m_{нав}$	0,150 460	г	$7,8 \cdot 10^{-6}$	г	R	$6,65 \cdot 10^2$	%/г	$5,19 \cdot 10^{-3}$	%
B	R	10,001 621	Ом	$3,5 \cdot 10^{-7}$	Ом	R	$1,00 \cdot 10^1$	%/Ом	$3,50 \cdot 10^{-6}$	%
B	M_{KBr}	119,002 300	г/моль	$3,0 \cdot 10^{-3}$	г/моль	R	$8,40 \cdot 10^{-1}$	%/(г/моль)	$2,52 \cdot 10^{-3}$	%
B	M_{NaBr}	102,893 769	г/моль	$3,0 \cdot 10^{-3}$	г/моль	R	$7,23 \cdot 10^{-4}$	%/(г/моль)	$2,17 \cdot 10^{-6}$	%
B	F	96 485,332 120	Кл/моль	0	Кл/моль	-	$1,04 \cdot 10^{-3}$	%/(Кл/моль)	0	%
B	z	1	—	0	—	R	1	%/-	0	%
B	Диффузия	—	моль/кг	$2,95 \cdot 10^{-5}$	моль/кг	R	$1,19 \cdot 10^1$	%/(моль/кг)	$3,51 \cdot 10^{-4}$	%
B	Влияние света	—	моль/кг	$1,9 \cdot 10^{-5}$	моль/кг	R	$1,19 \cdot 10^1$	%/(моль/кг)	$2,31 \cdot 10^{-4}$	%
B	Примесь электролита	—	моль/кг	$4,6 \cdot 10^{-6}$	моль/кг	R	$1,19 \cdot 10^1$	%/(моль/кг)	$5,44 \cdot 10^{-5}$	%
B	Примесь (Cl)	0,018 1	моль/кг	$6,3 \cdot 10^{-4}$	моль/кг	R	$-1,19 \cdot 10^1$	%/(моль/кг)	$7,54 \cdot 10^{-3}$	%
B	Примесь (Na)	0,007 23	моль/кг	$2,5 \cdot 10^{-4}$	моль/кг	R	$-1,03 \cdot 10^1$	%/(моль/кг)	$2,61 \cdot 10^{-3}$	%
Результат определения № 3									99,831 1	%
Аттестованное значение ($n=8$)									99,871	%
Относительная стандартная неопределенность типа A, $u_A(w_{KBr}^{CT})$ ($n=8$)									0,0107	%
Относительная стандартная неопределенность типа B, $u_B(w_{KBr}^{CT})$									0,0095	%
Относительная суммарная стандартная неопределенность, $u(w_{KBr}^{CT})$									0,0143	%
Относительная расширенная неопределенность, U ($k=2, p=0,95$)									0,029	%

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

Таблица 5. Результаты измерений массовой доли основного компонента в материале стандартного образца состава бромида калия прямым способом (методом кулонометрического титрования без учета и с учетом поправок на мешающие примеси) и косвенным способом по схеме «100 % минус сумма примесей» (без учета и с учетом ионных форм примесей и нестехиометрии соли)

Table 5. Measurements results of the mass fraction of the main component in the material of the potassium bromide composition reference material by the direct method (using coulometric titration without and with corrections for interfering impurities) and by the indirect method according to the «100 % minus the sum of impurities» scheme (without and with accounting for ionic forms of impurities and salt non-stoichiometry)

Измеряемая величина	Способ оценки	Метод(-ы) измерений	Результат измерений, %	Расширенная неопределенность результата измерений ($k=2$), %
Массовая доля анионов, образующих осадок с ионами серебра, в пересчете на бромид калия	Прямой	Кулонометрическое титрование	100,160	0,021
Массовая доля бромида калия (анионов, образующих осадок с ионами серебра, с коррекцией на хлорид-ионы и ионы натрия в пересчете на бромид калия)	Прямой	Кулонометрическое титрование, ИХ	99,871	0,029
Массовая доля бромида калия	Косвенный (100 % минус сумма примесей с учетом ионных форм примесей и нестехиометрии соли)	МС-ИСП, ИХ	99,873	0,017
Массовая доля бромида калия	Косвенный без учета ионных форм примесей и без учета нестехиометрии соли	МС-ИСП, ИХ	99,915	0,005

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

Косвенный способ определения массовой доли основного компонента

Методами масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой и ионной хроматографии определили массовые доли 68 примесей в материале СО бромида калия. Типичную навеску для проведения измерений весом (0,15–0,2) г растворяли перед анализом в очищенной азотной кислоте в соотношении с деионизированной водой 1 : 2. Результаты определения

элементов-примесей представлены в табл. 2. Выше отмечено, что обнаруженными примесями в исследуемом материале бромида калия (для которых результат измерений превышает предел обнаружения использованного аналитического оборудования и в табл. 2 стоит отметка Result) являются: по результатам ионной хроматографии – Cl^- и Na^+ ; по результатам масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой – Na, Rb, Ca, Fe, Ti, Mg, Mo,

Ba, Al, Hg, Cr, Mn, Co, As, Sr, Pd, Ag, Pt, Bi, Ni, Cu, Pb. Для последних сделано предположение об их наиболее вероятной ионной форме нахождения в бромиде калия в виде ионов: Na^+ , Rb^+ , Ca^{2+} , Fe^{3+} , Ti^{4+} , Mg^{2+} , MoO_4^{2-} , Ba^{2+} , Al^{3+} , Hg^{2+} , Cr^{3+} , Mn^{2+} , Co^{2+} , AsO_3^{3-} , Sr^{2+} , Pd^{4+} , Ag^+ , Pt^{4+} , Bi^{3+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Pb^{2+} .

Далее рассчитывали содержания i -го элемента, $v_{i\text{Me}}$, моль/кг, по формуле

$$v_{\text{Me},i} = \frac{v_{\text{Me},i} \cdot 10}{Ar_{\text{Me},i}}, \quad (8)$$

где $\omega_{\text{Me},i}$ – результат измерений массовой доли i -го элемента методом МС-ИСП, %; $Ar_{\text{Me},i}$ – атомная масса i -го элемента, а. е. м. или г/моль; m_{KBr} – масса бромида калия, принятая равной 1 кг.

Содержание ионной формы i -го элемента-примеси, $v_{\text{Me}^{Z+},i}$, моль/кг, рассчитывали по формуле

$$v_{\text{Me}^{Z+},i} = v_{\text{Me},i} \cdot Z_{\text{Me},i}, \quad (9)$$

где $Z_{\text{Me},i}$ – заряд ионной формы i -го элемента-примеси (металла)⁹.

Далее в соответствии с моделью химического состава бромида калия избыток содержания ионов калия в анализируемом объекте определяли на основе уравнения электронейтральности по формуле

$$v_{\text{K}^+}^{\text{el.n.}} = \sum_{k=1}^K v_{\text{X}^{Y-},k} + \sum_{p=1}^P \frac{LOD_{\text{X}^{Y-},p}}{2} - \sum_{i=1}^C v_{\text{Me}^{Z+},i} - \sum_{l=1}^D \frac{LOD_{\text{Me}^{Z+},l}}{2}, \quad (10)$$

где LOD – предел обнаружения элементов методом МС-ИСП, моль/кг; $v_{\text{X}^{Y-},k}$ – содержание k -го аниона X^{Y-} в анализируемом объекте, моль/кг; $v_{\text{Me}^{Z+},i}$ – содержание i -го катиона Me^{Z+} в анализируемом объекте, моль/кг; Z – заряд катиона; Y – заряд аниона; C – количество обнаруженных катионов; K – количество обнаруженных анионов; P – количество необнаруженных анионов; D – количество необнаруженных катионов.

⁹ В формулах (8), (9), (12) обозначения Me и Me^{Z+} использованы для элемента-примеси (металла) и его положительно заряженной ионной формы соответственно. Аналогичные формулы с соответствующими обозначениями справедливы и для примесей неметаллов (X) и их отрицательно заряженных ионных форм (X^{Y-}).

Массовую долю ионов калия для выполнения принципа электронейтральности рассчитывали по формуле

$$w_{\text{K}^+}^{\text{el.n.}} = v_{\text{K}^+}^{\text{el.n.}} \cdot A_K / 10, \quad (11)$$

где A_K – атомная масса калия, г/моль.

Массовую долю ионной формы i -го элемента примеси, $w_{\text{Me}^{Z+},i}$, %, рассчитывали по формуле

$$w_{\text{Me}^{Z+},i} = v_{\text{Me},i} \cdot M_{\text{Me}^{Z+},i} / 10, \quad (12)$$

где $M_{\text{Me}^{Z+},i}$ – молярная масса ионной формы i -го элемента примеси, г/моль.

На рис. 2 представлены расчетные значения массовой доли основных (с массовой долей на уровне $(10^{-5} - 10^{-3})\%$) элементов-примесей в ионной форме, а также соответствующая массовая доля избытка иона калия, рассчитанная по формуле (11) для выполнения принципа электронейтральности. Проведенные расчеты (табл. 2) демонстрируют присутствие достаточно большого количества отрицательных зарядов ввиду больших содержаний анионов Cl^- . Расчетное значение массовой доли положительных ионов K^+ , вычисленное для компенсации отрицательного заряда ионов Cl^- , составило 0,041 8 %. Другие элементы-примеси с массовой долей ниже $10^{-5}\%$ независимо от предположения об их нахождении в каких-либо ионных формах не оказывают принципиального влияния на результат определения массовой доли основного компонента, т. к. его целевая неопределенность находится на уровне $(0,03 - 0,05)\%$, что в 3 000–5 000 раз больше содержания этих примесей.

Итоговая формула для расчета массовой доли основного компонента в бромиде калия косвенным способом по условию материального баланса имеет вид

$$w_{\text{KBr}} = 100 - \sum_{i=1}^C w_{\text{Me}^{Z+},i} - \sum_{k=1}^K w_{\text{X}^{Y-},k} - \sum_{l=1}^D \frac{LOD(w_{\text{Me}^{Z+},l})}{2} - \sum_{p=1}^P \frac{LOD(w_{\text{X}^{Y-},p})}{2}, \quad (13)$$

где $w_{\text{Me}^{Z+},i}$ – массовая доля i -го катиона (иона металла) с зарядом $Z+$ в анализируемом объекте, %; $w_{\text{X}^{Y-},k}$ – массовая доля k -го аниона с зарядом $Y-$ в анализируемом объекте, %; $LOD(w_{\text{Me}^{Z+},i})$ – предел обнаружения элементов, для которых предполагается присутствие

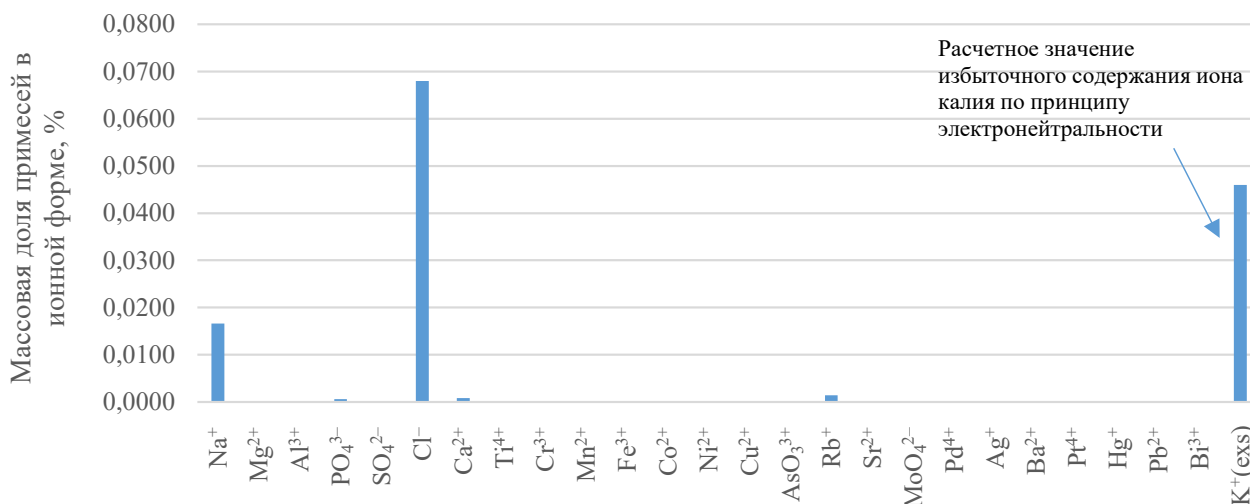


Рисунок подготовлен авторами по собственным данным / The figure is prepared by the authors using their own data

Рис. 2. Значения массовой доли элементов-примесей в предполагаемой ионной форме, присутствующих в анализируемой соли, по результатам измерений методами масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой и ионной хроматографии

Fig. 2. Values of the mass fraction of elemental impurities in their presumed ionic forms present in the analyzed salt, based on measurement results obtained by inductively coupled plasma mass spectrometry and ion chromatography

в соли в виде катиона, методом МС-ИСП, %; $LOD(W_{X^{Y-},p})$ – предел обнаружения элементов, для которых предполагается присутствие в соли в виде аниона, методом МС-ИСП, %.

Суммарную стандартную неопределенность результата измерений массовой доли основного компонента в бромиде калия косвенным способом рассчитывали по формуле

$$u(w_{KBr}) = \sqrt{\sum_{i=1}^C u^2(w_{Me^{Z+},i}) + \sum_{k=1}^K u^2(w_{X^{Y-},k}) + \frac{\sum_{l=1}^D u^2(LOD(W_{Me^{Z+},l}))}{4} + \frac{\sum_{p=1}^P u^2(LOD(W_{X^{Y-},p}))}{4} + u^2(w_{K^+}^{el.n.})} \quad (14)$$

Результат определения массовой доли основного компонента в бромиде калия, полученный косвенным способом, и соответствующая ему расширенная неопределенность, рассчитанная по формуле, аналогичной формуле (7), составили $(99,873 \pm 0,017)\%$ и приведены в табл. 5.

По данным табл. 5 видно, что результаты измерений массовой доли бромида калия, полученные прямым способом на основе кулонометрического титрования с поправками на мешающие примеси и предлагаемым косвенным способом с учетом ионных форм примесей и нестехиометрии соли, очень хорошо согласуются между собой (99,871 и 99,873 % соответственно). При этом результаты, полученные прямым способом без учета поправок на мешающие примеси и косвенным способом без учета ионных форм примесей и нестехиометрии соли, (100,160 и 99,915 % соответственно) завышены и не согласуются между собой (разница достигает 0,245 %), что неприемлемо для целей создания высокоточных СО состава чистых химических веществ. Неоспоримым преимуществом прямого способа (при использовании первичного метода – кулонометрического титрования) является установление прямой прослеживаемости к единицам СИ (кг, ампер, секунда), тогда как косвенный способ часто позволяет достичь меньших значений расширенной неопределенности результатов измерений при использовании подхода к оценке неопределенности, рекомендованного в Руководстве по оцениванию неопределенности измерений GUM.

Измерительные и калибровочные возможности, обеспечиваемые ГЭТ 176, неоднократно подтверждались в международных сличениях:

– по определению основного компонента в чистых веществах в диапазоне от 99,0 до 100,0%: CCQM-K96 [2], CCQM-K48.2014 [3], CCQM-K143 [23], CCQM-K152 [5], CCQM-P149, КОOMET 645/RU/14, КОOMET 672/RU/15;

– по измерению элементов-примесей в диапазоне от 10^{-8} до 10^{-2} %: SIM.QM-S7, QM-S11, CCQM-P149, CCQM P107.1, CCQM-K161 [24].

При разработке СО состава бромиды калия исследования однородности, долговременной и кратковременной стабильности, а также установление аттестованного значения массовой доли бромиды калия проводили методом кулонометрического титрования на ГЭТ 176 с учетом поправок на мешающие примеси.

Исследования однородности проводили методом однофакторного дисперсионного анализа. Стандартная неопределенность от неоднородности материала СО составила 0,0176% (в абсолютной форме). Исследование долговременной стабильности материала СО проводили методом ускоренного старения с использованием регрессионного анализа, предполагая линейный характер зависимости в соответствии с ГОСТ ISO Guide 35¹⁰. Стандартная неопределенность от нестабильности материала СО составила 0,0027% (в абсолютной форме).

Стандартная неопределенность от кратковременной нестабильности принята

¹⁰ ГОСТ ISO Guide 35 Стандартные образцы. Общие и статистические принципы сертификации (аттестации) (ISO 33405 Reference materials – Approaches for characterization and assessment of homogeneity and stability).

Таблица 6. Метрологические характеристики ГСО 12300–2023 состава бромиды калия (партия № 2)

Table 6. Metrological characteristics of GSO 12300–2023 for potassium bromide composition (Batch № 2)

Аттестованная характеристика	Аттестованное значение	Абсолютная расширенная неопределенность аттестованного значения при $k=2$, $P=0,95,\%$	Границы абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95,\%$
Массовая доля бромиды калия	99,87	0,05	$\pm 0,05$

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

незначимой ввиду предусмотренной процедуры подготовки образца к применению методом высушивания при температурах, намного превышающих предполагаемые условия транспортирования.

Стандартные неопределенности от неоднородности и нестабильности материала СО были включены в общую неопределенность аттестованных значений сертифицированного стандартного образца (ССО), оцененную по формуле

$$u(w_{KBr}^{CCO}) = \sqrt{u^2(w_{KBr}^{CT}) + u_h^2 + u_{stab}^2}, \quad (15)$$

где u_h – стандартная неопределенность от неоднородности материала СО, % (в абсолютной форме); u_{stab} – абсолютная стандартная неопределенность от нестабильности материала СО, % (в абсолютной форме).

Значения метрологических характеристик партии № 2 СО состава бромиды калия ГСО 12300–2023 приведены в табл. 6.

Срок годности СО, подтвержденный по результатам исследования стабильности, составил 5 лет.

Назначение разработанного ССО состава бромиды калия:

- хранение и передача единицы массовой доли компонента СО и химическим реактивам;
- проверка, калибровка средств измерений (СИ), контроль метрологических характеристик при проведении испытаний СИ, в том числе в целях утверждения типа;
- установление и контроль стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики СИ;
- аттестация методик измерений, контроль точности результатов измерений массовой

доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах.

Заключение

Для передачи единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации бромида калия от ГЭТ 176 разработан ССО состава бромида калия (KBr СО УНИИМ) ГСО 12300–2023 с интервалом аттестованных значений массовой доли бромида калия (99,5–100)%, с допускаемой расширенной неопределенностью аттестованных значений 0,05 % при коэффициенте охвата $k=2$ и уровне доверия $p=0,95$. Аттестованное значение и расширенная неопределенность массовой доли бромида калия для партии СО составили $(99,87 \pm 0,05)\%$. Разработанный высокоточный СО состава бромида калия не имеет аналогов в Российской Федерации.

В ходе исследований метрологических характеристик описанного в статье СО получены результаты измерений массовой доли бромида калия прямым способом с применением первичного метода кулонометрического титрования с коррективкой на мешающие примеси, определенные методом ионной хроматографии, и косвенным способом на основе анализа примесей с применением методов масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой и ионной хроматографии с учетом ионных форм примесей и нестехиометрии соли. Результаты, полученные прямым и косвенным способами, хорошо согласуются между собой.

Применение одновременно двух способов – прямого и косвенного – для установления массовой доли основного компонента и элементов основы чистой соли является эффективным (хотя и весьма трудозатратным) инструментом исследования метрологических характеристик ССО, являющихся носителями единиц, воспроизводимых ГЭТ 176, и валидации вновь разрабатываемых методик воспроизведения единиц содержания компонентов с применением ГЭТ 176.

Описанный косвенный способ определения чистоты солей металлов с учетом ионной формы примесей и нестехиометрии исследуемой соли позволяет получить достоверные результаты массовой доли основного

компонента, согласованные с прямым способом. Дополнительно следует отметить, что описанный косвенный способ является достаточно общим, так как уже был опробован при определении чистоты хлорида калия, хлорида натрия, карбоната натрия, йодата калия. Для высокочистых солей он позволяет достичь относительной расширенной неопределенности при $k=2$ менее 0,02 % и может быть использован в аналитической практике для оценивания чистоты других солей металлов, когда требуется высокая точность.

Благодарности: Авторы выражают благодарность Т. Н. Табатчиковой за выполнение измерений массовых долей примесей в материале стандартного образца состава бромида калия методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой.

Acknowledgments: The authors express their gratitude to T. N. Tabatchikova for performing measurements of the mass fractions of impurities in the reference material for the potassium bromide composition by inductively coupled plasma mass spectrometry.

Вклад соавторов: Все авторы внесли свой вклад в концепцию и дизайн исследования. Собина А. В. – разработка методологии, обработка экспериментальных данных, написание чернового варианта статьи, подготовка визуальных материалов, работа с источниками литературы; Собина Е. П. – разработка замысла исследования, участие в обсуждении результатов экспериментальных исследований, курирование данных, формулировка выводов, проверка и редакция текста статьи; Шимолин А. Ю. – работа с источниками литературы, проведение исследовательских работ.

Contribution of the authors: All authors contributed to the concept and design of the study. Sobina A. V. – methodology development, experimental data processing, writing a draft version of an article, preparing visual materials, working with literature sources; Sobina E. P. – concept development, participation in the discussion of the experimental research results, data curation, formulation of conclusions, revision of the article; Shimolin A. Yu. – working with literature sources, conducting research.

Конфликт интересов: Автор Собина Е. П. является членом редакционной коллегии 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 о беспристрастности оценки полученных данных. Об иных конфликтах интересов авторы не заявляли.

Conflict of interest: Sobina E. P. is a member of the Editorial Board 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 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 declare no other conflicts of interest.

Финансирование: Работа выполнена в рамках 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 the Government Contract № 120-38/2023 dated 17.05.2023 for the implementation of experimental design work on the subject «Development and production of new sets of 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. Recommended inorganic chemicals for calibration / J. R. Moody [et al.] // Analytical Chemistry. 1988. Vol. 60, № 21. P. 1203A. <https://doi.org/10.1021/ac00172a001>
2. Final report on key comparison CCQM-K96: Determination of amount content of dichromate / M. Máriássy [et al.] // Metrologia. 2013. Vol. 50, № 1A. P. 08012. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/50/1A/08012>
3. CCQM-K48.2014: Assay of potassium chloride / M. A. Liandi [et al.] // Metrologia. 2016. Vol. 53, № 1A. P. 08012. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/53/1A/08012>
4. Assay of sodium carbonate / B. Wu [et al.] // Metrologia. 2023. Vol. 60, № 1A. P. 08004. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/60/1A/08004>
5. Report of the CCQM-K152. Assay of potassium iodate / A. Sobina [et al.] // Metrologia. 2020. Vol. 58, № 1A. P. 08005. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.26310.09285>
6. IUPAC/CITAC guide: Evaluation of risks of false decisions in conformity assessment of a multicomponent material or object (IUPAC Technical report) / I. Kuselman [et al.] // Pure and Applied Chemistry. 2020. Vol. 92, № 1. P. 113–154. <https://doi.org/10.1515/pac-2019-0906>
7. Specific risks of false decisions in conformity assessment of a substance or material with a mass balance constraint – A case study of potassium iodate / F. R. Pennecchi [et al.] // Measurement. 2021. Vol. 173. P. 108662. <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2020.108662>
8. Васильев В. П. Аналитическая химия : в 2 ч. Ч. 1. Гравиметрический и титриметрический методы анализа : учебник для хим.-технол. спец. высш. учеб. заведений. М. : Высш. шк., 2007. С. 287–289.
9. Коростелёв П. П. Приготовление растворов для химико-аналитических работ / Акад. наук СССР. Гос. ком. по черной и цвет. металлургии при Госплане СССР. Ин-т металлургии им. А. А. Байкова. 2-е изд., доп. и перераб. М. : Наука, 1964. С. 173–174.
10. Крешков А. П., Ярославцев А. А. Курс аналитической химии. Количественный анализ : учебник для хим. и хим.-технол. техникумов / Под общ. ред. А. П. Крешкова. 5-е изд., испр. М. : Химия, 1982. С. 163–165.
11. Анализ данных по примесному составу образцов простых твердых веществ выставки-коллекции веществ особой чистоты / Г. Г. Девярых [и др.] // Высокочистые вещества. 1992. № 5–6. С. 7–11.
12. Малышев К. К., Степанов В. М. Статистическая оценка суммарной концентрации примесей по неполным данным анализа на примере Te, Mn, Al // Высокочистые вещества. 1990. № 2. С. 229–236.
13. Balaram V. Recent developments in analytical techniques for characterization of ultra pure materials – An overview // Bulletin of Materials Science. 2005. Vol. 28, № 4. P. 345–348. <https://doi.org/10.1007/BF02704247>

14. К вопросу о применении чистых неорганических веществ в метрологии аналитических измерений / С. В. Медведевских [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2014. № 3. С. 58–67.
15. Собина Е. П., Собина А. В., Табатчикова Т. Н. Способ определения массовой доли основного компонента в солях хлорида натрия и хлорида калия : патент 2686468 РФ ; заявл. 10.01.2018 ; опубл. 26.04.2019.
16. Применение прямого и косвенного способа определения массовой доли основного компонента в хлориде калия флотационном / Е. П. Собина [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2021. Т. 17, № 4. С. 65–84. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-4-65-84>
17. Разработка стандартного образца состава йодата калия: применение прямого и косвенного подходов к оценке чистоты соли / А. В. Собина [и др.] // Журнал аналитической химии. 2024. Т. 79, № 1. С. 61–20. <https://doi.org/10.31857/S0044450224010077>
18. Coulometric method with titratable impurity analysis and mass balance method: convert acidimetric purity to chemical purity for SI-traceable highest standard of qNMR (potassium hydrogen phthalate), and verified by qNMR / T. Huang [et al.] // Analytical and Bioanalytical Chemistry. 2023. Vol. 415. P. 1445–1454. <https://doi.org/10.1007/s00216-023-04532-x>
19. Скутина А. В. Терентьев Г. И. Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрического титрования // Измерительная техника. 2011. № 9. С. 4–8.
20. Standard atomic weights of the elements 2021 (IUPAC Technical Report) / T. Prohaska [et al.] // Pure and Applied Chemistry. 2022. Vol. 94, № 5. P. 573–600. <https://doi.org/10.1515/pac-2019-0603>
21. Шимолин А. Ю. Метрологическое обеспечение измерений содержания окислителей и восстановителей в высокочистых веществах и их растворах методом кулонометрического титрования электрогенерированным йодом : спец. 02.02.10. «Метрология и метрологическое обеспечение»: дисс. ... канд. техн. наук / А. Ю. Шимолин; ВНИИМ им. Д. И. Менделеева. С.-Петербург, 2024. 136 с. Место защиты: ВНИИМ им. Д. И. Менделеева. URL: <https://www.vniim.ru/files/diss-shimolin.pdf> (дата обращения: 05.06.2025).
22. Shimolin A. J., Sobina A. V., Zyskin V. M. Potassium iodate purity determination by high precision coulometric titration: New measurement procedure implementation // 2nd International Ural Conference on Measurements (UralCon), Chelyabinsk, Russia, 16–19 October 2017. IEEE, p. 311–315. <https://doi.org/10.1109/URALCON.2017.8120729>
23. CCQM-K143 comparison of copper calibration solutions prepared by NMIs/DIs / J. Molloy [et al.] // Metrologia. 2020. Vol. 58, № 1A. P. 08006. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/58/1A/08006>
24. CCQM-K161 Anions in Seawater / C. Jingbo [et al.] // Metrologia. 2024. Vol. 61, № 1A. P. 08016. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/61/1A/08016>

REFERENCE

1. Moody J. R., Greenberg R. R., Pratt K. W., Rains T. C. Recommended inorganic chemicals for calibration. *Analytical Chemistry*. 1988;60(21):1203A. <https://doi.org/10.1021/ac00172a001>
2. Máriássy M., Hanková Z., Hwang E., Lim Y., Pratt K. W., Hioki A. et al. Final report on key comparison CCQM-K96: Determination of amount content of dichromate. *Metrologia*. 2013;50(1A):08012. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/50/1A/08012>
3. Liandi M. A., Bing W. U., Mariassy M., Pratt K. W., Hwang E., Manzano J. V. L. et al. CCQM-K48.2014: Assay of potassium chloride. *Metrologia*. 2016;53(1A):08012. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/53/1A/08012>
4. Wu B., Sobina A., Recknagel S., Meinhardt R., Rivera-Sánchez G., Ortiz-Aparicio J. L. et al. Assay of sodium carbonate. *Metrologia*. 2023;60(1A):08004. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/60/1A/08004>
5. Sobina A., Shimolin A., Sobina E., Tabatchikova T., Ortiz-Aparicio J. L., Velina J. et al. Report of the CCQM-K152. Assay of potassium iodate. *Metrologia*. 2020;58(1A):08005. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.26310.09285>
6. Kuselman I., Pennecchi F. R., da Silva R. J. N. B., Hibbert D. B. IUPAC/CITAC guide: Evaluation of risks of false decisions in conformity assessment of a multicomponent material or object (IUPAC Technical report). *Pure and Applied Chemistry*. 2020;92(1):113–154. <https://doi.org/10.1515/pac-2019-0906>
7. Pennecchi F. R., Kuselman I., Di Rocco A., Hibbert D. B., Sobina A., Sobina E. Specific risks of false decisions in conformity assessment of a substance or material with a mass balance constraint – A case study of potassium iodate. *Measurement*. 2021;173:108662. <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2020.108662>
8. Vasil'ev V. P. Analytical chemistry: In 2 vol. of vol. 1. Gravimetric and titrimetric methods of analysis. Moscow: Vysshiaia shkola; 2007. P. 287–289. (In Russ.).
9. Korostelev P. P. Preparation of solutions for chemical-analytical works: textbook. 2th ed. Moscow: Nauka; 1964. P. 173–174. (In Russ.).
10. Kreshkov A. P., Iaroslavl'tsev A. A. Course of analytical chemistry. Quantitative analysis: textbook. 5th ed. Moscow: Khimiia; 1982. P. 163–165. (In Russ.).

11. Lazukina O. P., Malyshev K. K., Volkova E. N., Churbanov M. F. Analysis of data on the impurity composition of samples of simple solids of the exhibition-collection of high-purity substances. *Vysokochistye veshchestva*. 1992;5–6:7–11. (In Russ.).
12. Malyshev K. K., Stepanov V. M. Statistical assessment of the total concentration of impurities based on incomplete analysis data using the example of Te, Mn, Al. *Vysokochistye veshchestva*. 1990;2:229–236. (In Russ.).
13. Balaram V. Recent developments in analytical techniques for characterization of ultra pure materials – An overview. *Bulletin of Materials Science*. 2005;28(4):345–348. <https://doi.org/10.1007/BF02704247>
14. Medvedevskikh S. V., Sobina E. P., Migal P. V., Goryaeva L. I., Gorbunova E. M., Tabatchikova T. N. et al. On the use of pure inorganic substances in metrology of analytical measurements. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2014;3:58–67. (In Russ.).
15. Sobina E. P., Sobina A. V., Tabatchikova T. N. Method for determining the mass fraction of the main component in sodium chloride and potassium chloride salts. Patent RF, № 2686468, 2019. (In Russ.).
16. Sobina E. P., Sobina A. V., Shimolin A. Yu., Tabatchikova T. N., Lebedeva E. L., Migal' P. V. et al. Application of direct and indirect methods for determining the mass fraction of the main component in flotation potassium chloride. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2021;17(4):65–84. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-4-65-84>
17. Sobina A. V., Sobina E. P., Shimolin A. Yu., Tabatchikova T. N. Development of a reference materials of potassium iodate composition: application of direct and indirect approaches to assessing salt purity. *Zhurnal Analiticheskoi Khimii*. 2024;79(1):61–20. (In Russ.). <https://doi.org/10.31857/S0044450224010077>
18. Huang T., Zhang W., Wang J. et al. Coulometric method with titratable impurity analysis and mass balance method: convert acidimetric purity to chemical purity for SI-traceable highest standard of qNMR (potassium hydrogen phthalate), and verified by qNMR. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*. 2023;415:1445–1454. <https://doi.org/10.1007/s00216-023-04532-x>
19. Skutina A. V., Terentiev G. I. State primary standard of units of mass (mole) fraction and mass (molar) concentration of a component in liquid and solid substances and synthetic materials on the basis of coulometric titration. *Izmeritel'naya Tekhnika*. 2011;9:4–8. (In Russ.).
20. Prohaska T., Irrgeher J., Benefield J., Böhlke J. K., Chesson L. A., Coplen T. B. et al. Standard atomic weights of the elements 2021 (IUPAC Technical Report). *Pure and Applied Chemistry*. 2022;94(5):573–600. <https://doi.org/10.1515/pac-2019-0603>
21. Shimolin A. Yu. Metrological support for measurements of oxidizing and reducing agent content in high-purity substances and their solutions by coulometric titration with electrogenerated iodine. Cand. Sci. (Eng.). diss., VNIIM. Available at: <https://www.vniim.ru/files/diss-shimolin.pdf> [Accessed 5 June 2025]. (In Russ.).
22. Shimolin A. J., Sobina A. V., Zyskin V. M. Potassium iodate purity determination by high precision coulometric titration: New measurement procedure implementation. In: 2nd International Ural Conference on Measurements (UralCon), Chelyabinsk, Russia, 16–19 October 2017. IEEE, p. 311–315. <https://doi.org/10.1109/URALCON.2017.8120729>
23. Molloy J. L., Winchester M. R., Butler T. A., Possolo A. M., Rienitz O., Roethke A. et al. CCQM-K143 comparison of copper calibration solutions prepared by NMIs/Dis. *Metrologia*. 2020;58(1A):08006. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/58/1A/08006>
24. Jingbo C., Liandi M., Naijie S., Yunqiao L., Yan C., Lijie D. CCQM-K161 anions in seawater. *Metrologia*. 2024;61(1A):08016. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/61/1A/08016>

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Собина Алена Вячеславовна – канд. техн. наук, заведующий лабораторией физических и химических методов метрологической аттестации стандартных образцов УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: sobinaav@uniim.ru
<https://orcid.org/0000-0002-5873-7326>

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Alena V. Sobina – Cand. Sci. (Eng.), Head of the Laboratory of Physical and Chemical Methods for Metrological Certification of Reference Materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology
4 Krasnoarmeyskaya st., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: sobinaav@uniim.ru
<https://orcid.org/0000-0002-5873-7326>

Собина Егор Павлович – д-р техн. наук, директор УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», заведующий лабораторией метрологического обеспечения наноиндустрии, спектральных методов анализа и стандартных образцов, член-корреспондент Метрологической академии
620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: 251@uniim.ru
<https://orcid.org/0000-0001-8489-2437>

Egor P. Sobina – Dr. Sci. (Eng.), Director, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, Head of the Laboratory for Metrological Assurance of Nano Industry, Spectral Methods of Analysis and Reference Materials

4 Krasnoarmeyskaya st., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: 251@uniim.ru
<https://orcid.org/0000-0001-8489-2437>

Шимолин Александр Юрьевич – канд. техн. наук, ведущий научный сотрудник лаборатории физических и химических методов метрологической аттестации стандартных образцов УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: alex-shimolin@uniim.ru
<https://orcid.org/0000-0001-7288-8254>
Researcher ID: Q-5745–2017

Alexandr Yu. Shimolin – Cand. Sci. (Eng.), Senior Engineer of the Laboratory of Physical and Chemical Methods for Metrological Certification of Reference Materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology
4 Krasnoarmeyskaya st., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: alex-shimolin@uniim.ru
<https://orcid.org/0000-0001-7288-8254>
Researcher ID: Q-5745–2017

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Научная статья

УДК 006.86:547.262:54.027

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-62-77>



Разработка стандартных образцов изотопного состава этанола

Я. К. Чубченко  , А. В. Ларош, А. В. Смирнов, А. В. Колобова 

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева»,
г. Санкт-Петербург, Россия
 ycc@bl0.vniim.ru

Аннотация: Представленное в статье исследование направлено на разработку стандартных образцов изотопного состава этанола, необходимых для выполнения измерений в соответствии с требованиями стандартов Российской Федерации и технических регламентов Таможенного союза. Актуальность работы обусловлена расширением сферы применения изотопного анализа в различных областях, включая пищевую промышленность, экологический мониторинг и таможенный контроль. Существующие стандартные образцы имеют ограниченный диапазон аттестованных значений и вследствие введения санкций со стороны недружественных стран недоступны в России, что создает необходимость в разработке отечественных аналогов.

Цель исследования заключалась в создании и последующей аттестации метрологических характеристик стандартных образцов изотопного состава этанола, полученного из различного сырья: кукурузы, пшеницы, сахарной свеклы и синтетического этанола. Для достижения этой цели была разработана методика приготовления стандартных образцов, изготовлена опытная партия, проведены испытания на однородность, долговременную и кратковременную стабильность, определены аттестованные значения изотопного состава углерода, кислорода и водорода.

Основные методы изготовления и аттестации стандартных образцов включали изотопную масс-спектрометрию с использованием изотопного масс-спектрометра Isoprime precisION, автоматизированную фасовку и запайку ампул со стандартными образцами. Результаты исследования метрологических характеристик показали высокую однородность и стабильность разработанных стандартных образцов, что подтверждает их пригодность для использования в метрологических целях. Аттестованные значения разработанных стандартных образцов согласуются с известными литературными данными об изотопном составе этанола растительного происхождения (кукуруза и пшеница), что подтверждает надежность методов изотопного анализа и их применимость для идентификации биологических источников спирта.

Новизна исследовательской работы заключается в создании отечественных стандартных образцов с более широким диапазоном аттестованных значений изотопного состава углерода, кислорода и водорода по сравнению с аналогами, что расширяет возможности точных измерений и контроля в различных отраслях промышленности.

Практическая значимость описанного в статье исследования состоит в создании стандартных образцов для контроля качества алкогольной продукции, таможенного контроля и государственного контроля на алкогольном рынке. Разработанные стандартные образцы позволяют точно определять происхождение этанола, что особенно важно для идентификации биологических и синтетических источников.

Результаты исследования также открывают перспективы разработки стандартных образцов других веществ, таких как карбонат кальция, полиэтилен и монооксид углерода.

Ключевые слова: метрология, стабильные изотопы, изотопная масс-спектрометрия, стандартные образцы изотопов, стандартные образцы изотопного состава, этанол, изотопный состав этанола, пшеничный этанол, синтетический этанол, свекловичный этанол, кукурузный этанол

Принятые сокращения: ТР ТС – Технический регламент Таможенного союза; СО – стандартные образцы; ССО – сертифицированные стандартные образцы; ИМС – изотопный масс-спектрометр; ЭА – элементный анализатор; СКО – среднее квадратическое отклонение.

Для цитирования: Разработка стандартных образцов изотопного состава этанола / Я. К. Чубченко [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2025. Т. 21, № 3. С. 62–77. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-62-77>

Статья поступила в редакцию 10.03.2025; одобрена после рецензирования 23.05.2025; принята к публикации 25.09.2025.

REFERENCE MATERIALS

Research Article

Development of Reference Materials of Ethanol Isotopic Composition

Ian K. Chubchenko  , Artem V. Larosh, Andrei V. Smirnov, Anna V. Kolobova 

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

 ycc@b10.vniim.ru

Abstract: The research presented in the article is aimed at developing reference materials (hereinafter referred to as RMs) for the isotopic composition of ethanol required for measurements in accordance with the requirements of Russian standards and Technical Regulations of the Customs Union. The relevance is due to the expansion of the scope of isotope analysis in various fields, including the food industry, environmental monitoring and customs control. Current reference materials have a limited range of certified values and are not available in Russia due to the imposition of sanctions by unfriendly countries, which creates the need to develop domestic analogues.

The purpose of the research is to create and subsequently certify the metrological characteristics of reference materials for the isotopic composition of ethanol obtained from various raw materials: corn, wheat, sugar beet and synthetic ethanol. For this purpose, a method for preparing reference materials was developed, a pilot batch was produced, tests for homogeneity, long-term and short-term stability were performed, and certified values of the isotopic composition of carbon, oxygen and hydrogen were determined.

The main methods of RM production and certification included isotope mass spectrometry using the Isoprime precisION isotope mass spectrometer (hereinafter referred to as IMS), automated packaging and sealing of ampoules with reference materials. The study of metrological characteristics showed high homogeneity and stability of the developed reference materials, which confirms their suitability for metrological purposes. The certified values of the developed reference materials are consistent with known literature data on the isotopic composition of plant-based ethanol (corn and wheat), which confirms the reliability of isotopic analysis methods and their applicability for identifying biological sources of alcohol.

The novelty of the research work lies in the development of domestic reference materials with a wider range of certified values of the isotopic composition of carbon, oxygen and hydrogen compared to analogues, which extends the capabilities of accurate measurements and control in various industries.

The practical significance of the research is the development of new reference materials for quality control of alcoholic products, customs control and state control in the alcohol market. The developed reference materials provide accurate determination of the origin of ethanol, which is especially important for the identification of biological and synthetic sources.

The research results create opportunities for developing reference materials of other substances, such as calcium carbonate, polyethylene and carbon monoxide.

Keywords: metrology, stable isotopes, isotope mass spectrometry, isotope reference materials, isotope composition reference materials, ethanol, ethanol isotope composition, wheat ethanol, synthetic ethanol, beet ethanol, corn ethanol

Abbreviations used: TR CU – Technical Regulations of the Customs Union; RM – reference material; CRM – certified reference material; IMS – isotope mass spectrometer; EA – elemental analyzer; SD – standard deviation.

For citation: Chubchenko I. K., Larosh A. V., Smirnov A. V., Kolobova A. V. Development of reference materials of ethanol isotopic composition. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2025;21(3):62–77. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-62-77>

The article was submitted 10.03.2025; approved after reviewing 23.05.2025; accepted for publication 25.09.2025.

Введение

Изотопный анализ находит все более широкое применение в производстве и науке: от проверки декларирования и безопасности ввозимой продукции при таможенном контроле – до изучения углеродного следа и гидрологического цикла при экологическом мониторинге [1–3].

В мировой практике изотопный анализ используется для контроля качества пищевой продукции, такой как мёд [4, 5], соки [6], алкогольные напитки [7], оливковое масло [8], сыр [9], говядина [10], ванилин [11].

Метод изотопного анализа востребован для обеспечения соответствия требованиям ТР ТС 023/2011 и ТР ЕАЭС 047/2018¹ в пищевой промышленности, а также для подтверждения качества и безопасности соковой и алкогольной продукции по ГОСТ 32710–2014, ГОСТ Р 702.1.011-2020, ГОСТ Р 55460–2013, ГОСТ Р 59570–2023².

¹ ТР ЕАЭС 047/2018 О безопасности алкогольной продукции. ТР ТС 023/2011 Технический регламент на соковую продукцию из фруктов и овощей.

² ГОСТ 32710–2014 Продукция алкогольная и сырье для ее производства. Идентификация. Метод

Метод используется для выявления мелассного спирта (ФР.1.31.2021.38807³), синтетического спирта (ФР.1.31.2020.37049⁴) в спиртных напитках виноградного происхождения, алкогольной продукции, спиртосодержащих пищевых ароматизаторах. Методики измерений отношений изотопов углерода, кислорода и водорода этанола в коньяках

определения отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ спиртов и сахаров в винах и сулах. ГОСТ Р 702.1.011-2020 Российская система качества. Вина игристые. Потребительские испытания. ГОСТ Р 55460–2013 Продукция алкогольная. Идентификация. Метод определения отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ диоксида углерода в игристых винах и напитках брожения. ГОСТ Р 59570–2023 Продукция алкогольная. Коньяки и коньячные дистилляты. Оценка качества и идентификация.

³ ФР.1.31.2021.38807 Методика измерений отношений изотопов углерода, кислорода и водорода этанола для выявления присутствия мелассного спирта в спиртных напитках виноградного происхождения и сырье для их производства методом изотопной масс-спектрометрии.

⁴ ФР.1.31.2020.37049 Методика измерений отношений изотопов углерода, кислорода и водорода этанола для выявления синтетического спирта в спиртных напитках виноградного происхождения и сырье для их производства методом изотопной масс-спектрометрии.

и коньячных дистиллятах, фруктовых винах и сидрах, пиве и пивных напитках регламентированы ФР.1.31.2016.24962, ФР.1.31.2016.24753, ФР.1.31.2012.13424⁵, ГОСТ 32710–2014.

Для реализации перечисленных выше методов и методик применяются материалы зарубежного производства, обращение которых в Российской Федерации ограничено по ряду причин. При выполнении измерений (ГОСТ 32710–2014) [12–14] используются ССО IAEA-CH-6 (сахароза), NBS22 (масло), BCR-656 (этанол), BCR-658 (водно-спиртовой раствор 7 %), BCR-660 (водно-спиртовой раствор 12 %), USGS45 (вода). Согласно принципу идентичной пробоподготовки [15], для измерений изотопного состава этанола необходимо использовать СО изотопного состава этанола BCR-656, BCR-658, BCR-659.

ССО BCR-656 представляет собой этанол чистоты 96 %, произведенный из винограда. ССО готовили C. Guillou, G. Remaud и M. Lees из исходного этанола объемом 35 дм³, приобретенного в Деле (Сен-Жиль, Франция). За сутки до фасовки была выполнена фильтрация и тщательная гомогенизация посредством встряхивания в сосуде объемом 50 дм³.

ССО BCR-658 представляет собой водно-спиртовой раствор с объемной долей этанола 7 %. Приготовлен из этанола, который использовался для приготовления BCR-656. Вода для его разбавления была предварительно деионизирована с помощью системы Nanopure (Barnstead). Объемная доля этанола 7 % была выбрана в соответствии с данными, предоставленными OIV (Office International du Vin et de la Vigne). За день до фасовки было приготовлено 35 дм³ водно-спиртового раствора.

ССО BCR-660 представляет собой водно-спиртовой раствор с объемной долей этанола 12 %. Приготовлен из этанола, который использовался для приготовления BCR-656.

⁵ ФР.1.31.2016.24962 Методика измерений отношений изотопов этанола в коньяках и коньячных дистиллятах методом изотопной масс-спектрометрии. ФР.1.31.2016.24753 Методика измерений отношений изотопов этанола в фруктовых винах и сидрах методом изотопной масс-спектрометрии. ФР.1.31.2012.13424 Методика измерений отношения ¹³C/¹²C этанола в пиве и пивных напитках методом изотопной масс-спектрометрии.

Смесь объемом 555 дм³, состоящая из 65 дм³ этанола (96 %) и 490 дм³ деионизированной воды (Nanopure, Barnstead), была приготовлена за день до фасовки.

Указанные выше ССО изотопного состава этанола покрывают очень узкий диапазон дельта значений отношения изотопов углерода $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$ ($-26,91 \pm 0,07 \text{ ‰}$) и не аттестованы по дельта значениям отношения изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW}}$ и водорода $\delta^2\text{H}_{\text{VSMOW}}$. Кроме того, приобрести их в настоящий момент в Российской Федерации не представляется возможным.

Целью данного исследования являлась разработка СО изотопного состава этанола для выполнения измерений по ГОСТ 32710–2014, ГОСТ Р 702.1.011–2020, ГОСТ Р 55460–2013, ГОСТ Р 59570–2023 и ТР ТС 023/2011, ТР ЕАЭС 047/2018. Для достижения поставленной цели потребовалось решить следующие задачи:

- разработать методику приготовления СО;
- изготовить опытную партию СО;
- определить метрологические характеристики СО;
- провести испытания с целью утверждения типа СО.

Материалы и методы

Изготовление СО

Исходный материал СО изотопного состава этанола (кукурузы) представлял собой этанол по ГОСТ 5962–2013⁶, ректификованный из пищевого сырья – кукурузы. Исходный материал СО изотопного состава этанола (пшеницы) представлял собой этанол по ГОСТ 5962–2013, ректификованный из пищевого сырья – пшеницы. Исходный материал СО изотопного состава этанола (свекла сахарная) представлял собой этанол по ГОСТ 5962–2013, ректификованный из пищевого сырья – свеклы сахарной. Исходный материал СО изотопного состава этанола синтетического представлял собой этанол по ГОСТ Р 51999–2002⁷, ректификованный синтетический технический.

⁶ ГОСТ 5962–2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия (с Поправкой, с Изменением № 1).

⁷ ГОСТ Р 51999–2002 Спирт этиловый технический синтетический ректификованный и денатурированный. Технические условия (с Изменениями № 1, 2).

Исходный материал СО тщательно гомогенизировался и расфасовывался объемом от 1,0 до 5,0 см³ в стеклянные ампулы номинальным объемом 5,0 см³. Гомогенизация происходила следующим образом: этанол тщательно перемешивали в течение 1 мин в стеклянной емкости объемом 15 дм³ для обеспечения однородности изотопного состава.

Автоматическая расфасовка и запайка ампул осуществлялась с применением фасовочной линии «БорджиаV20.6» производства ООО НПФ «РОСТ» (Российская Федерация).

Определение аттестованных значений СО

Определение аттестованного значения СО (характеризация) проведена на изотопном масс-спектрометре Isoprime precisION [16] в соответствии с методикой измерений МИ 242/1–2024⁸.

Прослеживаемость аттестованных значений СО к единице величины «дельта значение отношения изотопов», воспроизводимой международной эталонной дельта шкалой VPDB и VSMOW, обеспечена проведением измерений по аттестованной методике измерений, предусматривающей применение СО с установленной прослеживаемостью: IAEA-603⁹, IAEA-610, IAEA-611, IAEA-612, NBS-18, VSMOW2¹⁰, USGS54¹¹, GRESP, SLAP2, IAEA-602, IAEA-CH-7, USGS47¹².

⁸ МИ 242/1–2024 Методика измерений дельта значения отношения изотопов углерода, кислорода, водорода в стандартных образцах изотопного состава этанола, карбоната кальция, сахарозы, полиэтилена и монооксида углерода (свидетельство об аттестации № 2216/202K-(RA.RU.310494)-2024 от 05 апреля 2024 г., рег. номер ФР.1.31.2024.48391).

⁹ Reference Products for Environment and Trade. Available at: <https://nucleus.iaea.org/sites/ReferenceMaterials/Pages/Stable-Isotopes.aspx> (Accessed 05.02.2025).

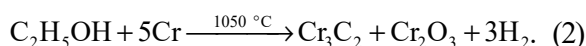
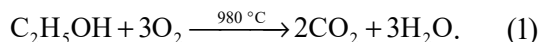
¹⁰ VSMOW2 Vienna Standard Mean Ocean Water. Available at: https://nucleus.iaea.org/sites/ReferenceMaterials/Shared%20Documents/ReferenceMaterials/StableIsotopes/VSMOW2/VSMOW2_SLAP2.pdf (Accessed 05.02.2025).

¹¹ Reference Materials USGS54, USGS55, and USGS56. Available at: <https://d9-wret.s3.us-west-2.amazonaws.com/assets/palladium/production/s3fs-public/atoms/files/Report%20of%20isotopic%20composition-USGS54%2C55%2C56-508.pdf> (Accessed 05.02.2025).

¹² Reference Material USGS47. Available at: <https://d9-wret.s3.us-west-2.amazonaws.com/assets/palladium/>

В качестве системы ввода пробы в ИМС использовался ЭА ECS8020 с ГХ-разделением газообразных продуктов реакции и их количественным определением детектором по теплопроводности. Основными составными частями ЭА являются две однореакторных печи (диаметром 18 мм), детектор по теплопроводности (TCD), ловушка Н₂O, заполненная перхлоратом магния, колоночный термостат (30–110 °С) с хроматографической колонкой. Для разделения газообразных продуктов реакции при анализе изотопного состава водорода использовалась хроматографическая колонка длиной 1 м, нагреваемая до 80 °С, заполненная молекулярным ситом (Molecular Sieves 3A). Для разделения газообразных продуктов реакции при анализе изотопного состава углерода и кислорода использовалась хроматографическая колонка длиной 2 м, нагреваемая до 60 °С производства NC Technologies (Италия).

Расход гелия через ЭА при анализе изотопного состава углерода и кислорода был установлен на уровне 90 см³/мин, водорода – 75 см³/мин. Процесс окисления этанола при анализе изотопного состава углерода описан уравнением (1). Пиролиз этанола при анализе изотопного состава водорода и кислорода – уравнениями (2) и (3) соответственно.



Для проведения вышеописанных химических реакций кварцевый реактор ЭА заполнялся реактивами (рис. 1) и нагревался до температуры, указанной в уравнениях (1)–(3). Этанол вводился в кварцевый реактор ЭА путем закалывания пробы объемом 1 мкл.

Исследование однородности СО

Оценка однородности СО проведена в условиях повторяемости в соответствии production/s3fs-public/atoms/files/Report%20of%20isotopic%20composition-USGS47-508.pdf (Accessed 05.02.2025).

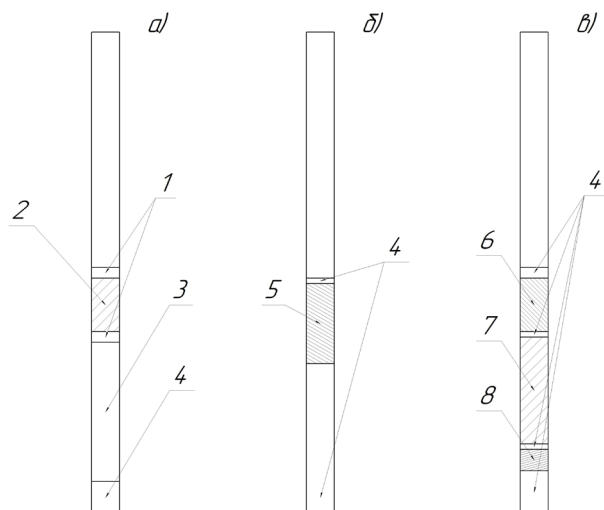


Рис. 1. Схема заполнения кварцевых реакторов для проведения реакций: а) (3); б) (2); в) (1):

1 – никелевая вата; 2 – никель-углеродная вата; 3 – кварцевая крошка; 4 – кварцевая вата; 5 – хром; 6 – оксид хрома; 7 – медная проволока; 8 – оксид кобальта посеребренный

Fig. 1. Diagram of filling quartz reactors for reactions: a) (3); b) (2); c) (1): 1 – nickel wool; 2 – nickel-carbon wool; 3 – quartz chips; 4 – quartz wool; 5 – chromium; 6 – chromium oxide; 7 – copper wire; 8 – silver-plated cobalt oxide

с планом исследований, приведенным в ГОСТ ISO Guide 35–2015, Р 50.2.058, РМГ 93¹³.

Стандартную неопределенность от неоднородности оценивали по формуле (4)

$$u_{\text{од}} = \sqrt{\frac{M_{\text{межэкз}} - M_{\text{внутреэкз}}}{n_0}}, \quad (4)$$

$$M_{\text{межэкз}} = \sigma_n^2(\bar{X}) \cdot n_0, \quad (5)$$

$$M_{\text{внутреэкз}} = \frac{\sum_n \sigma_X^2}{n}, \quad (6)$$

где σ_n – СКО средних значений повторных измерений разных экземпляров СО, ‰; σ_X – СКО повторных измерений одного экземпляра

¹³ ГОСТ ISO Guide 35–2015 Стандартные образцы. Общие и статистические принципы сертификации (аттестации). Р 50.2.058-2007 Рекомендации по стандартизации: Государственная система обеспечения единства измерений. Оценивание неопределенностей аттестованных значений стандартных образцов. РМГ 93–2015 ГСИ Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов.

СО, ‰; n_0 – количество повторных измерений каждого экземпляра СО, штук; n – количество экземпляров СО, штук.

Определение долговременной стабильности СО

Исследование стабильности СО проведено методом ускоренного старения в условиях повторяемости в соответствии с ГОСТ ISO Guide 35–2015.

Продолжительность исследования τ оценивали по формуле

$$\tau = \frac{T}{2 \frac{t_1 - t_0}{10}}, \quad (7)$$

где T – предполагаемый срок годности экземпляра СО (365 суток); t_0 , t_1 – температура хранения СО (+25 °C) и температура хранения СО при ускоренном старении (+70 °C).

При указанных выше условиях продолжительность исследования долговременной стабильности составила $\tau = 16$ суток. Для исследования стабильности СО отобрали 4 экземпляра СО. Ампулы помещали в климатическую камеру, нагретую до температуры хранения СО при ускоренном старении (+70 °C). Через равные промежутки времени (4 суток) извлекали по одному экземпляру СО и проводили измерения в условиях повторяемости в соответствии с МИ 242/1–2024.

Расчет стандартной неопределенности от долговременной нестабильности проведен методом регрессии в соответствии с ГОСТ ISO Guide 35–2015.

Основная модель простой линейной регрессии выражается в виде

$$Y = b_0 + b_1 \cdot X + \varepsilon, \quad (8)$$

где b_0 и b_1 коэффициенты регрессии; ε – случайная составляющая погрешности; X – результат измерений, ‰.

Для оценки коэффициента b_1 использовано выражение

$$b_1 = \frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X}) \cdot (Y_i - \bar{Y})}{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}. \quad (9)$$

Оценку отрезка, отсекаемого на координатной оси, рассчитали по формуле

$$b_0 = \bar{Y} - b_1 \cdot \bar{X}. \quad (10)$$

Оценку стандартного b_1 отклонения рассчитали по формуле

$$s(b_1) = \frac{s}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}}, \quad (11)$$

где

$$s^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (Y_i - b_0 - b_1 \cdot X_i)^2}{n - 2}. \quad (12)$$

Критерий Стьюдента ($t_{0,95n-2}$) для $n-2$ ($n=60$) степеней свободы и $P=0,95$ (95 % доверительный уровень) равен 2,0003.

Если условие (14) выполнялось, то гипотезу об отсутствии тренда принимали и считали, что статистически значимого изменения за период исследования стабильности не обнаружено:

$$|b_1| < t_{0,95n-2} \cdot s(b_1). \quad (13)$$

Стандартная неопределенность от долговременной нестабильности рассчитана по формуле

$$u_{\text{долг.стаб}} = T \cdot s(b_1). \quad (14)$$

Определение кратковременной стабильности СО

Допускалось, что при транспортировании может проявляться кратковременная нестабильность СО. Наибольшие изменения аттестуемой характеристики вероятны при крайних значениях температуры. Установлено, что время транспортирования СО с применением услуг экспресс-почты не превышает двух месяцев. Возможные условия транспортирования СО: температура окружающего воздуха от -5 до $+40$ °С. Для экспериментального подтверждения данного факта проведены исследования влияния изменений внешних условий

на аттестованные значения СО. Период исследования кратковременной стабильности равнялся максимальному сроку транспортирования – двум месяцам при различных условиях окружающего воздуха. Крайние значения диапазона температур окружающего воздуха смоделированы в климатической камере.

Для исследования кратковременной стабильности СО отобрали 2 экземпляра СО. Ампулы помещали в климатическую камеру, нагретую до температуры хранения СО при ускоренном старении ($+70$ °С). Через равные промежутки времени (4 суток) извлекали по одному экземпляру СО и проводили измерения в условиях повторяемости в соответствии с МИ 242/1-2024.

Расчет стандартной неопределенности от кратковременной нестабильности проведен методом регрессии в соответствии с ГОСТ ISO Guide 35–2015 по формулам (8)–(14) при $T = 30$ и 60 суток, $t_0 = 40$ °С, $t_1 = 70$ °С. При указанных условиях продолжительность исследования кратковременной стабильности составила $\tau = 8$ суток.

Стандартная неопределенность от кратковременной нестабильности рассчитана по формуле

$$u_{\text{кратковр.стаб.}} = T \cdot s(b_1). \quad (15)$$

Расчет расширенной неопределенности аттестованного значения СО

Стандартная неопределенность установления аттестованного значения СО ($u_{\text{МИ}}$) численно равна абсолютной суммарной стандартной неопределенности из Приложения № 2 «Бюджет неопределенности измерений» к МИ 242/1-2024 (табл. 1).

Суммарную стандартную неопределенность аттестованного дельта значения отношения

Таблица 1. Стандартная неопределенность установления аттестованного значения СО
Table 1. Standard uncertainty of establishing the certified value of the RM

Аттестуемые характеристики	$u_{\text{МИ}}$, %
Дельта значение отношений изотопов углерода $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$	0,11
Дельта значение отношений изотопов водорода $\delta^2\text{H}_{\text{VSMOW}}$	2,15
Дельта значение отношений изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW}}$	0,28

изотопов углерода, кислорода, водорода (u_c , %) оценивали по формуле

$$u_c = \sqrt{u_{\text{МИ}}^2 + u_{\text{неоднородности}}^2 + u_{\text{долг. стаб.}}^2 + u_{\text{кратковр. стаб.}}^2}, \quad (16)$$

где $u_{\text{МИ}}$ – стандартная неопределенность установления аттестованного значения СО (табл. 1); $u_{\text{неоднородности}}$ – стандартная неопределенность от неоднородности (4); $u_{\text{долг. стаб.}}$ – стандартная неопределенность от долговременной нестабильности (15); $u_{\text{кратковр. стаб.}}$ – стандартная неопределенность от кратковременной нестабильности (16).

Расширенную неопределенность аттестованного дельта значения отношения изотопов углерода, кислорода, водорода (U , %) оценивали по формуле

$$U = 2 \cdot u_c. \quad (18)$$

Допускаемые значения расширенной неопределенности (U , %) численно равны границам абсолютной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Результаты и обсуждение

Разработаны и внесены в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений следующие СО:

– ГСО 12739–2024. Государственный стандартный образец. СО изотопного состава этанола (кукуруза)¹⁴;

– ГСО 12740–2024. Государственный стандартный образец. СО изотопного состава этанола (пшеница)¹⁵;

– ГСО 12741–2024. Государственный стандартный образец. СО изотопного состава этанола (свекла сахарная)¹⁶;

– ГСО 12742–2024. Государственный стандартный образец. СО изотопного состава этанола синтетического¹⁷.

Для этого проанализированы методы приготовления существующих СО изотопного состава этанола и разработана собственная методика приготовления СО изотопного состава этанола.

Изготовлена опытная партия СО в количестве 20 шт. (рис. 2).



Рис. 2. Общий вид опытной партии СО
Fig. 2. General view of the pilot batch of RMs

Результаты исследования однородности, долговременной и кратковременной стабильности СО, определения аттестованных значений и результатов расчетов расширенной неопределенности аттестованных значений разработанных СО приведены в табл. 2–5. Всего выполнено более 30 измерений аттестованных значений ($\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$, $\delta^2\text{H}_{\text{VSMOW}}$, $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW}}$) СО.

¹⁷ ГСО 12742–2024 Стандартный образец изотопного состава этанола синтетического. Режим доступа: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1421337> (дата обращения: 28.02.2025).

¹⁴ ГСО 12739–2024 Стандартный образец изотопного состава этанола (кукуруза). Режим доступа: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1421334> (дата обращения: 28.02.2025).

¹⁵ ГСО 12740–2024 Стандартный образец изотопного состава этанола (пшеница). Режим доступа: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1421335> (дата обращения: 28.02.2025).

¹⁶ ГСО 12741–2024 Стандартный образец изотопного состава этанола (свекла сахарная). Режим доступа: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1421336> (дата обращения: 28.02.2025).

Экспериментально подтверждена однородность разработанных СО, так как результаты измерений (табл. 2) показывают, что стандартная неопределенность от неоднородности на по-

рядок меньше стандартной неопределенности установления аттестованного значения СО.

Результаты измерений (табл. 3) позволяют принять гипотезу об отсутствии тренда

Таблица 2. Результаты исследования однородности СО

Table 2. Results of the homogeneity study of RMs

Образец	Аттестуемые характеристики	$M_{\text{межэкз}}$	$M_{\text{внутреэкз}}$	$u_{\text{од}}, \text{‰}$
СО изотопного состава этанола (кукуруза)	Дельта значение отношений изотопов углерода $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$	0,000 6	0,000 5	0,006
	Дельта значение отношений изотопов водорода $\delta^2\text{H}_{\text{VSMOW}}$	0,13	0,07	0,14
	Дельта значение отношений изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW}}$	0,004	0,003	0,02
СО изотопного состава этанола (пшеница)	Дельта значение отношений изотопов углерода $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$	0,000 8	0,000 4	0,012
	Дельта значение отношений изотопов водорода $\delta^2\text{H}_{\text{VSMOW}}$	0,13	0,08	0,13
	Дельта значение отношений изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW}}$	0,006	0,003	0,03
СО изотопного состава этанола (свекла сахарная)	Дельта значение отношений изотопов углерода $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$	0,000 9	0,000 4	0,013
	Дельта значение отношений изотопов водорода $\delta^2\text{H}_{\text{VSMOW}}$	0,20	0,12	0,15
	Дельта значение отношений изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW}}$	0,007	0,003	0,03
СО изотопного состава этанола синтетического	Дельта значение отношений изотопов углерода $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$	0,000 8	0,000 4	0,012
	Дельта значение отношений изотопов водорода $\delta^2\text{H}_{\text{VSMOW}}$	0,14	0,12	0,09
	Дельта значение отношений изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW}}$	0,009	0,004	0,04

Таблица 3. Результаты исследования долговременной стабильности

Table 3. Results of the long-term stability study

Образец	Аттестуемые характеристики	$s(b1)$	T, месяц	$u_{\text{долг. таб.}}, \text{‰}$
СО изотопного состава этанола (кукуруза)	Дельта значение отношений изотопов углерода $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$	0,000 4	12	0,004
	Дельта значение отношений изотопов водорода $\delta^2\text{H}_{\text{VSMOW}}$	0,006		0,07
	Дельта значение отношений изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW}}$	0,000 6		0,008

Окончание табл. 3
End of Table 3

Образец	Аттестуемые характеристики	s(b1)	Т, месяц	u _{долг. стаб.} , ‰
СО изотопного состава этанола (пшеница)	Дельта значение отношений изотопов углерода $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$	0,000 3	12	0,004
	Дельта значение отношений изотопов водорода $\delta^2\text{H}_{\text{VSMOW}}$	0,010		0,12
	Дельта значение отношений изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW}}$	0,000 5		0,006
СО изотопного состава этанола (свекла сахарная)	Дельта значение отношений изотопов углерода $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$	0,001 0	12	0,012
	Дельта значение отношений изотопов водорода $\delta^2\text{H}_{\text{VSMOW}}$	0,008		0,010
	Дельта значение отношений изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW}}$	0,000 8		0,10
СО изотопного состава этанола синтетического	Дельта значение отношений изотопов углерода $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$	0,000 5	12	0,006
	Дельта значение отношений изотопов водорода $\delta^2\text{H}_{\text{VSMOW}}$	0,005		0,004
	Дельта значение отношений изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW}}$	0,000 3		0,06

по каждому экземпляру СО согласно пп. 5.2.15, 5.3.9 РМГ 93-2015. Показано, что статистически значимого изменения аттестуемых характеристик за период исследования стабильности не происходит, таким образом подтверждается срок годности СО – 12 месяцев.

Результаты измерений (табл. 4) позволяют принять гипотезу об отсутствии тренда по каждому экземпляру СО согласно пп. 5.2.15, 5.3.9

РМГ 93-2015. Статистически значимого изменения аттестуемых характеристик за период исследования стабильности не обнаружено, таким образом подтверждается стабильности при транспортировке СО – 2 месяца.

Показано, что изотопный состав этанола существенно варьируется в зависимости от его происхождения, а полученные результаты согласуются с [17]. Установлено, что для

Таблица 4. Результаты исследования кратковременной стабильности
Table 4. Results of the short-term stability study

Образец	Аттестуемые характеристики	s(b1)	Т, месяц	u _{кратковр. стаб.} , ‰
СО изотопного состава этанола (кукуруза)	Дельта значение отношений изотопов углерода $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$	0,000 7	2	0,001 4
	Дельта значение отношений изотопов водорода $\delta^2\text{H}_{\text{VSMOW}}$	0,013		0,026
	Дельта значение отношений изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW}}$	0,004		0,009

Окончание табл. 4

End of Table 4

Образец	Аттестуемые характеристики	s(b1)	Т, месяц	u _{кратковр. стаб.} , ‰
СО изотопного состава этанола (пшеница)	Дельта значение отношений изотопов углерода $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$	0,000 6	2	0,001 2
	Дельта значение отношений изотопов водорода $\delta^2\text{H}_{\text{VSMOW}}$	0,006		0,012
	Дельта значение отношений изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW}}$	0,003 2		0,006
СО изотопного состава этанола (свекла сахарная)	Дельта значение отношений изотопов углерода $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$	0,000 6		0,001 2
	Дельта значение отношений изотопов водорода $\delta^2\text{H}_{\text{VSMOW}}$	0,015		0,03
	Дельта значение отношений изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW}}$	0,002 3		0,005
СО изотопного состава этанола синтетического	Дельта значение отношений изотопов углерода $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$	0,000 2		0,000 4
	Дельта значение отношений изотопов водорода $\delta^2\text{H}_{\text{VSMOW}}$	0,019		0,04
	Дельта значение отношений изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW}}$	0,002 2		0,004

Таблица 5. Аттестованные значения и результаты расчетов расширенной неопределенности (при $k = 2$ и $P = 0,95$) аттестованных значений СОTable 5. Certified values and results of calculations of expanded uncertainty (at $k = 2$ and $P = 0.95$) of certified values of RMs

Образец	Аттестуемые характеристики	Аттестованное значение, ‰	Значение расширенной неопределенности (U)* при $k = 2$ и $P = 0,95$, ‰	Диапазон согласно литературным данным, ‰
СО изотопного состава этанола (кукуруза)	Дельта значение отношений изотопов углерода $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$	-12,3	0,3	от -12,5 до -10
	Дельта значение отношений изотопов водорода $\delta^2\text{H}_{\text{VSMOW}}$	-243,0	5,0	от -240 до -160
	Дельта значение отношений изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW}}$	12,9	0,6	от 5 до 20

Окончание табл. 5
End of Table 5

Образец	Аттестуемые характеристики	Аттестованное значение, ‰	Значение расширенной неопределенности (<i>U</i>)* при <i>k</i> = 2 и <i>P</i> = 0,95, ‰	Диапазон согласно литературным данным, ‰
СО изотопного состава этанола (пшеница)	Дельта значение отношений изотопов углерода $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$	-25,1	0,3	от -27 до -22
	Дельта значение отношений изотопов водорода $\delta^2\text{H}_{\text{VSMOW}}$	-280,0	5,0	от -280 до -210
	Дельта значение отношений изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW}}$	14,7	0,6	от 7,5 до 25
СО изотопного состава этанола (свекла сахарная)	Дельта значение отношений изотопов углерода $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$	-29,2	0,3	—
	Дельта значение отношений изотопов водорода $\delta^2\text{H}_{\text{VSMOW}}$	-299,4	5,0	—
	Дельта значение отношений изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW}}$	6,2	0,6	—
СО изотопного состава этанола синтетического	Дельта значение отношений изотопов углерода $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$	-37,1	0,3	от -30 до -25
	Дельта значение отношений изотопов водорода $\delta^2\text{H}_{\text{VSMOW}}$	-165,7	5,0	от -140 до -120
	Дельта значение отношений изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW}}$	-15,2	0,6	от -5 до 0

этаноло, полученного из кукурузы, дельта значения отношения изотопов углерода $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$ находятся в диапазоне от -12,5 до -10 ‰, тогда как для этанола из пшеницы эти значения находятся в диапазоне от -27 до -22 ‰. Синтетический этанол демонстрирует еще более отрицательные значения $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$ в диапазоне от -30 до -25 ‰. Сравнительный анализ экспериментальных и литературных данных из [17] показывает: этанолы растительного происхождения характеризуются

положительными значениями $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW}}$, например, этанол (кукуруза) – от 5 до 20 ‰; этанол (пшеница) – от 7,5 до 25 ‰, в отличие от синтетического аналога, где $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW}}$ принимает отрицательные значения – от -5 до 0 ‰. Дельта значения отношения изотопов водорода $\delta^2\text{H}_{\text{VSMOW}}$ также имеют выраженные различия: для кукурузного этанола диапазон составляет от -240 до -160 ‰; для пшеничного – от -280 до -210 ‰, тогда как для синтетического – от -140 до -120 ‰.

Установлено, что экспериментальные данные для СО этанола растительного происхождения (кукуруза и пшеница) полностью соответствуют указанным в [17] диапазонам, что подтверждает согласованность результатов с опубликованными научными данными. Однако обнаруженные для синтетического этанола расхождения указывают на возможную вариативность исходного сырья, используемого в производственном процессе. Указанное несоответствие может быть связано с особенностями технологических цепочек синтеза, влияющих на изотопную сигнатуру конечного продукта.

Исходный материал для производства СО изотопного состава этанола синтетического представляет собой этанол, ректифицированный синтетический технический по ГОСТ Р 51999-2002, вырабатываемый прямой гидратацией этилена, получаемого из жидких дистиллятов нефти или низших насыщенных углеводородов. Изотопный состав материала зависит от изотопного состава конкретной партии жидких дистиллятов нефти или низших насыщенных углеводородов, используемых для его производства. В качестве анализируемого в [17] синтетического этанола мог быть денатурированный ректифицированный синтетический технический этиловый спирт, получаемый денатурацией денатониум бензоатом ректифицированного синтетического технического этилового спирта. Также различия могут быть связаны с изотопным составом жидких дистиллятов нефти или низших насыщенных углеводородов, из которых производят синтетический этанол.

Полученные результаты в полной мере согласуются с известными данными об изотопном составе этанола растительного происхождения (кукуруза и пшеница), что подтверждает надежность методов изотопного анализа и их применимость для идентификации биологических источников спирта. Отклонение результатов анализа изотопного состава синтетического этанола отечественного происхождения от результатов из литературных источников, полученных на этаноле зарубежного производства, можно объяснить вариативностью исходного сырья. Диапазон аттестуемой характеристики, присвоенный СО изотопного состава

синтетического этанола (табл. 5), наиболее точно характеризует изотопный состав продукции отечественного производства.

Проведенное исследование подтверждает высокую достоверность определения происхождения сырья изотопными методами и необходимость разработки стандартов для интерпретации изотопных данных, что особенно актуально для контроля качества алкогольной продукции, таможенного контроля и государственного контроля на алкогольном рынке, где точное определение источника этанола имеет ключевое значение.

Заключение

Разработанные СО изотопного состава этанола удовлетворяют потребности метрологического обеспечения выполнения измерений по целому ряду российских стандартов и ТР ТС. В результате проведенных исследований разработана методика приготовления СО, изготовлена опытная партия, определены метрологические характеристики СО, проведены испытания с целью утверждения типа СО.

СО имеют широкий спектр применения:

- установление и контроль стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений, а также контроль метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа;
- аттестация методик (методов) измерений;
- контроль точности результатов измерений дельта значений отношений изотопов углерода, кислорода, водорода;
- проведение межлабораторных сравнительных (сличительных) испытаний.

Сфера применения новых СО – пищевая, химическая, нефтеперерабатывающая промышленность, научные исследования.

Полученные результаты обладают практической значимостью, потому что известные СО (BCR-656, BCR-658, BCR-660) изотопного состава этанола производства Института эталонных материалов и измерений (Бельгия) имеют аттестованную характеристику дельта значения отношений изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW}}$ только для изотопного состава воды и водной компоненты в вине, $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW}}$ и $\delta^2\text{H}_{\text{VSMOW}}$ для этанола не аттестованы. Создание новых СО

изотопного состава этанола позволит создать базу учета происхождения сырья с аттестованными характеристиками дельта значения отношений изотопов углерода $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$, дельта значения отношений изотопов водорода $\delta^2\text{H}_{\text{VSMOW}}$ и дельта значения отношения изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW}}$.

Полученные результаты хорошо совпадают с представленными в научной литературе результатами анализа изотопного состава этанола аналогичного происхождения.

Прослеживаемость аттестованных значений СО к единице величины «дельта значение отношения изотопов», воспроизводимой международной эталонной дельта шкалой VPDB и VSMOW, обеспечена проведением измерений по аттестованной методике измерений, предусматривающей применение СО с установленной прослеживаемостью, что гарантирует признание результатов измерений на международном уровне.

Конфликт интересов: Авторы являются сотрудниками учредителя журнала. Однако при написании рукописи статьи авторы руководствовались соображениями научной ценности полученного материала и заявляют о беспристрастности оценки полученных данных. Об иных конфликтах интересов авторы не заявляли.

Conflict of interests: The authors are employees of the journal founder. 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 declare no other conflicts of interest.

Вклад авторов: Чубченко Я. К. – разработка методологии, контроль проведения исследований, валидация; Ларош А. В. – подготовка визуальных материалов, проверка и редакция текста статьи; Смирнов А. В. – проведение исследовательских работ, написание чернового варианта статьи; Колобова А. В. – разработка концепции исследования, анализ результатов, проверка текста статьи.

Contribution of the authors: Chubchenko I. K. – development of methodology, supervision of research, validation; Larosh A. V. – preparation of visual materials, revision of the article text; Smirnov A. V. – research work, writing a draft article; Kolobova A. V. – development of the research concept, analysis of results, revision of the text.

Финансирование: Работа выполнена в рамках 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 the Government Contract № 120-38/2023 dated 17.05.2023 for the implementation of experimental design work on the subject “Development and production of new sets of 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. Arshad Z., Shin K. H., Hur J. Utilization and applications of stable isotope analysis for wastewater treatment systems: A review // *Environmental Research*. 2025. Vol. 264, P. 1. P. 120347. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2024.120347>
2. Блохин М. Г., Арбузов С. И., Чекрыжов И. Ю. Исследование изотопных отношений кислорода и водорода как показателей природных условий формирования каолинита тонштейнов, кор выветривания и аргиллита // *Известия Томского политехнического университета. Инжиниринг георесурсов*. 2022. Т. 333, № 12. С. 46–60. <https://doi.org/10.18799/24131830/2022/12/3894>
3. Lu X., Bai J., Ye F., Wei G. Progress and prospect of rare earth elements stable isotope analysis techniques // *Journal of Earth Science*. 2024. Vol. 35, № 6. P. 2129–2132. <https://doi.org/10.1007/s12583-024-2022-8>
4. Isotopic characteristics ($\delta^{13}\text{C}$, $\delta^{15}\text{N}$, and $\delta^{18}\text{O}$) of honey from Bangladesh retail markets: Investigating sugar manipulation, botanical and geographical authentication / M. A. Khatun [et al.] // *Food Chemistry*. 2024. Vol. 435. P. 137612. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2023.137612>
5. Kalashnikova D. A., Simonova G. V. Stable isotope ratios (H, C, O) of honey samples from different regions of Russia // *Journal of Analytical Chemistry*. 2022. Vol. 77, № 12. P. 1612–1620. <https://doi.org/10.1134/S1061934822120061>

6. Determination of geographical origin of concentrated apple juice through analysis of stable isotopic and mineral elemental fingerprints: preliminary results / X. Liu [et al.] // *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 2021. Vol. 101, № 9. P. 3795–3803. <https://doi.org/10.1002/jsfa.11012>
7. Measurement of $\delta^{18}\text{O}$ and $\delta^2\text{H}$ of water and ethanol in wine by off-axis integrated cavity output spectroscopy and isotope ratio mass spectrometry / X. Wang [et al.] // *European Food Research and Technology*. 2021. Vol. 247, № 8. P. 1899–1912. <https://doi.org/10.1007/s00217-021-03758-2>
8. Chemometric discrimination of the geographical origin of three Greek cultivars of olive oils by stable isotope ratio analysis / M. Tarapoulouzi [et al.] // *Foods*. 2021. Vol. 10, № 2. P. 336. <https://doi.org/10.3390/foods10020336>
9. Authenticity and typicity of traditional cheeses: A review on geographical origin authentication methods / M. Cardin [et al.] // *Foods*. 2022. Vol. 11, № 21. P. 3379. <https://doi.org/10.3390/foods11213379>
10. Characterization of beef coming from different European countries through stable isotope (H, C, N, and S) ratio analysis / L. Bontempo [et al.] // *Molecules*. 2023. Vol. 28, № 6. P. 2856. <https://doi.org/10.3390/molecules28062856>
11. Application of ^{13}C quantitative NMR spectroscopy to isotopic analyses for vanillin authentication source / C. Pironti [et al.] // *Foods*. 2021. Vol. 10, № 11. P. 2635. <https://doi.org/10.3390/foods10112635>
12. Measurement of $\delta^{18}\text{O}$ and $\delta^2\text{H}$ of water and ethanol in wine by off-axis integrated cavity output spectroscopy and isotope ratio mass spectrometry / X. Wang [et al.] // *European Food Research and Technology*. 2021. Vol. 247. P. 1899–1912. <https://doi.org/10.1007/s00217-021-03758-2>
13. Determining sugar and molasses origin by non-exchangeable hydrogen stable isotope of ethanol and carbon isotope ratio mass spectrometry / M. Rojas-Rioseco [et al.] // *Food Frontiers*. 2024. № 5. P. 1709–1721. <https://doi.org/10.1002/fft2.418>
14. Исследование отношений изотопов углерода, кислорода и водорода этанола фруктовых вин / Л. А. Оганесянц [и др.] // *Техника и технология пищевых производств*. 2020. Т. 50, № 4. С. 717–725. <https://doi.org/10.21603/2074-9414-2020-4-717-725>
15. Assessment of international reference materials for isotope-ratio analysis (IUPAC Technical Report) / W. A. Brand [et al.] // *Pure and Applied Chemistry*. 2014. Vol. 86, Iss. 3. P. 425–467. <https://doi.org/10.1515/pac-2013-1023>
16. Разработка эталонной установки для метрологического обеспечения измерений дельта значения отношения изотопов углерода и кислорода в выдыхаемом воздухе / Я. К. Чубченко [и др.] // *Эталоны. Стандартные образцы*. 2024. Т. 20, № 2. С. 5–22. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-2-5-22>
17. Botanical and geographical origin identification of industrial ethanol by stable isotope analyses of C, H, and O / K. Ishida-Fujii [et al.] // *Bioscience Biotechnology and Biochemistry*. 2005. Vol. 69, Iss. 11. P. 2193–2199. <https://doi.org/10.1271/bbb.69.2193>

REFERENCES

1. Arshad Z., Shin K. H., Hur J. Utilization and applications of stable isotope analysis for wastewater treatment systems: A review. *Environmental Research*. 2025;264(1):120347. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2024.120347>
2. Blokhin M. G., Arbuzov S. I., Chekryzhov I. Yu. Study of oxygen and hydrogen isotope ratios as indicators of tonsteines, weathering crusts and argillite kaolinite environmental conditions formation. *Bulletin of the Tomsk Polytechnic University. Geo Assets Engineering*. 2022;333(12):46–60. (In Russ.). <https://doi.org/10.18799/24131830/2022/12/3894>
3. Lu X., Bai J., Ye F., Wei G. Progress and prospect of rare earth elements stable isotope analysis techniques. *Journal of Earth Science*. 2024;35(6):2129–2132. <https://doi.org/10.1007/s12583-024-2022-8>
4. Khatun M. A., Yoshimura J., Yoshida M., Suzuki Y., Huque R., Kelly S. D. et al. Isotopic characteristics ($\delta^{13}\text{C}$, $\delta^{15}\text{N}$, and $\delta^{18}\text{O}$) of honey from Bangladesh retail markets: Investigating sugar manipulation, botanical and geographical authentication. *Food Chemistry*. 2024;435:137612. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2023.137612>
5. Kalashnikova D. A., Simonova G. V. Stable isotope ratios (H, C, O) of honey samples from different regions of Russia. *Journal of Analytical Chemistry*. 2022;77(12):1612–1620. <https://doi.org/10.1134/S1061934822120061>
6. Liu X., Zhao Y., Mu J., Zhang J., Zhang A. Determination of geographical origin of concentrated apple juice through analysis of stable isotopic and mineral elemental fingerprints: preliminary results. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 2021;101(9):3795–3803. <https://doi.org/10.1002/jsfa.11012>
7. Wang X., Jansen H. G., Duin H., Meijer H. A. Measurement of $\delta^{18}\text{O}$ and $\delta^2\text{H}$ of water and ethanol in wine by off-axis integrated cavity output spectroscopy and isotope ratio mass spectrometry. *European Food Research and Technology*. 2021;247(8):1899–1912. <https://doi.org/10.1007/s00217-021-03758-2>
8. Tarapoulouzi M., Skiada V., Agriopoulou S., Psomiadis D., Rébua C., Roussos S. et al. Chemometric discrimination of the geographical origin of three Greek cultivars of olive oils by stable isotope ratio analysis. *Foods*. 2021;10(2):336. <https://doi.org/10.3390/foods10020336>

9. Cardin M., Cardazzo B., Mounier J., Novelli E., Coton M., Coton E. Authenticity and typicity of traditional cheeses: A review on geographical origin authentication methods. *Foods*. 2022;11(21):3379. <https://doi.org/10.3390/foods11213379>
10. Bontempo L., Perini M., Pianezze S., Horacek M., Roßmann A., Kelly S. D. et al. Characterization of beef coming from different European countries through stable isotope (H, C, N, and S) ratio analysis. *Molecules*. 2023;28(6):2856. <https://doi.org/10.3390/molecules28062856>
11. Pironti C., Ricciardi M., Motta O., Camin F., Bontempo L., Proto A. Application of ^{13}C quantitative NMR spectroscopy to isotopic analyses for vanillin authentication source. *Foods*. 2021;10(11):2635. <https://doi.org/10.3390/foods10112635>
12. Wang X., Jansen H. G., Duin H., Meijer H. A. Measurement of $\delta^{18}\text{O}$ and $\delta^2\text{H}$ of water and ethanol in wine by off-axis integrated cavity output spectroscopy and isotope ratio mass spectrometry. *European Food Research and Technology*. 2021;247:1899–1912. <https://doi.org/10.1007/s00217-021-03758-2>
13. Rojas-Rioseco M., Fakhar H. I., Smajlovic I., Smajlovic M., Grkavac S., Oztop M. H. et al. Determining sugar and molasses origin by non-exchangeable hydrogen stable isotope of ethanol and carbon isotope ratio mass spectrometry. *Food Frontiers*. 2024;5:1709–1721. <https://doi.org/10.1002/fft2.418>
14. Oganesyants L. A., Panasyuk A. L., Kuzmina E. I., Ganin M. Yu. Isotopes of carbon, oxygen, and hydrogen ethanol in fruit wines. *Food Processing: Techniques and Technology*. 2020;50(4):717–725. (In Russ.). <https://doi.org/10.21603/2074-9414-2020-4-717-725>
15. Brand W. A., Coplen T. B., Vogl J., Rosner M., Prohaska T. Assessment of international reference materials for isotope-ratio analysis (IUPAC Technical Report). *Pure and Applied Chemistry*. 2014;86(3):425–467. <https://doi.org/10.1515/pac-2013-1023>
16. Chubchenko I. K., Kolobova A. V., Larosh A. V., Afanasyev G. A. Development of a reference installation for metrological support of the delta value measurements of the ratio of carbon and oxygen isotopes in exhaled air. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2024;20(2):5–22. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-2-5-22>
17. Ishida-Fujii K., Goto Sh., Uemura R., Yamada K., Sato M., Yoshida N. Botanical and geographical origin identification of industrial ethanol by stable isotope analyses of C, H, and O. *Bioscience Biotechnology and Biochemistry*. 2005;69(11):2193–2199. <https://doi.org/10.1271/bbb.69.2193>

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Чубченко Ян Константинович – канд. техн. наук, руководитель лаборатории государственных эталонов и научных исследований в области измерений отношений изотопов ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» 190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19
e-mail: ycc@b10.vniim.ru
<https://orcid.org/0000-0002-3408-5116>

Ларош Артем Вадимович – инженер лаборатории государственных эталонов и научных исследований в области измерений отношений изотопов ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» 190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19
e-mail: larosh@b10.vniim.ru

Смирнов Андрей Владимирович – техник научно-исследовательского отдела государственных эталонов в области физико-химических измерений ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» 190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19
e-mail: andrey.smirniy@b10.vniim.ru

Колобова Анна Викторовна – канд. техн. наук, руководитель научно-исследовательского отдела государственных эталонов в области физико-химических измерений ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» 190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19
e-mail: akol@b10.vniim.ru
<https://orcid.org/0000-0001-9030-446X>

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Ian K. Chubchenko – Cand. Sci. (Eng.), Head of the Laboratory of Measurement Standards and Scientific Research of Isotope Ratios, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology 19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia
e-mail: ycc@b10.vniim.ru
<https://orcid.org/0000-0002-3408-5116>

Artem V. Larosh – Engineer of the Laboratory of Measurement Standards and Scientific Research of Isotope Ratios, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology 19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia
e-mail: larosh@b10.vniim.ru

Andrei V. Smirnov – Technician of the Research Department of State Standards in the Field of Physical and Chemical Measurements, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology 19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia
e-mail: andrey.smirniy@b10.vniim.ru

Anna V. Kolobova – Cand. Sci. (Eng.), Head of the Research Department of State Standards in the Field of Physical and Chemical Measurements, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology 19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia
e-mail: akol@b10.vniim.ru
<https://orcid.org/0000-0001-9030-446X>

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Научная статья

УДК 006.91:537.311(312)

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-78-90>



Разработка стандартных образцов удельной электрической проводимости жидкости

М. В. Беднова , А. В. Стрельников , Е. В. Шкулёва

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

Аннотация: Удельная электрическая проводимость – один из важнейших показателей качества воды в технологических процессах производства микроэлектроники, в фармацевтике, тепловой и атомной энергетике, показатель, исследуемый при мониторинге окружающей среды. Опираясь на точные данные об удельной электрической проводимости жидкости, можно достоверно оценить состояние производственных систем и технологических процессов. В статье описано исследование, проведенное с целью разработки и производства двух типов стандартных образцов удельной электрической проводимости жидкости – УЭП-10 (ГСО 12746-2024) и УЭП-20 (ГСО 12374-2023).

В статье представлены материалы и оборудование, использованные при изготовлении стандартных образцов. Дана оценка относительной неопределенности аттестованных значений от долговременной и кратковременной стабильности, приведены расчеты относительной расширенной неопределенности аттестованных значений стандартных образцов в соответствии с ГОСТ ISO Guide 35–2015. В ходе работы установлена метрологическая прослеживаемость аттестованных значений стандартных образцов к единице величины «удельная электрическая проводимость», воспроизводимой ГЭТ 132–2018 Государственным первичным эталоном единицы удельной электрической проводимости жидкостей в диапазоне от 0,001 до 50 См/м.

Разработанные стандартные образцы дополнили перечень имеющихся отечественных стандартных образцов благодаря увеличенному интервалу значений удельной электрической проводимости, составляющему от 1 до 20 См/м. Доступность на рынке позволит новым стандартным образцам заместить импортные аналоги, тем самым сократив сроки и стоимость метрологической работы.

Статья адресована государственным метрологическим центрам, осуществляющим поверку, калибровку и испытания в целях утверждения типа кондуктометрических анализаторов. Опубликованные материалы могут быть полезны проводящим научные исследования организациям и метрологическим службам предприятий различных отраслей.

Ключевые слова: единство измерений, метрологическое обеспечение, удельная электрическая проводимость, рабочий эталон, стандартный образец, анализатор кондуктометрический, химические свойства, стабильность, контроль измерений, опытно-конструкторская работа

Принятые сокращения: ГПС – Государственная поверочная схема; СИ – средство измерений; СО – стандартный образец; УЭП – удельная электрическая проводимость.

Для цитирования: Беднова М. В., Стрельников А. В., Шкулёва Е. В. Разработка стандартных образцов удельной электрической проводимости жидкости // Эталоны. Стандартные образцы. 2025. Т. 21, № 3. С. 78–90. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-78-90>

Статья поступила в редакцию 17.03.2025; одобрена после рецензирования 21.04.2025; принята к публикации 25.09.2025.

REFERENCE MATERIALS

Research Article

Development of Reference Materials of Specific Electrical Conductivity of Liquids

Mariya V. Bednova  , Alexandr V. Strelnikov , Ekaterina V. Shkuleva 

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

 m.v.bednova@vniim.ru

Abstract: Specific electrical conductivity is one of the most important indicators of water quality in technological processes of microelectronics production, pharmaceuticals, thermal and nuclear power engineering; the indicator studied during environmental monitoring. Based on accurate data on specific electrical conductivity of liquid, it is possible to reliably assess the state of production systems and technological processes. The article describes a study conducted to develop and produce two types of reference materials of specific electrical conductivity of liquid – SEC-10 (GSO 12746-2024) and SEC-20 (GSO 12374-2023).

The article presents the materials and instruments used in the production of reference materials. An assessment of the relative uncertainty of certified values of long-term and short-term stability is given, calculations of the relative expanded uncertainty of certified values of reference materials are presented in accordance with GOST ISO Guide 35–2015. In the course of the work, the metrological traceability of the certified values of reference materials to the measurements unit of “specific electrical conductivity” reproduced by State Primary Standard of the unit of specific electrical conductivity of liquids in the range from 0,001 to 50 S/m GET 132-2018 was established.

The developed reference materials were added to the list of available domestic reference materials due to the increased range of specific electrical conductivity values, which is from 1 to 20 S/m. Market availability will allow new reference materials to replace imported analogues, thereby reducing the time and cost of metrological work. The article is addressed to state metrology centers performing verification, calibration and testing for approval of the type of conductometric analyzers. The publication may be useful for organizations conducting scientific research and metrology services of enterprises of various industries.

Keywords: uniformity of measurements, metrological support, specific electrical conductivity, working measurement standard, reference material, conductometric analyzer, chemical properties, stability, measurement control, research and development work

Abbreviators used: SVS – State verification schedule; MI – measuring instrument; RM – reference material; SEC – specific electrical conductivity.

For citation: Bednova M. V., Strelnikov A. V., Shkuleva E. V. Development of reference materials of specific electrical conductivity of liquids. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2025;21(3):78–90. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-78-90>

The article was submitted 17.03.2025.; approved after reviewing 21.04.2025.; accepted for publication 25.09.2025.

Введение

Определение УЭП жидкостей – один из пространственных видов метрологической работы в производстве микроэлектроники, фармацевтической промышленности, тепловой

и атомной энергетике [1–4], обеспечении мониторинга окружающей среды [5–6], эффективный способ оценки состояния производственных систем и технологических процессов [7–10]. Наиболее широко с этой целью

применяется кондуктометрический метод измерений, что обусловлено его преимуществами – низкой стоимостью, надежностью и высокой точностью.

Для контроля УЭП жидкостей при выполнении широкого ряда измерительных задач применяются кондуктометры лабораторные и промышленные, анализаторы жидкости кондуктометрические, солемеры, гидрологические зонды и др. В соответствии с ГПС для СИ УЭП жидкостей¹, одним из методов передачи единицы величины УЭП средствам измерений от рабочих эталонов 1-го и 2-го разрядов является метод прямых измерений СО УЭП жидкостей.

В условиях непрерывного производства велика потребность поверки СИ УЭП по месту эксплуатации, где происходит непрерывный измерительный процесс. Использование в этих целях СО утвержденного типа позволяет минимизировать количество дорогостоящего измерительного оборудования для поверки, а также калибровки и испытаний в целях утверждения типа СИ, то есть в конечном счете сократить затраты на метрологическое обеспечение измерительного оборудования.

В разделе «Утвержденные типы стандартных образцов» ФГИС «Аршин»² по состоянию на декабрь 2022 г. содержались сведения

¹ Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей : Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт) от 27.03.2025 № 609.

² «Аршин» – подсистема Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений (ФГИС «Аршин»).

о восьми действующих типах ГСО УЭП жидкостей (в скобках указан производитель):

– ГСО 9382-2009 (ООО «ИНТЕГРСО», г. Уфа, Россия; АНО НПО «ИНТЕГРСО», г. Уфа, Россия);

– ГСО 11068-2018 (ООО «Петроаналитика», г. Санкт-Петербург, Россия);

– ГСО 11795-2021 (АО «Транснефть – Автоматизация и Метрология», г. Москва, Россия; ООО «НИИ Транснефть», г. Уфа, Россия);

– ГСО 7374-97, ГСО 7375-97, ГСО 7376-97, ГСО 7377-97, ГСО 7378-97 (ООО «ЦСОВВ», г. Петергоф, Россия).

Среди упомянутых выше ГСО требованиям ГПС для СИ УЭП жидкостей к рабочим эталонам 2-го разряда соответствуют метрологические характеристики ГСО 7374-97, ГСО 7375-97, ГСО 7376-97, ГСО 7377-97, ГСО 7378-97. Требованиям ГПС для СИ УЭП жидкостей к рабочим эталонам 1-го разряда среди вышеперечисленных ГСО соответствий нет (табл. 1).

В процессе анализа информации о действующих утвержденного типа СО УЭП жидкостей отмечено, что вышеуказанные СО имеют достаточно узкие интервалы аттестованных значений УЭП жидкостей, которые не позволяют обеспечить передачу единицы величины СИ в широком диапазоне измерений.

Проведено сравнение метрологических характеристик утвержденного типа СО УЭП жидкостей, действующих на декабрь 2022 г., с метрологическими характеристиками разработанных СО УЭП жидкостей (табл. 2).

Диапазоны измерений УЭП варьируются в зависимости от отрасли применения, что обусловило актуальность исследовательской задачи:

Таблица 1. Метрологические характеристики СО УЭП жидкостей в соответствии с ГПС для СИ УЭП жидкостей

Table 1. Metrological characteristics of the RM of SEC of liquids in accordance with the SVS of the Russian Federation for MI of SEC of liquids

Разряд рабочего эталона – СО УЭП жидкостей	Интервал аттестованных значений СО УЭП жидкостей, См/м	Предел допускаемых относительных погрешностей при доверительной вероятности 0,95, %
1-й	от $1 \cdot 10^{-3}$ до 50	от 0,1 до 0,2
2-й	от $1 \cdot 10^{-4}$ до 85	от 0,2 до 1,0

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

Таблица 2. Метрологические характеристики утвержденного типа СО УЭП жидкостей
Table 2. Metrological characteristics of the CRM of SEC of liquids

Номер в Госреестре СО	Индекс СО	Интервал допускаемых аттестованных значений УЭП, См/м	Границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения (при $P = 0,95$), $\pm \delta, \%$
ГСО 7374-97	УЭП-1	от 10,6 до 11,8	0,25
ГСО 7375-97	УЭП-2	от 1,23 до 1,35	0,25
ГСО 7376-97	УЭП-3	от 0,134 до 0,148	0,25
ГСО 7377-97	УЭП-4	от 0,028 до 0,030	0,25
ГСО 7378-97	УЭП-5	от 0,0045 до 0,0049	0,25
ГСО 12746-2024	УЭП-10	от 1 до 10	0,1
ГСО 12374-2023	УЭП-20	от 10 до 20	от 0,2 до 0,5

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

– в научно-исследовательских лабораториях и на фармацевтическом производстве используют дистиллированную воду, УЭП которой не превышает $5 \cdot 10^{-4}$ См/м;

– в гидрологических исследованиях диапазон измерений УЭП морской воды обычно составляет от 0,01 до 8 См/м;

– в химической промышленности диапазон измерений УЭП жидкостей варьируется от 0,0001 до 200 См/м в зависимости от особенностей применяемых технологических процессов.

Цель представленной в статье работы – разработка СО УЭП жидкостей в интервале значений УЭП от 1 до 20 См/м, с метрологическими характеристиками, соответствующими требованиям ГПС для СИ УЭП жидкостей.

Материалы и методы

Исходные вещества

Калий хлористый химически чистый по ГОСТ 4234–77³ (массовая доля калия хлористого не менее 99,8 %), производитель – ООО «Михайловский завод химических реактивов», Россия.

Вода дистиллированная, значение УЭП не более $5 \cdot 10^{-4}$ См/м, полученная с помощью деионизатора воды

³ ГОСТ 4234–77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия.

«ДВ-5М-ОСМОС» с ультрафиолетовой лампой, производитель – ООО «ЦветХром», Россия.

Оборудование

ГЭТ 132–2018⁴ (эталонный комплекс в части диапазона от 0,1 до 50 См/м).

Кондуктометр лабораторный КЛ-С-1, рег. № 46635-11, производитель – ООО «Сибпром-прибор-Аналит», Россия.

Посуда мерная стеклянная 2-го класса точности по ГОСТ 1770–74⁵ (колба номинального объема 500 см³, стакан мерный номинального объема 500 см³).

Пипетка градуированная номинального объема 10 см³ по ГОСТ 29227–91⁶.

Методы и процедура исследований

Подготовительный этап приготовления СО:

- подготовка реактивов и исходных веществ;
- проверка соответствия значений параметров окружающей среды требованиям методики

⁴ ГЭТ 132-2018 Государственный первичный эталон единицы удельной электрической проводимости жидкостей в диапазоне от 0,001 до 50 См/м.

⁵ ГОСТ 1770–74 (ИСО 1042–83, ИСО 4788–80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

⁶ ГОСТ 29227–91 (ИСО 835–1–81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

приготовления и условиям эксплуатации применяемых СИ и вспомогательного оборудования;

- проверка целостности и чистоты флаконов для фасовки СО.

Очистка воды осуществлялась дистиллятором обратного осмоса с ультрафиолетовой лампой, что позволило получить воду со значением УЭП менее $5 \cdot 10^{-4}$ См/м и минимальным содержанием органических веществ, которые могли повлиять на срок хранения СО и их стабильность. Для контроля значений УЭП дистиллированной воды использовался кондуктометр лабораторный КЛ-С-1.

В качестве материала-кандидата для приготовления СО был использован калий хлористый химически чистый по ГОСТ 4234–77; массовая доля калия хлористого – не менее 99,8 %. Основные критерии выбора материала-кандидата:

- высокая растворимость;
- стабильность;
- известные химические свойства;
- отечественное производство;
- доступность.

Процесс приготовления СО проведен в соответствии с методикой «Стандартные образцы удельной электрической проводимости жидкости (УЭП-1, УЭП-10, УЭП-20). Методика приготовления», разработанной и утвержденной ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». За основу указанной методики взяты принципы, изложенные в документах Р 50.2.021-2002⁷ и ГОСТ 8.292–2013⁸, кратко описанные ниже.

⁷ Р 50.2.021–2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Эталонные растворы удельной электрической проводимости жидкостей. Методика приготовления и первичной поверки.

⁸ ГОСТ 8.292–2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Кондуктометры жидкости лабораторные. Методика поверки.

Необходимая для приготовления СО УЭП жидкостей масса калия хлористого рассчитывалась по формуле

$$m = C_N \cdot M \cdot V, \quad (1)$$

где m – масса калия хлористого, г; C_N – молярная концентрация калия хлористого в приготавливаемом СО, моль/дм³; M – молярная масса калия хлористого, г/моль; V – объем приготавливаемого раствора СО, дм³.

Молярную концентрацию калия хлористого в приготавливаемом СО УЭП жидкостей определяли с помощью линейной интерполяции из ряда данных (табл. 3).

На лабораторных весах в мерном стакане взвешивали рассчитанную по формуле (1) навеску калия хлористого.

Мерный стакан с калием хлористым заполняли водой на четверть, тщательно перемешивали содержимое до получения насыщенного раствора. Полученный насыщенный раствор (без кристаллов нерастворенного калия хлористого) аккуратно переносили в мерную колбу. Процедуру повторяли до полного растворения калия хлористого в мерном стакане. Далее дистиллированной водой доводили объем раствора до 75 % от номинального объема колбы. Тщательно перемешивали и доводили объем раствора до метки колбы. Получившийся раствор переливали во флакон (бутыль).

В соответствии с ГОСТ 8.315-2019⁹ исследование однородности СО не проводилось, так как осуществлена аттестация каждого экземпляра СО.

Исследование кратковременной и долговременной стабильности проводили

⁹ ГОСТ 8.315-2019 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения.

Таблица 3. Зависимость УЭП водных растворов хлористого калия от молярной концентрации при температуре +25 °С

Table 3. Dependence of SEC of aqueous solutions of potassium chloride on molar concentration at a temperature of +25 °С

Концентрация, моль/дм ³	0,0005	0,001	0,005	0,01	0,02	0,05	0,1	0,2	0,5	1,0	2,0
УЭП, См/м	0,0074	0,0147	0,072	0,1413	0,277	0,67	1,288	2,43	5,86	11,18	20,5

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

в соответствии с положениями ГОСТ ISO Guide 35–2015.

Относительную расширенную неопределенность аттестованного значения СО оценивали по формуле

$$U_0(\hat{A}) = 2 \cdot \sqrt{u_{0char}^2 + u_{0stab.к.}^2 + u_{0stab.д.}^2} \quad (2)$$

где u_{0char} – относительная стандартная неопределенность от характеристики СО, %; $u_{0stab.к.}$ – относительная стандартная неопределенность, обусловленная кратковременной нестабильностью СО, %; $u_{0stab.д.}$ – относительная стандартная неопределенность, обусловленная долгосрочной нестабильностью СО, %.

Для проведения исследований были изготовлены:

- одна партия СО УЭП жидкостей УЭП-20, содержащая 5 экземпляров;
- одна партия СО УЭП жидкостей УЭП-10, содержащая 5 экземпляров.

Проверку влияния используемой тары на метрологические характеристики СО в каждой партии СО проводили с использованием полимерных (три экземпляра) и стеклянных (два экземпляра) бутылей. Для проведения измерений отбиралась проба СО УЭП жидкостей с помощью предварительно промытой и высушенной пипетки.

Определение аттестованных значений УЭП СО (характеризацию) проводили методом прямых измерений на ГЭТ 132 одного экземпляра

СО из каждой партии. За аттестованное значение принимали среднее арифметическое из серии пяти независимых измерений при номинальной температуре СО +25 °С (аналогично аттестован каждый экземпляр каждой партии).

Определение кратковременной стабильности СО проводили путем измерения УЭП после воздействия на СО пониженной и повышенной температурами окружающего воздуха в соответствии с условиями транспортировки: +5 (±2) °С для одного экземпляра из партии и +40 (±2) °С для второго экземпляра из партии. Первое измерение проводили через 24 часа после приготовления СО, второе – через 7 суток, третье – через 14 суток, четвертое – через 60 суток.

Определение долгосрочной стабильности СО проводили, измеряя в течение четырех месяцев УЭП одного экземпляра из каждой партии исходя из предполагаемого срока годности СО УЭП жидкости – 1 год. Первое измерение проводили через 24 часа после приготовления СО, второе – через месяц, третье – через два месяца, четвертое – через три месяца.

Результаты и обсуждение

Аттестация (характеризация) СО УЭП проведена через 24 часа после приготовления. Относительная стандартная неопределенность от характеристики составила 0,008 % (табл. 4 и 5).

По результатам исследования кратковременной стабильности СО установлено, что максимальная относительная стандартная

Таблица 4. Результаты характеристики СО УЭП-20

Table 4. Results of characterization of the SEC-20 RM

Номинальное значение УЭП СО, См/м	Аттестованное значение УЭП, См/м	Относительная стандартная неопределенность от характеристики, %
	Дата аттестации 19.05.2023	
19	19,397	0,008
	19,397	
	19,401	
	19,347	
	19,387	
Среднее значение	19,386	

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

Таблица 5. Результаты характеризации СО УЭП-10

Table 5. Results of characterization of the SEC-10 RM

Номинальное значение УЭП СО, См/м	Аттестованное значение УЭП, См/м	Относительная стандартная неопределенность от характеризации, %
	Дата аттестации 26.01.2024	
9,8	9,800 5	0,008 2
	9,795 8	
	9,798 6	
	9,799 6	
	9,801 5	
Среднее значение	9,799 2	

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

неопределенность, характеризующая кратковременную стабильность СО, составила 0,01 % (табл. 6–9).

По результатам исследования долговременной стабильности СО установлено, что максимальная относительная стандартная неопределенность, характеризующая долговременную стабильность СО, составила 0,02 % (табл. 10, 11).

Проверка значений неопределенностей, характеризующих кратковременную и долговременную стабильность СО, для оценки

их срока годности была проведена с помощью «Калькулятора стабильности СО», разработанного УНИИМ [11]. Графическая интерпретация результатов исследования кратковременной и долговременной стабильности СО, а также оценки их сроков годности, полученных с использованием «Калькулятора стабильности СО»: для СО УЭП-20 – рис. 1 и 2; для УЭП-10 – рис. 3 и 4.

Значения относительной расширенной неопределенности аттестованного значения СО

Таблица 6. Результаты измерений при определении кратковременной стабильности СО УЭП-20, температура воздействия +5 °С

Table 6. Measurements results in determining the short-term stability of the SEC-20 RM, exposure temperature +5 °C

Номинальное значение УЭП СО, См/м	Аттестованное значение УЭП, См/м				Относительная стандарт- ная неопределенность от кратковременной ста- бильности, %
	Дата измерений				
	19.05.2023	25.05.2023	01.06.2023	17.07.2023	
19	18,771	18,786	18,795	18,797	0,01
	18,778	18,792	18,799	18,798	
	18,775	18,789	18,791	18,804	
	18,773	18,797	18,803	18,802	
	18,778	18,795	18,798	18,801	
Среднее значение, См/м	18,775	18,792	18,797	18,800	

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

Таблица 7. Результаты измерений при определении кратковременной стабильности СО УЭП-20, температура воздействия +40 °С

Table 7. Measurements results in determining the short-term stability of the SEC-20 RM, exposure temperature +40 °C

Номинальное значение УЭП СО, См/м	Аттестованное значение УЭП, См/м				Относительная стандартная неопределенность от кратковременной стабильности, %
	Дата измерений				
	19.05.2023	25.05.2023	01.06.2023	17.07.2023	
19	18,775	18,788	18,787	18,791	0,002
	18,789	18,795	18,794	18,795	
	18,781	18,786	18,789	18,797	
	18,792	18,794	18,795	18,791	
	18,788	18,798	18,791	18,799	
Среднее значение, См/м	18,785	18,792	18,791	18,795	

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

Таблица 8. Результаты измерений при определении кратковременной стабильности СО УЭП-10, температура воздействия +5 °С

Table 8. Measurements results in determining the short-term stability of the SEC-10 RM, exposure temperature +5 °C

Номинальное значение УЭП СО, См/м	Аттестованное значение УЭП, См/м				Относительная стандартная неопределенность от кратковременной стабильности, %
	Дата измерений				
	26.01.2024	01.02.2024	08.02.2024	25.03.2024	
9,8	9,799 5	9,801 2	9,800 3	9,800 7	0,003
	9,798 9	9,800 8	9,801 6	9,800 9	
	9,800 2	9,799 3	9,799 4	9,801 7	
	9,800 1	9,799 8	9,800 8	9,800 2	
	9,801 0	9,801 3	9,799 9	9,800 3	
Среднее значение	9,799 9	9,800 5	9,800 4	9,800 8	

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

составили: для СО УЭП-20 – от 0,2 до 0,5 %; для СО УЭП-10 – 0,1 %.

По результатам исследований выявлено, что тара не оказывает влияния на метрологические характеристики разработанных СО.

Таким образом, в результате проведенной работы разработаны, исследованы и утверждены два типа стандартных образцов удельной электрической проводимости

жидкости – УЭП-10 (ГСО 12746–2024) и УЭП-20 (ГСО 12374–2023) (табл. 12).

Заключение

Итогом описанной в статье работы является разработка и утверждение двух типов СО УЭП жидкости, имеющих аттестованные значения УЭП с установленной прослеживаемостью к ГЭТ 132. Полученные в ходе

Таблица 9. Результаты измерений при определении кратковременной стабильности СО УЭП-10, температура воздействия +40 °С

Table 9. Measurements results in determining the short-term stability of the SEC-10 RM, exposure temperature +40 °С

Номинальное значение УЭП СО, См/м	Аттестованное значение УЭП, См/м				Относительная стандартная неопределенность от кратковременной стабильности, %
	Дата измерений				
	26.01.2024	01.02.2024	08.02.2024	25.03.2024	
9,8	9,799 3	9,801 2	9,801 5	9,800 4	0,01
	9,800 0	9,800 8	9,800 2	9,800 9	
	9,801 4	9,799 3	9,799 5	9,801 4	
	9,799 9	9,799 8	9,800 9	9,800 5	
	9,799 7	9,801 3	9,800 2	9,802 1	
Среднее значение	9,800 1	9,800 5	9,800 5	9,801 1	

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

Таблица 10. Результаты измерений при определении долговременной стабильности СО УЭП-20

Table 10. Measurement results in determining the long-term stability of the SEC-20 RM

Номинальное значение УЭП СО, См/м	Аттестованное значение УЭП, См/м				Относительная стандартная неопределенность от долговременной стабильности, %
	Дата измерений				
	19.05.2023	19.06.2023	20.07.2023	21.08.2023	
19	19,397	19,398	19,399	19,406	0,005
	19,397	19,402	19,400	19,420	
	19,401	19,401	19,412	19,414	
	19,347	19,403	19,410	19,411	
	19,387	19,402	19,408	19,410	
Среднее значение, См/м	19,386	19,401	19,406	19,412	

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

работы метрологические характеристики СО УЭП жидкости демонстрируют возможность их применения при передаче единицы величины СИ УЭП жидкостей в диапазоне от 1 до 20 См/м.

Наличие в России СО УЭП жидкостей отечественного производства с таким широким диапазоном передачи единицы величины позволяет заместить зарубежные аналоги, тем

самым сократить временные и финансовые затраты на их доставку.

Разработанные СО УЭП жидкостей обеспечивают хранение и передачу единицы УЭП жидкостей при поверке и калибровке СИ, испытаниях СИ, в том числе в целях утверждения типа, аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений УЭП жидкостей. СО могут использоваться для других

Таблица 11. Результаты измерений при определении долговременной стабильности СО УЭП-10

Table 11. Measurement results in determining the long-term stability of the SEC-10 RM

Номинальное значение УЭП СО, См/м	Аттестованное значение УЭП, См/м				Относительная стандартная неопределенность от долговременной стабильности, %
	Дата измерений				
	26.01.2024	12.02.2024	27.03.2024	02.05.2024	
9,8	9,800 5	9,797 7	9,798 6	9,799 6	0,024
	9,795 8	9,799 6	9,799 6	9,800 5	
	9,798 6	9,798 6	9,800 5	9,801 5	
	9,799 6	9,798 6	9,799 6	9,799 6	
	9,801 5	9,799 6	9,800 5	9,800 5	
Среднее значение	9,799 2	9,798 8	9,799 8	9,800 3	

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

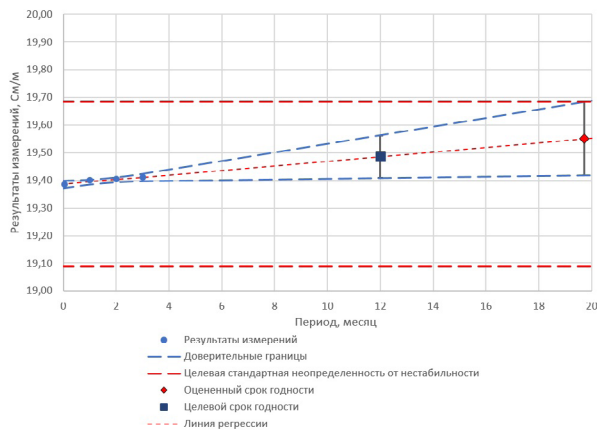


Рисунок подготовлен авторами по собственным данным / The figure is prepared by the authors using their own data

Рис. 1. Оценка срока годности и неопределенности от долговременной стабильности СО УЭП-20
Fig. 1. Estimation of shelf life and uncertainty of short-term stability of the SEC-20 RM

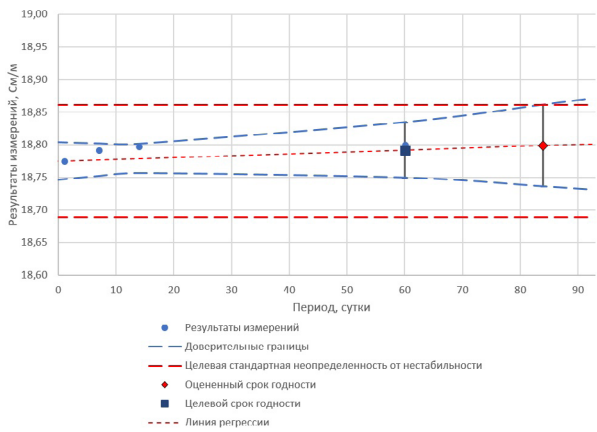


Рисунок подготовлен авторами по собственным данным / The figure is prepared by the authors using their own data

Рис. 2. Оценка срока годности и неопределенности от кратковременной стабильности СО УЭП-20
Fig. 2. Estimation of shelf life and uncertainty of short-term stability of the SEC-20 RM

видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик требованиям процедур.

В настоящее время авторами проводятся испытания в целях утверждения типа СО УЭП жидкости УЭП-1 с интервалом аттестуемых значений УЭП от 0,1 до 1 См/м.

В будущем планируется разработка СО УЭП жидкости с аттестуемыми значениями УЭП свыше 20 См/м, что позволит расширить

возможности метрологического обеспечения в области кондуктометрических измерений.

Вклад авторов: Все авторы внесли вклад в концепцию и дизайн исследования. Беднова М. В. – концептуализация, методология, создание и редактирование рукописи, руководство исследованием; Стрельников А. В. – проведение исследования, формальный анализ, создание черновика рукописи, редактирование

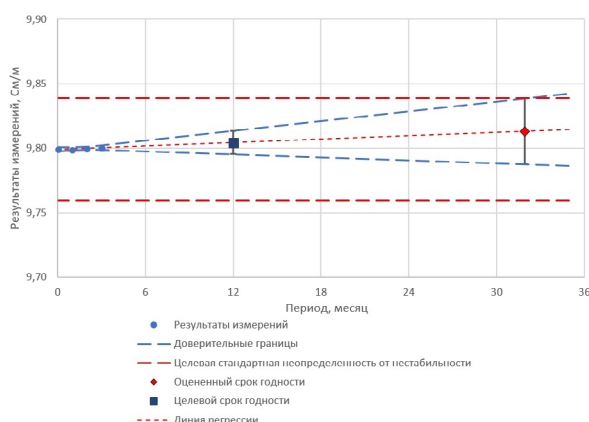


Рисунок подготовлен авторами по собственным данным /
The figure is prepared by the authors using their own data

Рис. 3. Оценка срока годности и неопределенности от долговременной стабильности СО УЭП-10

Fig. 3. Estimation of shelf life and uncertainty of short-term stability of the SEC-10 RM

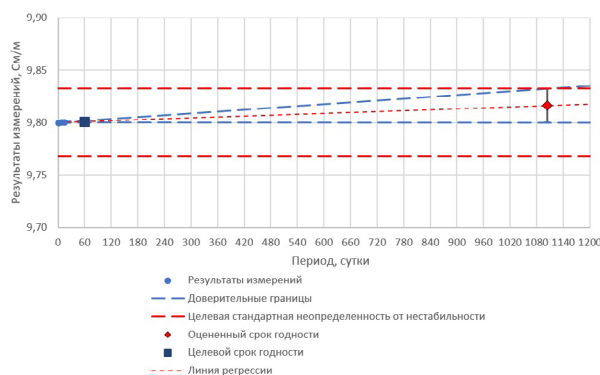


Рисунок подготовлен авторами по собственным данным /
The figure is prepared by the authors using their own data

Рис. 4. Оценка срока годности и неопределенности от кратковременной стабильности СО УЭП-10

Fig. 4. Estimation of shelf life and uncertainty of short-term stability of the SEC-10 RM

Таблица 12. Метрологические характеристики разработанных СО УЭП жидкости
Table 12. Metrological characteristics of the developed RMs of SEC of liquids

Наименование СО	Регистрационный номер СО	Допускаемые значения аттестованной характеристики, См/м	Допускаемые значения относительной расширенной неопределенности, ($k = 2, P = 0,95$), %
Стандартный образец удельной электрической проводимости жидкости (УЭП-10)	ГСО 12746–2024	от 1 до 10	0,1
Стандартный образец удельной электрической проводимости жидкости (УЭП-20)	ГСО 12374–2023	от 10 до 20	от 0,2 до 0,5

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

рукописи; Шкулёва Е. В. – валидация, визуализация, создание и редактирование рукописи.

Contribution of the authors: All authors contributed to the idea and design of the article. Bednova M. V. – conceptualization, methodology, creation and editing of the text, research supervision; Strelnikov A. V. – research implementation, formal analysis, creation of a draft article, editing of the text; Shkuleva E. V. – validation, visualization, creation and editing of the text.

Конфликт интересов: Авторы являются сотрудниками учредителя журнала. Однако при написании рукописи статьи авторы

руководствовались соображениями научной ценности полученного материала и заявляют о беспристрастности оценки полученных данных.

Conflict of interest: The authors are employees the journal's founder. However, when writing the manuscript of the article, the authors were guided by considerations of scientific value of the material obtained and declare the impartiality of the evaluation of the obtained dataa.

Финансирование: Работа выполнена в рамках 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 Government Contract № 120–38/2023 dataed

17.05.2023 for the implementation of experimental design work on the topic “Development and production of new complexes of reference standards and measures to ensure the uniformity of measurements in the priority areas for the purposes of securing technological sovereignty of the Russian Federation” (code of the Development Work “SUVERENITET”).

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Ларин А. Б., Ларин Б. М., Савинов М. П. Расчетное определение качества пара энергетических котлов по измерению удельной электрической проводимости и pH // Теплоэнергетика. 2021. № 5. С. 63–71. <https://doi.org/10.1134/S00403636210400322>
2. Гарелина С. А., Давлатшоев С. К. Математическое моделирование трансформаторного кондуктометра для мониторинга основания Рогунской ГЭС // Научные и образовательные проблемы гражданской защиты. 2019. № 2 (41). С. 3–9.
3. Гарелина С. А., Давлатшоев С. К., Сафаров М. М. Метрологические характеристики трансформаторного кондуктометра и реализация технических средств мониторинга основания Рогунской ГЭС // Научные и образовательные проблемы гражданской защиты. 2019. № 2 (41). С. 10–14.
4. Кузьмичев О. Б. К вопросу об оценке коэффициента нефтегазонасыщенности в «низкоомных» терригенных коллекторах с учетом явления «капиллярной сверхпроводимости» // Экспозиция Нефть Газ. 2024. № 8. С. 54–59. <https://doi.org/10.24412/2076-6785-2024-8-54-59>
5. Качановский Ф. В. Влияние метеофакторов на электропроводность осадков, выпавших в Твери в 2016–2022 гг. // Вестник Тверского государственного технического университета. Серия «Строительство. Электротехника и химические технологии». 2023. № 4 (20). С. 50–58.
6. Яковлева А. А., Нгуен Ч. Т. Адсорбция ПАВ на песках и их роль в экологических барьерах // Химическая безопасность. 2021. Т. 5, № 1. С. 237–246. <https://doi.org/10.25514/CHS.2021.1.19015>
7. Новокишанова А. Л., Топникова Е. В., Никитюк Д. Б. Минеральная составляющая молока в составе спортивных напитков // Вестник Камчатского государственного технического университета. 2018. № 44. С. 50–55. <https://doi.org/10.17217/2079-0333-2018-44-50-55>
8. Обоснование параметров технического средства контроля за карстово-суффозионными процессами в основании гидротехнического сооружения / К. П. Латышенко [и др.] // Научные и образовательные проблемы гражданской защиты. 2020. № 1 (44). С. 39–48.
9. Сравнительная характеристика физико-химических свойств полисахаридов, выделенных из видов рода черноголовка / А. А. Шамилов [и др.] // Химия растительного сырья. 2023. № 4. С. 89–98. <https://doi.org/10.14258/jcprn.20230412174>
10. Оценка эффективности ферментов, используемых в крахмалопаточном производстве / Д. К. Коваль [и др.] // Вестник КрасГАУ. 2024. № 4. С. 167–174. <https://doi.org/10.36718/1819-4036-2024-4-167-174>
11. Об оценке стабильности стандартных образцов / П. В. Мигаль [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 3. С. 65–75. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-3-65-75>

REFERENCES

1. Larin A. B., Larin B. M., Savinov M. P. Estimating the steam quality in power-generating boilers from electrical conductivity and pH measurements. *Thermal Engineering*. 2021;5:63–71. (In Russ.).
2. Garelina S. A., Davlatshoev S. K. Scientific basis for solving the problems in the deployment of civilian dual-use objects in densely populated residential areas with increased infrastructure. *Nauchny'e i obrazovatel'ny'e problemy' grazhdanskoj zashhity*. 2019;2(41):3–9. (In Russ.).
3. Garelina S. A., Davlatshoev S. K., Safarov M. M. Metrological characteristics of transformer conductometer and implementation of technical means of monitoring reference Rogunskaya HPP. *Nauchny'e i obrazovatel'ny'e problemy' grazhdanskoj zashhity*. 2019;2(41):10–14. (In Russ.).
4. Kuzmichev O. B. On the issue of estimating the coefficient of oil and gas saturation in low-resistance terrigenous reservoirs, taking into account the phenomenon of „capillary superconductivity“. *Exposition Oil Gas*. 2024;8:54–59. (In Russ.). <https://doi.org/10.24412/2076-6785-2024-8-54-59>

5. Kachanovsky F. V. Influence of meteorological conditions upon the electrical conductivity of the precipitation in Tver during 2016–2022 years. *Vestnik of Tver State Technical University. Series „Construction. Electrical and Chemical Engineering“*. 2023;4(20):50–58. (In Russ.).
6. Yakovleva A. A., Nguyen Ch. T. Adsorption of surfactants on sand and their role in environmental barriers. *Chemical Safety Science*. 2021;5(1):237–246. (In Russ.). <https://doi.org/10.25514/CHS.2021.1.19015>
7. Novokshanova A. L., Topnikova E. V., Nikitjuk D. B. Mineral composition of milk in sports drinks. *Bulletin of Kamchatka State Technical University*. 2018;44:50–55. (In Russ.). <https://doi.org/10.17217/2079-0333-2018-44-50-55>
8. Latyshenko K. P., Druzhinin V. P., Nurmagomedov T. N., Smirnov B. P. Justification of parameters of technical means of control over karst-suffusion processes at the base of a hydraulic structure. *Nauchny'e i obrazovatel'ny'e problemy grazhdanskoj zashchity*. 2020;1(44):39–48. (In Russ.).
9. Shamilov A. A., Bubenchikova V. N., Stepanova N. N., Garsiya E. R. Comparative characteristics of physical and chemical properties of polysaccharides isolated from species of the genus *chernogolovka*. *Khimija Rastitel'nogo Syr'ja*. 2023;4:89–98. (In Russ.). <https://doi.org/10.14258/jcprm.20230412174>
10. Koval' D. K., Maslennikova A. E., Saharova E. S., Vlasova E. A. Assessment of the enzymes effectiveness used in starch syrup production. *Bulliten Krasnoyarsk State Agrarian University*. 2024;4:167–174. (In Russ.). <https://doi.org/10.36718/1819-4036-2024-4-167-174>
11. Migal P. V., Sobina E. P., Aronov P. M., Kremleva O. N., Studenok V. V., Firsanov V. A. et al. On the stability testing of reference materials. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(3):65–75. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-3-65-75>

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Беднова Мария Валериевна – и. о. руководителя научно-исследовательской лаборатории госэталонов в области физико-химических свойств жидкостей ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19
e-mail: m.v.bednova@vniim.ru
<https://orcid.org/0009-0004-7852-1487>

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Mariya V. Bednova – Acting Head of the Research Laboratory of Liquids Physico-Chemical Properties State Standards of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology
19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia
e-mail: m.v.bednova@vniim.ru
<https://orcid.org/0009-0004-7852-1487>

Стрельников Александр Владимирович – младший научный сотрудник научно-исследовательской лаборатории госэталонов в области физико-химических свойств жидкостей ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19
e-mail: a.v.strelnikov@vniim.ru
<https://orcid.org/0009-0002-6500-9797>

Alexandr V. Strelnikov – Junior Researcher of the Research Laboratory of Liquids Physico-Chemical Properties State Standards of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology
19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia
e-mail: a.v.strelnikov@vniim.ru
<https://orcid.org/0009-0002-6500-9797>

Шкулёва Екатерина Валерьевна – инженер 2-й категории научно-исследовательской лаборатории госэталонов в области физико-химических свойств жидкостей ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19
e-mail: e.v.shkuleva@vniim.ru
<https://orcid.org/0009-0005-0529-2545>

Ekaterina V. Shkuleva – Engineer of the 2nd Category of the Research Laboratory of Liquids Physico-Chemical Properties State Standards of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology
19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia
e-mail: e.v.shkuleva@vniim.ru
<https://orcid.org/0009-0005-0529-2545>

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Обзорная статья

УДК 003.295.8:531.717(006.9)

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-91-106>



Штриховые меры длины. Часть I. Обзор современного состояния нормативно-технической базы

К. В. Чекирда¹  , В. В. Милорадов²  

¹ ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева»,
г. Санкт-Петербург, Россия

 K.V.Chekirda@vniim.ru

² ФБУ «Государственный региональный центр стандартизации, метрологии и испытаний
в Свердловской области», г. Екатеринбург, Россия

 geo@uraltest.ru

Аннотация: Видеоизмерительные системы благодаря высокой степени автоматизации характеризуются большой точностью, что позволяет эффективно решать производственные и бизнес-задачи. Для их калибровки и метрологической поверки используются штриховые меры длины как материальные меры, воспроизводящие единицу длины. Штриховые меры длины применяются в качестве рабочих эталонов в различных областях науки и техники. Однако непрерывное развитие нормативной базы и технических стандартов требует своевременной актуализации данных и подходов, используемых в процессе метрологического обеспечения штриховых мер длины.

Цель представленного обзора – оценить текущее состояние нормативной и технической базы, используемой в Российской Федерации для метрологического обеспечения штриховых мер длины, проанализировать применяемые методические подходы для поверки и калибровки штриховых мер длины в соответствии с действующей Государственной поверочной схемой, наметить пути их дальнейшего совершенствования.

На основе анализа содержания законодательных и нормативных актов, обобщения данных научной литературы, а также собственного профессионального опыта авторы выявили факторы, препятствующие развитию системы метрологического обеспечения штриховых мер длины. Во-первых, материально-техническая база в настоящее время характеризуется высоким уровнем износа и требует комплексной модернизации. Внедрение современных технологий, таких как лазерные интерферометры, позволит повысить точность и скорость измерений, что является критически важным для обеспечения требуемой точности измерений и производительности работ.

Во-вторых, установлено, что для автоматизации процесса измерений и снижения влияния человеческого фактора перспективным направлением является применение цифровых методов обработки информации, в частности технологий искусственного интеллекта и машинного зрения (например, ПЗС-камер – камер, оборудованных прибором с зарядовой связью в качестве датчика изображения). Следовательно, передачу единицы длины штриховым мерам длины методом компарирования можно адаптировать к современным реалиям с помощью автоматизированной системы снятия отсчета. Однако для этого необходимо решить проблему отсутствия производства штриховых мер длины размером свыше 1 мм и обновить технический парк существующих рабочих эталонов 1-го, 2-го, 3-го и 4-го разрядов.

Таким образом, представленный в статье анализ актуального состояния сферы метрологического обеспечения штриховых мер длины обосновывает назревшую необходимость разработки и создания современной установки для поверки штриховых мер длины, соответствующей требованиям, предъявляемым к вторичным эталонам единицы длины. Это позволит обеспечить высокую точность и надежность измерений. Опыт использования прецизионных направляющих станет отправной точкой в производстве прогрессивных средств измерений, таких как длинномеры – для проведения измерений внутренних и наружных размеров; компараторы – для поверки штриховых мер длины низших разрядов. Вкупе эти решения способствуют повышению конкурентоспособности отечественной продукции на мировом рынке.

Ключевые слова: длина, штриховая мера длины, компаратор длины, интерферометр, перемещение, видеоизмерительная система, цифровой микроскоп

Принятые сокращения: ВИС – видеоизмерительные системы; ГПС – Государственная поверочная схема; ГПЭ – Государственный первичный эталон; МБМВ – Международное Бюро по Мерам и Весам; СИ – средства измерений; ШМД – штриховые меры длины.

Для цитирования: Чекирда К. В., Милорадов В. В. Штриховые меры длины. Часть I. Обзор современного состояния нормативно-технической базы // Эталон. Стандартные образцы. 2025. Т. 21, № 3. С. 91–106. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-91-106>

Статья поступила в редакцию 07.07.2025; одобрена после рецензирования 15.08.2025; принята к публикации 25.09.2025.

MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

Review Article

Line Standards of Length. Part I. Review of the Current State of the Regulatory and Technical Framework

Konstantin V. Chekirda¹  , Vladimir V. Miloradov²  

¹ D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, St. Petersburg, Russia

 K.V.Chekirda@vniim.ru

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

 geo@uraltest.ru

Abstract: Video measuring systems are characterized by high accuracy due to their high degree of automation, which allows them to effectively solve production and business tasks. For their calibration and metrological verification, line standards of length are used as material measures reproducing a measurement unit of length. Line standards of length are employed as working standards in various fields of science and technology. However, the continuous development of the regulatory framework and technical standards requires timely updating of data and approaches used in the process of metrological support for line standards of length.

The aim of the review is to assess the current state of the regulatory and technical framework used in the Russia for the metrological support of line standards of length. It analyzes the methodological approaches employed for the verification and calibration of line standards of length in accordance with the current State Verification Schedule and outlines potential ways for their further improvement.

Based on the analysis of legislative and regulatory acts, a review of scientific literature, as well as the authors' own professional experience, factors hindering the development of the metrological support system for line standards of length have been identified. Firstly, the regulatory and technical framework is characterized by a high degree of wear and requires comprehensive modernization. The implementation of modern technologies, such as laser interferometers, will enhance the accuracy and speed of measurements, which is critically important for ensuring the required measurement accuracy and work productivity.

Secondly, it has been established that the application of digital information processing methods, in particular artificial intelligence and machine vision technologies (for example, CCD cameras – cameras equipped with a charge-coupled device as an image sensor) is a promising direction for automating the measurement process and reducing the influence of the human factor. Consequently, the transfer of the measurement unit of length from line standards of length using the comparison method can be adapted to modern realities through an automated reading system. However, this requires solving the problem of the lack of production of line standards of length longer than 1 mm and updating the technical inventory of existing working standards of the 1st, 2nd, 3rd, and 4th grades.

Thus, the analysis of the current state of metrological support for line standards of length presented in the article convincingly substantiates the urgent need to develop and create a modern installation for verification of line standards of length that meets the requirements for secondary standards of the measurement unit of length. This will ensure high accuracy and reliability of measurements for precision guidance: length gauges – for measuring internal and external dimensions; comparators – for the verification of lower-grade line standards, and also enhance the competitiveness of domestic products on the international market.

Keywords: length, line standard of length, length comparator, interferometer, displacement, video measuring system, digital microscope

Abbreviators used: VMS – video measuring systems; SVS – State Verification Schedule; SPS – State Primary Standard; BIPM – International Bureau of Weights and Measures; MI – measuring instruments.

For citation: Chekirda K. V., Miloradov V. V. Line standards of length. Part I. Review of the current state of the regulatory and technical framework. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2025;21(3):91–106. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-91-106>

The article was submitted 07.07.2025.; approved after reviewing 15.08.2025.; accepted for publication 25.09.2025.

Введение

В Российской Федерации высокотехнологичный сектор промышленности в 20-е годы XXI века характеризуется интенсивным развитием производства¹, которое сопровождается повышением требований к точности измерительных инструментов и методов измерений, сокращению сроков их тестирования для установления и дальнейшего подтверждения метрологических характеристик. ВИС отвечают не только перечисленным выше установкам, но и позволяют

в процессе эксплуатации решить целый комплекс производственных и бизнес-задач, на чем мы остановимся в следующих разделах статьи.

Обзор имеет целью представить информацию о текущем состоянии нормативной и технической базы, используемой в Российской Федерации для метрологического обеспечения ШМД, которые являются основными средствами измерения применяемых при поверке и калибровке ВИС. Также в обзоре представлены аналитические данные, свидетельствующие о необходимости пересмотра и совершенствования методов и подходов при поверке и калибровке ШМД, применяемых в настоящее время в соответствии с действующей ГПС.

¹ Концепция технологического развития на период до 2030 года : Утверждена распоряжением Правительства Российской Федерации от 20 мая 2023 г. № 1315-р.

Представляется актуальным обсуждение накопленного авторами эмпирического материала по данной теме и сформулированных на его основе выводов, переосмысление и поиск новых подходов к их трактовке и использованию.

В обзоре поставлены следующие задачи:

- обзор и классификация ШМД;
- обзор нормативной базы в части метрологического обеспечения ШМД;
- аналитический обзор технических средств передачи единицы длины ШМД в соответствии с требованиями ГПС;
- аналитический обзор существующих методов передачи единицы длины ШМД в Российской Федерации и других странах;
- пути решения сложившихся проблем и способы их решения.

Материал исследования

Для проведения обзора были использованы отечественные научные публикации, представленные в базах данных Google Scholar, eLIBRARY.RU и КиберЛенинка за период с 2010 г. включительно (на 01.01.2025). Поисковые запросы включали комбинации ключевых слов «штриховая мера длины», «видеоизмерительная система», «линейные шкалы», «лазерный интерферометр». Ввиду ограниченного числа доступных публикаций по данной тематике, авторами были дополнительно изучены материалы, относящиеся к периоду 1950-х и 1980-х гг., большое количество документов было получено из архивов ВНИИМ им. Д. И. Менделеева. В числе авторов рассматриваемых публикаций значатся: Бржезинский М. Л.²,

² Бржезинский М. Л. Компаратор для измерения штриховых мер длины. Авторское свидетельство, заявлено 4 марта 1953 г. за № 47/356/447647 в Комитет по делам мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР.

Бржезинский М. Л. Компаратор с параллельным расположением штриховых мер. Авторское свидетельство, заявлено 28 сентября 1957 г. за № 583774 в Комитет по делам мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР.

Бржезинский М. Л. Интерференционные измерения штриховых эталонов длины // Измерительная техника. 1963. № 2.

Бржезинский М. Л. Интерференционные компараторы для измерения длины штриховых мер. Труды институтов Госкомитета. Исследования в области

Боровков В. А.³, Ежкин В. Е.⁴, Коронкевич В. П.⁵, Феклистов Е. М.⁶, Каяк Л. К.⁷, Зорин Д. И.⁸

Исследование современного измерительного оборудования, используемого в зарубежных научных метрологических институтах, было проведено на основе отчета по сравнению EUROMET.L-K7.2006 – Key Comparison: Calibration of line scales⁹, датированного 2006 г.

Обзор ВИС и ШМД, а также исходных данных для анализа актуальности вопросов метрологического обеспечения ВИС и ШМД,

линейных измерений. Выпуск 78 (138). Москва – Ленинград : Издательство стандартов, 1965 г.

Бржезинский М. Л. Фотометрический фотоэлектрический микроскоп. Труды институтов Госкомитета. Исследования в области линейных измерений. Выпуск 78 (138). Москва – Ленинград : Издательство стандартов, 1965 г.

³ Боровков В. А. Компаратор для аттестации линейных штриховых мер. Авторское свидетельство № 441444. Дата опубликования описания: 20.08.1975. Государственный комитет Совета Министров СССР по делам изобретений и открытий.

⁴ Ежкин В. Е. Устройство для аттестации штриховых мер. Авторское свидетельство № 771463. Дата опубликования описания: 25.10.1980. Государственный комитет СССР по делам изобретений и открытий.

Ежкин В. Е. Устройство для аттестации штриховых мер. Авторское свидетельство № 849002. Дата опубликования описания: 23.07.1981. Государственный комитет СССР по делам изобретений и открытий.

⁵ Коронкевич В. П., Трулев Ю. И. Счетчик интерференционных полос для измерения малых длин // Измерительная техника. 1959. № 8.

⁶ Феклистов Е. М. Фотоэлектрические микроскопы // Измерительная техника. 1962. № 12.

⁷ Каяк Л. К., Торопин С. И. Фотоэлектрические микроскопы для компарирования штриховых мер длины // Измерительная техника. 1960. № 2.

Каяк Л. К. Двойной фотоэлектрический микроскоп для компарирования подразделений штриховых мер длины. Труды институтов Госкомитета. Исследования в области линейных измерений. Выпуск 78 (138). Москва – Ленинград : Издательство стандартов, 1965 г.

⁸ Зорин Д. И. Измерение длины штриховых мер счетом интерференционных полос. Труды институтов Госкомитета. Исследования в области линейных измерений. Выпуск 78 (138). Москва – Ленинград : Издательство стандартов, 1965 г.

⁹ EUROMET.L-K7.2006 – Key Comparison: Calibration of line scales / Metrology Institute of the Republic of Slovenia, University of Maribor // Physikalisch-Technische Bundesanstalt Bundesallee : [website]. URL: <https://www.bipm.org/documents/20126/45451722/EUROMET.L-K7.2006.pdf/5e623fe8-9a80-810a-5f4e-d6faff11d4c8> (Accessed 07 July 2025).

строился на информации, представленной в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений в разделах «Сведения об утвержденных типах средств измерений» и «Сведения о результатах поверки средств измерений». Обзор нормативных документов по метрологическому обеспечению ШМД выполнен в профессиональной справочной системе «Техэксперт».

Материалы и методы

Сфера применения ВИС

Оптические ВИС широко используются в приборах и системах для измерения геометрических характеристик объектов, их формы и структуры. Это главным образом связано с достижениями в разработке многоэлементных, высокочувствительных и быстрых матричных фотоприемников, основанных на устройствах с зарядовой связью [1].

Производство микроэлектроники. Микроэлектронная индустрия – наиболее стремительно развивающийся сектор мировой экономики. Продукция микроэлектронной индустрии (микрочипы, полупроводниковые материалы и т. д.) – фундаментальный компонент технологических решений, реализованных в компьютерах, мобильных гаджетах, медицинском оборудовании и далее – в большом перечне приборов. По мере усложнения и миниатюризации микроэлектронных компонентов становятся более точными производственные процессы, предопределяя тем самым высокие требования к организации контроля и измерений для обеспечения высокого качества продукции. В этом контексте ВИС становится инструментом контроля качества продукции, выявления дефектов, обеспечения высокой точности, скорости и надежности процессов производства микроэлектроники [2].

Линейные и угловые измерения. ВИС применяются для линейных и угловых измерений во многих отраслях промышленности, включая приборостроение и машиностроение. Каждый этап жизненного цикла изделия – от проектирования до отправки потребителю – сопровождается контролем, на этапе которого при помощи ВИС производится сравнение и оценка точности изготовления продукции.

Металлография и материаловедение. Разновидностью ВИС являются анализаторы фрагментов микроструктуры твердых тел – СИ утвержденного типа, разработанные для автоматизации процесса микроструктурного анализа (85829-22, 27438-10 – номера в Госреестре СИ¹⁰).

Назначение анализаторов фрагментов микроструктуры твердых тел:

- 1) оценка качества продукции;
- 2) проведение входного контроля материалов на соответствие требованиям российских и международных стандартов, индивидуальным спецификациям предприятия.

Сфера применения анализаторов – измерение параметров микроструктуры твердых тел в угольной, металлургической, химической и других отраслях промышленности.

Преимущества ВИС

Рассмотрим преимущества ВИС в сравнении с традиционными оптическими методами измерений.

Высокая точность и разрешающая способность. ВИС и современные цифровые микроскопы обладают значительно большей разрешающей способностью, позволяя детально фиксировать и измерять объекты в микронных и нанометровых диапазонах для более точных результатов в сравнении с традиционными оптическими методами.

Автоматизация и эффективность обработки данных. Современные ВИС с программным обеспечением для автоматической обработки и анализа изображений нейтрализуют человеческий фактор, ускоряют процессы измерений и обработки больших объемов данных.

Визуализация и документирование результатов. ВИС способны сохранять изображения и видеозаписи измерений, облегчая документирование результатов, проведение измерений и анализ изменений во времени.

Удаленный доступ и интеграция с цифровыми технологиями. Интеграция ВИС в компьютерные сети и системы хранения данных допускает удаленный мониторинг и управление

¹⁰ Госреестр СИ здесь и далее – Государственный реестр средств измерений; представлен в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений в разделе «Сведения об утвержденных типах средств измерений».

процессами измерений для комфорта пользователей и коллаборации, чего сложно достичь традиционными оптическими методами.

Законодательная основа применения ВИС

ВИС как СИ регулируются требованиями ст. 9 Федерального закона № 102¹¹. Следовательно, к применению допускаются СИ утвержденного типа, прошедшие поверку в соответствии с положениями настоящего закона, обеспечивающие соблюдение установленных законодательством Российской Федерации обязательных требований, включающих:

- обязательные метрологические требования к измерениям;
- обязательные метрологические и технические требования к СИ.

Конструкции современных многофункциональных ВИС совмещают возможности трехкоординатных измерительных машин (91730-24, 90533-23, 78908-20 – номера изделий в Госреестре СИ). Укомплектованные контактными или лазерными датчиками для проведения измерений по высотной отметке, ВИС требуют применения концевых мер длины – для проведения процедуры поверки, применения эталонных сфер – для оценки погрешности измерительных головок.

ШМД как средство оценки ВИС

ШМД – разновидность мер, имеющая ряд штрихов, нанесенных через определенные интервалы по всей длине меры или на отдельные ее участки. В соответствии с требованиями ГПС для средств измерений длины¹², поверка ВИС проводится прямым методом с использованием ШМД. ГОСТ 12069–90¹³ устанавливает ШМД в качестве шкал приборов и станков для измерений линейных размеров или перемещений. Основное назначение ШМД – применение в качестве рабочих эталонов для поверки

микроскопов разных типов, видеоизмерительных машин и систем.

Обзор и классификация ШМД

Значение длины интервала штриховой меры определяется кратчайшим расстоянием между осями штрихов шкалы. В зависимости от интервалов между штрихами ШМД называют:

- однозначной: мера имеет два штриха;
- многозначной: мера имеет ряд штрихов, нанесенных через определенные интервалы по всей длине или на отдельных участках. Многозначные штриховые меры изготавливаются с разными интервалами в зависимости от измерительных задач, чаще всего это дециметровые, сантиметровые и миллиметровые интервалы.

Для изготовления ШМД используют преимущественно материалы с низким значением температурного коэффициента линейного расширения, в основном сталь и стекло. Обобщим основные метрологические и технические характеристики ШМД (табл. 1).

Обзор нормативной базы в части метрологического обеспечения ШМД

Постановление Правительства Российской Федерации № 734¹⁴ допускает в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений только аттестованные в установленном порядке эталоны.

В Российской Федерации основным нормативным документом, устанавливающим порядок передачи единицы длины ШМД, служит ГПС длины для СИ длины¹⁵. В соответствии с указанной ГПС ШМД могут быть аттестованы в качестве вторичных эталонов и рабочих эталонов:

- ШМД в диапазоне от 0,001 до 1 000 мм, аттестованные в качестве вторичных эталонов; единица длины передается от ГПЭ

¹¹ Об обеспечении единства измерений: Федеральный закон от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ.

¹² Об утверждении государственной поверочной схемы 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: приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29.12.2018 № 2840.

¹³ ГОСТ 12069–90 Меры длины штриховые брусковые. Технические условия.

¹⁴ Об эталонах единиц величин, используемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений: Постановление Правительства Российской Федерации от 23 сентября 2010 г. № 734 (ПР 108–2010) (с изменениями и дополнениями).

¹⁵ Об утверждении государственной поверочной схемы 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: приказ ...№ 2840. Приложение Б.

Таблица 1. Основные метрологические и технические характеристики штриховых мер длины по ГОСТ 12069–90

Table 1. Basic metrological and technical characteristics of line standards of length according to GOST 12069–90

Наименование характеристики	Класс точности	Значение ²
Номинальная длина шкалы, мм	–	от 1 до 2 000 мм
Допускаемое отклонение длины мер ¹ , мкм, не более	0	$0,5 + 0,5 \cdot L$
	1	$1 + 1 \cdot L$
	2	$2 + 2 \cdot L$
	3	$5 + 5 \cdot L$
	4	$10 + 15 \cdot L$
	5	$20 + 30 \cdot L$
Допускаемое изменение длины меры вследствие нестабильности материала на 1 м длины в течение 1 года, мкм, не более	0	0,15
	1	0,30
	2	1,00
	3	2,00
	4, 5	Не более 1/3 допускаемого отклонения номинальной длины
Допуск плоскостности поверхности шкалы, мкм, не более	0	10
	1,2	16
	3	25
	4	40
	5	60
Ширина штриха, мкм	0, 1, 2	от 3 до 8
	3	от 8 до 20
	4, 5	от 20 до 100

¹ Допускаемое отклонение длины ШМД и интервалов, установленных в горизонтальное положение при температуре 20 °С (или приведенной к ней).

² L, значение длины любого интервала в пределах номинальной длины меры, м.

Таблица составлена авторами / The table is prepared by the authors

методом прямых измерений; среднее квадратическое отклонение суммарной погрешности S_{Σ} результатов сличений с ГПЭ составляет $(0,03 + 0,1 \cdot L)$ мкм, где L – длина, м;

– ШМД в диапазоне от 0,001 до 1 000 мм, аттестованные в качестве рабочих эталонов 1-го разряда; единица длины передается от ШМД, аттестованных в качестве вторичных эталонов,

методом сличений на компараторе или методом прямых измерений на установках для проверки штриховых мер длины, аттестованных в качестве вторичных эталонов; доверительные границы абсолютной погрешности δ эталонов 1-го разряда при доверительной вероятности 0,99 составляют $(0,1 + 0,2 \cdot L)$ мкм, где L – длина, м;

– ШМД в диапазоне от 0,001 до 1 000 мм, аттестованные в качестве рабочих эталонов 2-го разряда; единица длины передается от ШМД, аттестованных в качестве рабочих эталонов 1-го разряда, методом сличений на компараторе; доверительные границы абсолютной погрешности δ эталонов 2-го разряда при доверительной вероятности 0,99 составляют $(0,2 + 0,5 \cdot L)$ мкм, где L – длина, м;

– ШМД в диапазоне от 0,001 до 1 000 мм, аттестованные в качестве рабочих эталонов 3-го разряда; единица длины передается от ШМД, аттестованных в качестве рабочих эталонов 2-го разряда, методом сличений на компараторе; доверительные границы абсолютной погрешности δ эталонов 3-го разряда при доверительной вероятности 0,99 составляют $(1 + 5 \cdot L)$ мкм, где L – длина, м;

– ШМД в диапазоне от 0,001 до 1 000 мм, аттестованные в качестве рабочих эталонов 4-го разряда; единица длины передается от ШМД, аттестованных в качестве рабочих эталонов 3-го разряда, методом сличений на компараторе; доверительные границы абсолютной погрешности δ эталонов 4-го разряда при доверительной вероятности 0,99 составляют $(20 + 30 \cdot L)$ мкм, где L – длина, м.

Обзор технических средств передачи единицы длины ШМД

Единственный регламентирующий порядок проведения измерений ШМД нормативный документ – разработанная в 80-е гг. прошлого столетия методическая инструкция МИ 1987-89¹⁶ – устанавливает методы и средства поверки образцовых и рабочих ШМД. Приведенные во «Введении» настоящей статьи данные свидетельствуют о том, что с момента его утверждения технологические возможности ВИС и ШМД несоизмеримо изменились, так что данная инструкция утратила соответствие современным реалиям.

В табл. 2 представлена сводная информация по техническим средствам поверки и аттестации ШМД, а также их доступности.

Обзор методов передачи единицы длины ШМД В Российской Федерации

В соответствии с действующей ГПС длины определены три метода передачи единицы длины ШМД:

– метод прямых измерений;

¹⁶ МИ 1987-89 «Рекомендация. Государственная система обеспечения единства измерений. Меры длины штриховые. Общие требования к поверке».

Таблица 2. Сводная информация по техническим средствам поверки и аттестации ШМД и их доступности в современных условиях по МИ 1987-89

Table 2. Information on technical means of verification and certification of line standards of length and their availability in modern conditions according to MI 1987-89

СИ, тип СИ (при наличии)	Разряд	Назначение	Доступность	Поверка
ШМД	Вторичный эталон	Поверка ШМД 1-го разряда	Отсутствуют: – СИ утвержденного типа; – информация об аттестации эталонов. Не производятся в РФ	ГЭТ
Установки для поверки ШМД Интерференционные установки для поверки ШМД со стабилизированным He-Ne лазером	Вторичный эталон	Поверка ШМД 1-го разряда	Отсутствуют: – СИ утвержденного типа; – информация об аттестации эталонов. Не производятся в РФ	ГЭТ

Окончание табл. 2

End of Table 2

СИ, тип СИ (при наличии)	Разряд	Назначение	Доступность	Поверка
Компараторы для поверки ШМД 1-го разряда	—	Поверка ШМД 1-го разряда	Не производятся в РФ	—
ШМД, класс точности 0, 1; тип I, II по ГОСТ 12069–90	1-й разряд	Поверка ШМД 2-го разряда	Отсутствуют СИ утвержденного типа. Не производятся в РФ	ГЭТ
ШМД, объект-микрометры типа ОМО, ОМП	1-й разряд	Поверка анализаторов фрагментов микроструктуры твердых тел	Меры длины штриховые высокоточные ГРСИ 60060-15, объект-микрометры ГРСИ 78033-20, 28962-16	ГЭТ
Компараторы для поверки ШМД 2-го разряда типа ИЗА-2, ИЗА-8	—	Поверка ШМД 2-го разряда	Максимальный диапазон измерений – до 200 мм Сняты с производства в РФ	—
ШМД, класс точности 2, 3; тип I, II, IV по ГОСТ 12069–90	2-й разряд	Поверка: – ШМД 3-го разряда; – ВИС; – оптико-механических приборов и микроскопов	Меры длины штриховые ГРСИ 76752-19 (только до 400 мм) Не производятся в РФ	РЭ 1-го разряда – до 200 мм включительно ГЭТ – в диапазоне от 200 до 1 000 мм
Компараторы для поверки ШМД 3-го разряда	—	Поверка ШМД 3-го разряда	Не производятся в РФ	—
ШМД, класс точности 4, 5; тип II, III, IV по ГОСТ 12069–90	3-й разряд	Поверка: – ШМД 4-го разряда; – приборов измерительных двухкоординатных	Не производятся в РФ	РЭ 1–2 разряда – до 200 мм включительно ГЭТ – в диапазоне от 200 до 1 000 мм
Компараторы для поверки ШМД 4-го разряда	—	Поверка ШМД 4-го разряда	Не производятся в РФ	—
ШМД, класс точности 4, 5; тип II, III, IV по ГОСТ 12069–90	4-й разряд	Поверка средств измерений	Не производятся в РФ	Рабочие эталоны 3-го разряда

Таблица составлена авторами / The table is prepared by the authors

- сличение при помощи компаратора;
- метод непосредственного сличения.

Метод прямых измерений реализуется на ГПЭ метра¹⁷ (далее по тексту ГЭТ длины), а также предусмотрен для передачи единицы длины ШМД при проведении работ на установках для поверки штриховых мер длины в диапазоне от 0,001 до 1000 мм, аттестованных в качестве вторичных эталонов.

В состав ГЭТ длины входят следующие средства измерений¹⁸:

- источник эталонного излучения – He-Ne/I2 лазер, стабилизированный по линии насыщенного поглощения в молекулярном йоде-127;
- установка для измерений разности частот источников лазерного излучения;
- универсальный интерференционный метровый компаратор;
- лазерный интерференционный тридцатиметровый компаратор;
- лазерный интерференционный компаратор для измерений длины в субмикронном и нанодиапазоне;
- гетеродинный интерферометр.

Номинальное значение длины волны, при котором воспроизводится единица, составляет 0,633 мкм. Расширенная неопределенность измерений – $U = 1,16 \cdot 10^{-11}$ м.

Метр как единица SI¹⁹ устанавливается фиксацией численного значения скорости света в вакууме с равным в точности $299\,792\,458 \text{ м} \cdot \text{с}^{-1}$, где секунда определена через частоту перехода в цезии $\Delta\nu_{Cs}$.

На ГПЭ длины также, как и на исходных эталонах всех стран-участниц Метрической конвенции, единица длины воспроизводится в соответствии с рекомендациями BIPM.

Сличение при помощи компаратора проводят преимущественно на компараторах типа ИЗА-2 (рис. 1), которые позволяют проводить измерения ШМД 2-го разряда в диапазоне

значений от 1 до 200 мм. Данные компараторы производства Ленинградского оптико-механического объединения им. В. И. Ленина разрабатывались в 50-х гг. прошлого столетия и в настоящее время сняты с производства. Компараторы в диапазоне измерений свыше 200 мм в настоящее время в нашей стране не производятся, практически все штриховые меры указанного диапазона проходят процедуру аттестации на ГПЭ.

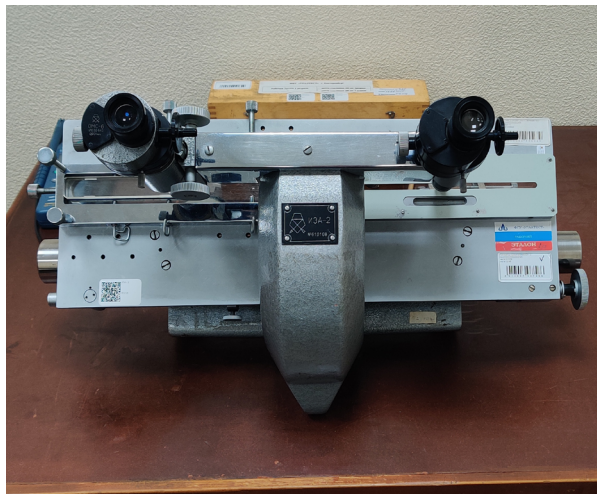


Рисунок подготовлен авторами по собственным данным /
The figure is prepared by the authors using their own data

Рис. 1. Компаратор горизонтальный, ИЗА-2

Fig. 1. Horizontal comparator, IZA-2

Метод непосредственного сличения представляет собой сопоставление ШМД с образцовой мерой: обе меры располагают параллельно так, чтобы их начальные штрихи совпадали, затем визуально или с помощью лупы определяют разность штрихов в нескольких точках по всей длине шкалы²⁰.

Данный метод, в первую очередь, применяется для ШМД 4-го разряда, а также для рабочих СИ, таких как измерительные металлические линейки и рулетки, которые также являются ШМД.

Зарубежный опыт

Исходные эталоны единицы длины ведущих мировых институтов метрологии представлены на рис. 2 (а, б, в, г).

²⁰ Бирюков Г. С., Серко А. Л. Измерения геометрических величин и их метрологическое обеспечение / Учебное пособие. М. : Изд-во стандартов, 1987. 368 с.

¹⁷ ГЭТ 2–2021 Государственный первичный эталон единицы длины – метра.

¹⁸ Об утверждении государственной поверочной схемы 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: приказ ...№ 2840.

¹⁹ Международное бюро мер и весов (Bureau International des Poids et Mesures, BIPM) [сайт]. URL: www.bipm.org.



Рисунок заимствован авторами из источника*, лицензия CC BY3.0 IGO / The figure is reproduced from* under CC BY3.0 IGO

- а) интерферометр для измерения линейных шкал, Финляндия (MIKES, Finland)
а) Linear Scale Interferometer, Finland (MIKES, Finland)



Рисунок заимствован авторами из источника**, лицензия CC BY3.0 IGO / The figure is reproduced from** under CC BY3.0 IGO

- б) машина для измерения линейных шкал, Великобритания (NPL, United Kingdom)
б) Linear Scale Measuring Machine, UK (NPL, United Kingdom)

*EUROMET.L-K7.2006 – Key Comparison: Calibration of line scales / Metrology Institute of the Republic of Slovenia, University of Maribor // Physikalisch-Technische Bundesanstalt Bundesallee : [website]. URL: <https://www.bipm.org/documents/20126/45451722/EUROMET.L-K7.2006.pdf/5e623fe8-9a80-810a-5f4e-d6faff11d4c8> (Accessed 07 July 2025).

** Там же. С. 92.



Рисунок заимствован авторами из источника***, лицензия CC BY3.0 IGO / The figure is reproduced from*** under CC BY3.0 IGO

- в) компаратор для измерения линейных шкал, Канада (NRC, Canada)
в) Linear Scale Comparator, Canada (NRC, Canada)



Рисунок заимствован авторами из источника****, лицензия CC BY3.0 IGO / The figure is reproduced from**** under CC BY3.0 IGO

- г) компаратор с нанометровым разрешением, Германия (PTB, Germany)
г) Nanometer Resolution Comparator, Germany (PTB, Germany)

Рис. 2. Исходные эталоны единицы длины ведущих мировых институтов метрологии (по данным EUROMET.L-K7.2006 – Key Comparison: Calibration of line scales)

Fig. 2. Initial standards of the measurement unit of length of the world's leading metrology institutes (according to EUROMET.L-K7.2006 – Key Comparison: Calibration of line scales)

*** Там же. С. 121.

**** Length and Angle Graduations: Measurement Equipment : The Nanometer Comparator // Physikalisch-Technische Bundesanstalt Bundesallee : [website]. URL: <https://www.ptb.de/cms/en/ptb/fachabteilungen/abt5/fb-52/ag-521/messgeraete521.html> (Accessed 07 July 2025).

Указанные исходные эталоны реализуют прямой метод измерения, основанный на интерференции излучения стабилизированного по частоте излучения лазера. Исходные эталоны имеют схожую структуру и содержат аналогичные элементы:

- систему привода;
- систему снятия отсчета;
- интерферометр перемещения;
- систему контроля условий окружающей среды;
- программное обеспечение для управления эталоном.

Принципиальная схема измерений, на которой основан прямой метод измерений ШМД, базируется на явлении интерференции света и заключается в измерении перемещений в количестве длин волн источника лазерного излучения посредством лазерных интерферометров²¹, построенных на схеме интерферометра Майкельсона.

Интерферометр Майкельсона – двухлучевой интерферометр, предназначенный для измерения расстояний или изменений показателя преломления среды. В таком устройстве интерферируют два когерентных пучка: опорный и измерительный. В лазерном интерферометре Майкельсона, где в качестве источника используется стабилизированный по частоте излучения лазер, происходит сравнение изменения оптического пути для измерительного пучка с длиной волны лазера (в видимой области – доли мкм). Этим определяется высокая точность измерений²².

Основными параметрами, определяющими качество лазерных интерферометрических систем, являются [3]:

- разрешающая способность;

- точность измерений;
- повторяемость результатов;
- скорость измерения.

На рис. 3 представлена принципиальная схема гетеродинного лазерного интерферометра.

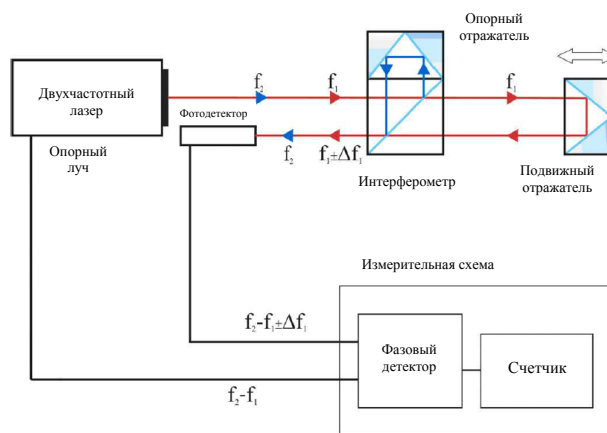


Рисунок заимствован и адаптирован авторами из источника [3], лицензия CC BY4.0 / The figure is reproduced and adapted from [3] under CC BY4.0

Рис. 3. Схема гетеродинного лазерного интерферометра [3]

Fig. 3. Layout of a heterodyne laser interferometer [3]

Результаты и обсуждение

На основании анализа содержания законодательных и нормативных документов, обобщения литературных данных, а также собственного профессионального опыта авторы выявили следующие ограничения.

Назрела острая необходимость модернизации материально-технической базы для метрологического обеспечения ШМД. Заложенные в СССР более полувека назад фундаментальные принципы измерительного оборудования исчерпали моральный ресурс и в настоящее время не отвечают современным требованиям научно-производственного прогресса. В качестве готовых решений по лазерным интерферометрам заслуживают внимания внесенные в ФИФ ОЕИ экземпляры, для которых установлены метрологические характеристики, соответствующие на определенных диапазонах требованиям, предъявляемым, в том числе, ко вторичным эталонам. Описаны примеры использования лазерных интерферометров XL-80 фирмы Renishaw в составе установок для поверки штриховых мер длины [4].

²¹ Интерферометром принято называть прибор, принцип действия которого основан на разделении пучка света на два или несколько когерентных пучков, разность фаз которых постоянна во времени и проходящих различные оптические пути до момента, когда их снова сводят вместе. Если источником световых волн является лазер, то такое перераспределение устойчиво во времени, и в плоскостях локализации можно наблюдать стабильную интерференционную картину в виде темных и светлых полос или колец [4].

²² Гладышева Т. М., Гладышев В. О., Скуйбин Б. Г., Кауц В. Л. Интерферометр Майкельсона. Лабораторный практикум по курсу физики. М. : МГТУ имени Н. Э. Баумана, 2015. 26 с.

Цифровые методы обработки информации имеют подавляющее преимущество перед оптическими методами [5]. Технологии искусственного интеллекта и машинного зрения позволяют использовать для решения этих задач ПЗС-камеры. Приходится констатировать отсутствие в российском научном сообществе данных за предыдущие 20–30 лет о разработке и создании отечественных новых средств измерений для метрологического обеспечения ШМД. Большинство работ 70–80-х гг. XX века [6–10] основано на методе передачи единицы длины методом компарирования, который на тот момент был предпочтителен в соответствии с рекомендациями МБВМ.

Метод передачи единицы длины ШМД методом компарирования, адаптированный к современным реалиям, с автоматизированной системой снятия отсчета может быть использован при условии устранения следующих ограничений:

- в Российской Федерации отсутствует производство ШМД свыше 1 мм;
- существующие рабочие эталоны 1-го, 2-го, 3-го и 4-го разрядов (являются СИ) произведены более 30 лет назад и вскоре достигнут предельного срока эксплуатации.

Аналогичная ситуация и с компараторами любых типов: отсутствие производства отечественных и доступности импортных. Компараторы как технические устройства характеризуются понятиями «срок эксплуатации» и «срок службы». Однако соответствовать указанным понятиям проблематично ввиду отсутствия производства комплектующих для своевременного ремонта подвижных частей и элементов из их состава.

Обобщим причины, тормозящие процесс модернизации системы метрологического обеспечения ШМД:

- отсутствие производства современных измерительных приборов в Российской Федерации;
- отсутствие производства отечественных ШМД;
- отсутствие отечественного производства и обслуживания имеющихся средств поверки и калибровки ШМД.

Своевременное устранение перечисленных выше ограничений позволит не допустить

экономический ущерб предприятиям промышленности и науки, вызванный отсутствием возможности проведения работ по поверке и калибровке микроскопов разных типов. Оснащенность отечественных пользователей микроскопами косвенно характеризуется данными ФИФ ОЕИ²³. Ниже (табл. 2) представим выборку о количестве проведенных работ по поверке микроскопов, составленную по следующим признакам:

- общее количество микроскопов: поиск по наименованию типа СИ «микроскоп»;
- микроскопы УИМ: поиск по наименованию типа СИ «микроскоп», тип СИ «УИМ»;
- микроскопы ИМЦЛ: поиск по наименованию типа СИ «микроскоп», тип СИ «ИМЦЛ»;
- микроскопы БМИ: поиск по наименованию типа СИ «микроскоп», тип СИ «БМИ»;
- микроскопы МПБ: поиск по наименованию типа СИ «микроскоп», тип СИ «МПБ»;
- видеоизмерительные машины и системы: поиск по наименованию типа СИ «видеоизмерит»;
- анализаторы фрагментов микроструктуры твердых тел: поиск по регистрационным номерам типа СИ 27438-04, 27438-09, 27438-10, 85829-22.

Данные табл. 3 отражают рост количества работ по поверке видеоизмерительной аппаратуры, причины которого имеют долгосрочный характер:

- оптико-механические микроскопы типа УИМ, ИМЦЛ, БМИ в настоящее время сняты с производства и имеют естественные ограничения по сроку службы и эксплуатации;
- увеличение потребности пользователей видеоизмерительных систем в современных технологиях проведения измерений в автоматическом режиме, в том числе – без участия оператора.

Авторами представляется долгосрочная тенденция роста количества эксплуатируемых ВИМ преимущественно в диапазоне измерений свыше 200 мм. Отсутствие отечественного производства ШМД (табл. 1) в диапазоне свыше 200 мм приводит к критической нагрузке на систему метрологического обеспечения ВИМ.

²³ Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. Режим доступа: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/cm/results> (дата обращения: 07.07.2025).

Таблица 3. Количество микроскопов разных типов, поверенных с 2021 по 2024 гг.
Table 3. Number of microscopes of different types verified from 2021 to 2024

	Количество поверенных СИ по данным ФИФ ОЕИ					Наличие производства ШМД для поверки в РФ
	2021	2022	2023	2024	Рост с 2021 к 2024 г., %	
Общее количество микроскопов	6 900	7 430	8 137	8 506	23	
Микроскопы УИМ	1 063	1 144	1 147	1 182	11	нет
Микроскопы ИМЦЛ	347	324	360	340	-2	нет
Микроскопы БМИ	818	843	969	923	13	нет
Микроскопы МПБ	3 554	3 972	4 340	4 652	31	нет
Видеоизмерительные машины и системы	402	498	693	893	122	нет
Анализаторы фрагментов микроструктуры твердых тел	229	254	329	347	52	да

Таблица составлена авторами / The table is prepared by the authors

Заключение

Представленный в статье анализ актуального состояния сфере метрологического обеспечения ШМД обосновывает необходимость разработки и создания современной установки для поверки ШМД, соответствующей требованиям, предъявляемым ко вторичным эталонам единицы длины.

Преимущества и возможности, которые получит благодаря указанной установке система метрологического обеспечения ВИМ:

- опыт создания установки станет отправной точкой в производстве прогрессивных средств измерений, конструкции которых включают прецизионные направляющие: например, длинномеры – для проведения измерений внутренних и наружных размеров; компараторы – для поверки ШМД низших разрядов;

- с появлением установки можно организовать промышленный выпуск отечественных ШМД, у которых точность позиционирования при изготовлении является одним из наиболее важных факторов;

- массовая эксплуатация установки снизит чрезмерную нагрузку с ГПЭ, основной задачей которого является воспроизведение и передача вторичным эталонам единицы длины;

–кратно повысится производительность работ по поверке, калибровке и аттестации ШМД.

Обсуждение путей решения отмеченных в данной статье проблем совершенствования системы метрологического обеспечения ВИМ авторы продолжают в следующих публикациях, представив ряд проектов установок для метрологического обеспечения ШМД разных диапазонов.

Благодарности: Авторы выражают благодарность Н. А. Кононовой и В. А. Сяско за представленную информацию и ценные замечания при подготовке статьи.

Acknowledgments: The authors express their gratitude to N. A. Kononova and V. A. Syasko for the information provided and valuable comments during the preparation of the article.

Конфликт интересов: Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов, требующего раскрытия в данной статье. Работа выполнена в рамках диссертационного исследования «Разработка и исследование установки для поверки штриховых мер длины 1 разряда методом прямых измерений с использованием лазерного интерферометра». Научный

консультант: Чекирда К. В., канд. техн. наук, заместитель генерального директора по метрологии ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Conflict of interests: The authors declare no conflict of interest. The work was carried out within the framework of the dissertation research “Development and study of the installation for verification of line standards of length of 1st grade by the method of direct measurements using a laser interferometer.” Scientific consultant: Chekirda K. V., Cand. Sci. (Eng.), Deputy General Director for Metrology of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology.

Вклад соавторов: Чекирда К. В. – редактирование рукописи, руководство исследованием; Милорадов В. В. – концептуализация,

методология, проведение исследования, анализ данных, визуализация, создание черновика рукописи.

Contribution of the authors: Chekirda K. V. – editing the manuscript, supervising the research; Miloradov V. V. – conceptualization, methodology, research, data analysis, visualization, creating a draft of the manuscript.

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. Левин Г. Г., Минаев В. Л. Цифровая метрология видеоизмерительных систем // Законодательная и прикладная метрология. 2021. № 3 (171). С. 28–33.
2. Митяева А. И. Влияние видеоизмерительных машин на микроэлектронное промышленное производство // Математические методы и модели в высокотехнологичном производстве: Сборник тезисов докладов III Международного форума. В 2-х частях, Санкт-Петербург, 08 ноября 2023 г. / Санкт-Петербургский государственный университет аэрокосмического приборостроения. Санкт-Петербург : Санкт-Петербургский государственный университет аэрокосмического приборостроения, 2023. С. 269–270.
3. Kaušinis S., Kasparaitis A., Jakštas A. Length metrology and calibration systems // Modern Metrology Concerns / L. Cocco. 2012. 472 p.
4. Макаревич В. Б., Горошкова А. Н., Стрижевская М. И. Метрологическое обеспечение штриховых мер длины в диапазоне измерений от 0 до 200 мм // Метрология и приборостроение. 2017. № 3 (78). С. 17–19.
5. Котляр Т. Ю. Применение цифровых камер при поверке стеклянных штриховых мер длины // Электротехнические и компьютерные системы. 2012. № 6 (82). С. 72–75.
6. Устройство для аттестации штриховых мер : пат. SU771463 A1 ; заявл. 29.08.1978 ; опубл. 15.10.1980, Бюл. № 38.
7. Интерференционное устройство для измерения штриховых мер : пат. SU1224568 A ; заявл. 21.01.1983 ; опубл. 15.04.1986, Бюл. № 14.
8. Компаратор для поверки штриховых мер длины : пат. SU943523 ; заявл. 20.02.1981 ; опубл. 15.07.1982, Бюл. № 26.
9. Компаратор для поверки штриховых мер : пат. SU847033 ; заявл. 17.09.1974 ; опубл. 15.07.1981, Бюл. № 26.
10. Компаратор для аттестации линейных штриховых мер : пат. SU441444 ; заявл. 14.01.1970 ; опубл. 30.08.1974, Бюл. № 32.

REFERENCES

1. Levin G. G., Minaev V. L. Digital metrology of the video measuring systems. *Legal and applied metrology*. 2021;3(171):28–33. (In Russ.).
2. Mityaeva A. I. Impact of video measurement machines on microelectronic manufacturing. In: *Mathematical methods and models in high-tech production*: Collection of abstracts of the III International Forum, In 2 parts, 08 November 2023, St. Petersburg, Russia. St. Petersburg: St. Petersburg State University of Aerospace Instrumentation; 2023. P. 269–270. (In Russ.).
3. Kaušinis S., Kasparaitis A., Jakštas A. Length metrology and calibration systems. In: Cocco L. *Modern Metrology Concerns*. 2012. 472 p.
4. Makarevich V. B., Goroshkova A. N., Strizhevskaya M. I. Metrological support for bar measures of length in the measurement range from 0 to 200 mm. *Metrologiya i priborostroenie*. 2017;3(78):17–19. (In Russ.).
5. Kotliar T. Y. Application of digital cameras for calibration of glass line scale. *Elektrotekhnicheskie i komp'uternye sistemy*. 2012;6(82):72–75. (In Russ.).
6. Ezhkin V. E. Device for attestation of bar measures. Patent SU, no. 771463 A1, 1980. (In Russ.).

7. Bolonin A. A. Interference device for measuring bar measures. Patent SU, no. 1224568 A, 1986. (In Russ.).
8. Anisonyan A. S., Fedorov A. D. Comparator for checking bar measures of length. Patent SU, no. 943523, 1982. (In Russ.).
9. Mironenko A. V., Kolyada Yu. B., Tuzov E. V., Yanushkin V. N. Comparator for checking bar measures. Patent SU, no. 847033, 1981. (In Russ.).
10. Borovkov V. A., Delyunov N. F., Malamed E. R., Ol'shevskij Yu. M., Rukavicyn N. N., Skvorczov Yu. S. Comparator for attestation of linear bar measures. Patent SU, no. 441444, 1974. (In Russ.).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Чекирда Константин Владимирович – канд. техн. наук, заместитель генерального директора ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19
e-mail: K.V.Chekirda@vniim.ru
<https://orcid.org/0000-0003-3462-1027>

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Konstantin V. Chekirda – Cand. Sci. (Eng.), Deputy General Director, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology
19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia
e-mail: K.V.Chekirda@vniim.ru
<https://orcid.org/0000-0003-3462-1027>

Милорадов Владимир Викторович – начальник отдела обеспечения единства измерений геометрических величин ФБУ «Государственный региональный центр стандартизации, метрологии и испытаний в Свердловской области»
620990, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 2а
e-mail: geo@uraltest.ru
<https://orcid.org/0009-0005-6350-8332>

Vladimir V. Miloradov – Head of the Department for Ensuring the Measurement Uniformity of Geometric Quantities, State Regional Center for Standardization, Metrology and Testing in the Sverdlovsk Region
2a Krasnoarmeyskaya st., Yekaterinburg, 620990, Russia
e-mail: geo@uraltest.ru
<https://orcid.org/0009-0005-6350-8332>

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Обзорная статья

УДК 53.089.68:621.867.1/3

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-107-123>



Методы калибровки и поверки дозаторов весовых непрерывного действия и конвейерных весов

Д. С. Замятин  

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

 lab261@uniim.ru

Аннотация: Субъекты хозяйственной деятельности в большинстве отраслей экономики применяют в качестве средств измерений массы дозаторы весовые непрерывного действия и конвейерные весы, точность работы которых напрямую зависит от метрологической прослеживаемости. Однако многие предприятия не могут осуществлять поверку данных средств измерений из-за сложности процедуры в условиях реального производства. Следовательно, возникает необходимость совершенствования подходов к передаче единицы массы дозаторам весовым непрерывного действия и конвейерным весам.

Цель представленного обзора – проанализировать основные методы передачи единицы массы данным средствам измерений, разобрать их преимущества и недостатки, описать, как различные условия влияют на точность измерений.

Автор проанализировал данные модуля «Поверка» подсистемы «Аршин» Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений (ФГИС «Аршин» ФИФ ОЕИ) за 2020–2024 годы и выявил рост популярности использования конвейерных весов в качестве учетных средств измерений, несмотря на сложность проводимой процедуры. Указанный тренд подтверждает значимость метрологического обеспечения работоспособности и точности этих устройств.

В фокусе исследования – шесть методов калибровки и поверки дозаторов весовых непрерывного действия и конвейерных весов. В частности, рассмотрен метод, с реализацией которого связана профессиональная деятельность автора, – метод, основанный на использовании эталона единицы массы 5-го разряда. В итоге выявлены его преимущества в сравнении с другими методами: а) может применяться на любых дозаторах весовых непрерывного действия и конвейерных весах; б) значительно проще пересыпания; в) учитывает все установленные влияющие факторы; г) обеспечивает достоверность при прослеживаемости к Государственному первичному эталону единицы массы ГЭТ 3–2008.

Также обнаружены и слабые места, устранение которых необходимо для дальнейшего совершенствования подхода, а именно: в настоящее время метод применим для дозаторов весовых непрерывного действия и конвейерных весов с относительной погрешностью 1 % и более.

Выводы обзора могут дать основания метрологам для выбора наиболее оптимальных методов калибровки и поверки дозаторов и конвейерных весов, и в этом – практическая значимость исследования. Научная значимость заключается в том, что сформулированы предложения по улучшению качества и достоверности измерений и расширению применения дозаторов непрерывного действия и конвейерных весов.

Ключевые слова: дозаторы непрерывного действия, поверка, калибровка, линейная плотность, эталон массы, конвейерные весы

Для цитирования: Замятин Д. С. Методы калибровки и поверки дозаторов весовых непрерывного действия и конвейерных весов // Эталон. Стандартные образцы. 2025. Т. 21, № 3. С. 107–123. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-107-123>

Статья поступила в редакцию 07.07.2025; одобрена после рецензирования 09.09.2025; принята к публикации 25.09.2025.

MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

Review Article

Calibration and Verification Methods for Continuous Weighing Batchers and Conveyor Scales

Denis S. Zamyatin  

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

 lab261@uniim.ru

Abstract: Business entities across nearly all economic sectors use continuous weighing batchers and conveyor scales as mass measuring instruments. The accuracy of these instruments directly depends on metrological traceability. However, many enterprises are unable to perform verification of these measuring instruments due to the complexity of the procedure in real production conditions. Consequently, there is a need to improve approaches for transferring a unit of mass to conveyor scales and continuous weighing batchers.

The purpose of this review is to analyze the primary methods for transferring the unit of mass to these measuring instruments, examine their advantages and disadvantages, and describe how various conditions influence measurement accuracy.

The author analyzed data from the Verification module of the Arshin subsystem, which is part of the Federal Information Fund for Ensuring the Uniformity of Measurements (FGIS Arshin of the FIF UEM) for the period 2020–2024. The analysis revealed a growing trend in the use of conveyor belt scales as accounting measuring instruments, despite the complexity of the verification procedure. This trend confirms the critical importance of metrological assurance for the operational reliability and accuracy of these devices.

The study focuses on six calibration and verification methods for conveyor scales and continuous weighing batchers. In particular, a method in which the author has professional involvement is considered – the method based on the use of a 5th-class mass standard. As a result, its advantages compared to other methods have been identified: a) it can be applied to any conveyor scales and batchers; b) it is significantly simpler than pouring; c) it accounts for all the established influencing factors; d) it ensures reliability with traceability to the State Primary Standard for the unit of mass GET 3–2008.

Furthermore, some limitations have been identified, the elimination of which is necessary for further improvement of the approach. Specifically, the method is currently applicable only to conveyor scales and batchers with a relative error of 1 % or greater.

The conclusions of the review can provide metrologists with a basis for selecting the most optimal calibration and verification methods for batchers and conveyor scales, which constitutes the practical significance of the study. The scientific significance lies in the formulation of proposals for improving the quality and reliability of measurements and expanding the application of continuous weighing batchers and conveyor scales.

Keywords: continuous batchers, verification, calibration, linear density, mass standard, conveyor scales

For citation: Zamyatin D. S. Calibration and verification methods for continuous weighing batchers and conveyor scales. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2025;21(3):107–123. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-107-123>

The article was submitted 07.07.2025; approved after reviewing 09.09.2025; accepted for publication 25.09.2025.

Введение

Российская Федерация обладает обширными ресурсами горючих ископаемых, которые составляют экономическую основу формирования доходной части федерального бюджета. Оценка объемов добытых ресурсов, как правило, осуществляется с использованием весоизмерительного оборудования конвейерного типа. Производство таких систем демонстрирует устойчивый рост как в Московской области¹, так и в других регионах страны² [1–3].

В условиях автоматизированной загрузки и разгрузки значительных объемов компонентов и сыпучих материалов [4], как правило, используются конвейеры [5] и интегрированные системы измерений массы, которые включают дозаторы весовые непрерывного действия [6–8] (далее по тексту – дозаторы) и конвейерные весы [9–12].

Конвейерные весы – основное оборудование в различных отраслях промышленности, не только в горнодобывающей, перерабатывающей, пищевой. Они обеспечивают точные измерения массы проходящих по транспортной ленте материалов, что позволяет (а) производить учет массы перед отгрузкой продукции в грузовые автомобили, железнодорожные вагоны и контейнеры; (б) контролировать

и оптимизировать производственные процессы на различных этапах производства, например, ведя учет сырья, поступающего в дробилки, бункера, мельницы и пр.

В современной промышленности непрерывного промышленного производства дозирующие устройства служат для обеспечения качества и эффективности технологических процессов. В таких критически важных отраслях, как химическая, пищевая [13], фармацевтическая, аграрная [14] и строительная промышленность [15, 16], эти устройства обеспечивают точное дозирование материалов в заданном соотношении для поддержания высоких стандартов качества продукции и строгого соблюдения технологических регламентов. Точность функционирования дозаторов напрямую влияет на характеристики конечного продукта, а также на эффективность использования сырьевых ресурсов. Неправильная работа дозаторов может привести к серьезным последствиям, включая ухудшение качества продукции, увеличение производственных затрат и снижение экономической эффективности.

Если конвейерные весы и дозаторы используются в качестве учетных устройств (например, для фасовки материалов в мешки или засыпки в транспортные средства), они подлежат обязательной поверке в соответствии с требованиями Федерального закона № 102-ФЗ³.

Таким образом, точность и надежность работы дозаторов становятся ключевыми факторами, определяющими качество, экономичность и эффективность промышленного

¹ Подмосковный производитель весоизмерительной техники увеличит выработку на 11 %. Режим доступа: https://riamo.ru/news/ekonomika/podmoskovnyj-proizvoditel-vesoizmeritelnoj-tehniki-uvlechit-vyrabotku-na-11/?from=inf_cards (дата обращения: 01.05.2025).

² Башкирский завод весового оборудования ускорил производство дозаторов. Режим доступа: <https://bv02.info/news/novosti/2024-03-05/bashkirskiy-zavod-vesovogo-oborudovaniya-uskoril-proizvodstvo-dozatorov-3669321> (дата обращения: 01.05.2025).

³ Об обеспечении единства измерений : Федер. закон Рос. Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ.

производства. Контроль этих параметров должен осуществляться на всех этапах производственного цикла, чтобы обеспечить высокое качество конечной продукции и минимизировать риски, связанные с неправильной дозировкой материалов.

Основными метрологическими характеристиками качества весоизмерительного оборудования являются производительность, линейная плотность и точность процедуры взвешивания [16–18]. Метрологическое обеспечение методов поверки дозаторов (конвейерных весов) регламентировано ГОСТ 8.469–2002 (ГОСТ 8.005–2002)⁴.

Однако процедура проведения поверки промышленных средств измерений требует пересыпания десятков тонн материала, что приводит или к невозможности применения данного метода, или к его чрезмерной трудоемкости и материальным затратам на длительную остановку конвейеров и всего производственного цикла. Необходимость устранения перечисленных проблем вызвала активное развитие методов и подходов к поверке весовых систем [19–23] в области метрологии измерений больших масс. В число перспективных направлений в настоящее время вошли исследования методов передачи единиц массы на большегрузные весы с использованием силовоспроизводящих машин в качестве эталонов единиц силы [24], методы поверки и калибровки большегрузных весов [25–29].

Цель представленного обзора – провести сравнительный анализ и систематизацию подходов методов калибровки и поверки дозаторов и конвейерных весов, а также описать, как различные условия влияют на точность измерений.

Для достижения цели предстоит:

- изучить теоретические основы применения различных видов дозаторов в промышленной сфере;
- проанализировать и оценить применяемые в РФ методы калибровки и поверки конвейерных весов и дозаторов;

⁴ГОСТ 8.469–2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Дозаторы автоматические весовые непрерывного действия. Методика поверки. ГОСТ 8.005–2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы непрерывного действия конвейерные. Методика поверки.

– определить факторы, влияющие на передачу единицы массы конвейерным весам и дозаторам;

– установить метрологическую прослеживаемость единицы массы конвейерным весам и дозаторам до единиц SI, уточнив, какие методы обеспечивают достоверную прослеживаемость к вышестоящим эталонам единиц массы.

Материалы и методы

Методология обзора

Материалом для исследования послужили публикации в отечественной научной литературе (научных журналах и материалах научных конференций) и информационных поисковых (Google Scholar) и библиографических базах данных (eLIBRARY.RU, КиберЛенинка) с глубиной охвата до 2000 г. В обзор включали публикации, доступные на 01.05.2025. Наиболее употребительные ключевые слова и выражения для поиска публикаций и информации: дозаторы непрерывного действия, поверка и калибровка дозаторов, конвейерные весы, поверка и калибровка конвейерных весов. При необходимости были изучены списки литературы статей, принятых в качестве особо значимых.

Для оценки востребованности метрологических услуг в области весоизмерительного оборудования пользовались данными модуля «Поверка» подсистемы «Аршин» Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений (ФГИС «Аршин» ФИФ ОЕИ). В обзор включали сведения о поверке средств измерений «дозаторы непрерывного действия» и «конвейерные весы» за период 2020–2024 гг.

Теоретические основы применения дозаторов и конвейерных весов

Назначение дозаторов – непрерывное дозирование определенного количества материала (например, порошка, гранул) на выходе из дозатора. Принцип работы этих устройств основан на измерении массы проходящего через устройство материала и последующем управлении скоростью транспортерной ленты в соответствии с заданной производительностью [25, 30–32].

К дозирующим устройствам предъявляют следующие требования [33]:

- соответствие подачи дозируемого материала установленным параметрам;
- высокая точность дозирования;
- надежность системы автоматического регулирования;
- наличие приборов, показывающих величину регулируемого параметра и суммарное количество материала, прошедшего через дозатор;
- удобство обслуживания и высокая надежность в эксплуатации;
- соответствие конструктивного оформления основных и вспомогательных узлов физико-механическим свойствам дозируемых материалов.

Назначение конвейерных весов связано с измерением массы продукции. Представляют собой автоматизированную систему взвешивания, которая позволяет определять массу груза в движении без остановки производственного процесса. Конструктивно встраиваются в ленточные транспортеры.

Производственные функции конвейерных весов:

- общий контроль массы продукции: измеряя вес сырья и готовой продукции в потоке, значительно автоматизируют и ускоряют процесс взвешивания;
 - учет материалов: автоматически фиксируют количество перемещаемого груза на всех этапах производства и передают данные в систему управления для контроля расхода;
 - контроль загрузки транспорта: определяют массу перед погрузкой в вагоны, контейнеры, грузовики, предотвращая перегруз или недогруз;
 - маркировка и учет данных: интегрируются с принтерами и системами маркировки для нанесения весовой информации на упаковку или груз.
- Отраслевая специфика конвейерных весов:
- горнодобывающая промышленность: учет руды, известняка, угля;
 - металлургия: контроль подачи шихты, окатышей, флюсов;
 - химическая промышленность: дозировка и учет сырья;
 - цементные заводы и стройиндустрия: учет компонентов цементных смесей;
 - сельское хозяйство: контроль веса зерна, комбикорма, муки;
 - энергетика: учет подачи топлива;

- пищевая промышленность: контроль веса сырья и готовой продукции.

Преимущества использования конвейерных весов:

- высокая точность измерений (погрешность до 0,5 %);
- автоматизация процессов учета;
- работа без остановки производства;
- исключение человеческого фактора;
- возможность интеграции с системами управления;
- снижение потерь и перерасхода материалов;
- повышение прозрачности производственных процессов.

Технические требования при работе с конвейерными весами строги в отношении:

- состояния конвейерной ленты, особенно на длинных конвейерах и подвергнутых ремонту;
- натяжения конвейерной ленты;
- однородности подачи порций материала для взвешивания.

Критерии точности измерений массы

Точность измерений массы – ключевой показатель – зависит от множества факторов, включая вибрации во время процесса. Анализ методов и устройств для непрерывного измерения массы сыпучих материалов выявил основные факторы, влияющие на снижение точности дозирования:

- динамические воздействия на весоизмерительное оборудование [34, 35];
- неоднородность подачи материала, транспортируемого из питателя на ленту весового транспортера [36];
- негативное воздействие вибраций в процессе дозирования [37];
- специфические факторы, характерные для отдельных отраслей, оказывающие влияние на процесс дозирования [38].

Практика применения дозаторов

ФГИС «Аршин» ФИФ ОЕИ в 2025 г. содержит сведения о средствах измерений (СИ):

- 66 единиц СИ типа «дозаторы непрерывного действия»;
 - 90 единиц СИ типа «конвейерные весы».
- Анализ данных (рис. 1) позволяет сделать вывод о росте популярности использования

конвейерных весов в качестве учетных СИ, несмотря на всю сложность проводимой процедуры, что говорит о значимости поддержания работоспособности и точности этих устройств. Регулярные поверки и техническое обслуживание позволяют обеспечивать соответствие установленным требованиям и минимизировать влияние негативных факторов на процесс взвешивания материала и его дозирования.



Рисунок подготовлен автором по собственным данным /
The figure is prepared by the author using their own data

Рис. 1. Сведения о проведенных поверках дозаторов и конвейерных весов по данным модуля «Поверка» ФГИС «Аршин» ФИФ ОЕИ

Fig.1. Information on conducted verifications of batchers and conveyor scales according to the data of the Verification module of the FGIS Arshin of the FIF EUM

Результаты и обсуждение

Анализ способов передачи единицы массы

Рассмотрим основные способы передачи единицы массы с проведением анализа причин, влияющих на результаты поверки дозаторов и конвейерных весов.

Продолжительное время процедура калибровки и поверки конвейерных весов и дозаторов осуществлялась исключительно с применением контрольных проб⁵. При всей эффективности данный метод трудоемок в гигантских масштабах промышленных СИ.

Оптимизировать процесс позволяли дополнительные методики, которые, не обеспечивая абсолютной достоверности контроля, отличаются простотой в реализации и позволяют осуществлять настройку дозаторов и конвейерных весов при условии учета всех значимых влияющих факторов. Важно отметить, что такие

⁵ МП 125-261-2021 «ГСИ. Дозаторы весовые автоматические непрерывного действия транспортные 4488ДН-У. Методика поверки».

факторы в каждом конкретном случае передачи единицы массы могут оказывать влияние:

– либо незначительное, внося минимальный вклад в погрешность и неопределенность измерений;

– либо значительное, что может привести к недостоверным результатам контроля массы.

Анализ методов калибровки и поверки конвейерных весов и дозаторов

Рассмотрим детально наиболее распространенные методы калибровки и поверки дозаторов. При подготовке сравнительного анализа для большей наглядности результатов автор присвоил каждому методу калибровки и поверки дозаторов и конвейерных весов порядковый номер:

№ 1. Метод перевеса контрольной пробой;

№ 2. Метод калибровки тензодатчика;

№ 3. Метод нагружения тензодатчика при помощи дополнительных грузов;

№ 4. Метод съема сыпучего материала с весоизмерительного участка;

№ 5. Метод использования имитаторов линейной плотности;

№ 6. Метод использования эталона единицы массы 5-го разряда.

№ 1. Метод перевеса контрольной пробой является самым популярным и достоверным способом контроля дозаторов и конвейерных весов.

Поверка дозаторов осуществляется по ГОСТ 8.469-2002. Для подтверждения основных метрологических характеристик используются три контрольных пробы с применением устройства для отбора проб, включая пробы при наибольшем и наименьшем пределах производительности. Продолжительность отбора каждой пробы составляет $(6,00 \pm 0,25)$ мин. Действительное значение массы контрольной пробы определяют на весах неавтоматического действия по ГОСТ OIML R76-1⁶, при этом погрешность определения действительного значения массы контрольной пробы должна быть не менее чем в три раза точнее

⁶ ГОСТ OIML R76-1-2-11 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

пределов допускаемой погрешности рабочих СИ (дозаторов).

Значения приведенной погрешности вычисляются по формуле

$$\delta = \frac{Q_3 \cdot T_i - 60 \cdot G_i}{Q_{\text{нпп}} \cdot T_i} \cdot 100, \quad (1)$$

где δ – значение приведенной погрешности, %; Q_3 – заданное значение производительности, кг/ч; T_i – действительное значение времени отбора i -й контрольной пробы, мин; G_i – действительное значение массы i -й контрольной пробы, кг; $Q_{\text{нпп}}$ – значение наибольшего предела производительности дозатора, кг/ч.

Проверка конвейерных весов производится по ГОСТ 8.005–2002⁷. Принцип проведения операций схож с описанной выше процедурой проверки дозаторов. Имеющиеся отличия: используются три контрольные пробы для трех значений линейной плотности (нагрузки, создаваемой материалом на 1 м транспортной ленты), близких к наименьшему, наибольшему и среднему значениям, а вычисление относительной погрешности весов осуществляется по формуле

$$\delta = \frac{G_{\text{сч}} - G}{G} \cdot 100, \quad (2)$$

где δ – значение относительной погрешности конвейерных весов, %; $G_{\text{сч}}$ – разность показаний суммирующего устройства весов после окончания и перед началом отбора пробы, кг; G – действительное значение массы пробы, кг.

Преимущества метода. Данные способы проверки/калибровки воспроизводят условия, максимально близкие к производственной практике, при этом контроль массы осуществляется при различных нагрузках, что повышает достоверность контроля.

Недостатки метода. Техническая сложность реализации данных способов: для промышленных СИ контрольная проба измеряется в десятках тонн. Например, при наибольшем пределе производительности дозатора в 1 000 т/ч масса пробы составит 100 т. При этом, сами дозаторы (или конвейерные весы)

⁷ ГОСТ 8.005-2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы непрерывного действия конвейерные. Методика проверки.

могут располагаться в середине производственного цикла, что либо серьезно затрудняет использование данного способа проверки, либо делает его невозможным.

№ 2. Метод калибровки тензодатчика.

Для реализации данного способа конвейерные весы или дозаторы подвергаются частичному демонтажу весоизмерительных тензодатчиков, предназначенных для непосредственного преобразования оказываемой на датчик нагрузки в единицы массы. Затем весоизмерительные тензодатчики вместе с заводским контроллером перевозят в испытательную лабораторию. Там тензодатчики нагружают на эталонных силоизмерительных машинах, вычисляя их относительную погрешность по формуле

$$\delta = \frac{F_{\delta} - F}{F} \cdot 100, \quad (3)$$

где δ – значение относительной погрешности тензодатчика, %; F_{δ} – показания тензодатчика, кг; F – показания эталонной силоизмерительной машины (в случае, если машина имеет вывод показаний только в Ньютонах, производят перерасчет в единицы массы, умножая показания на ускорение свободного падения $g = 9,81 \frac{\text{М}}{\text{с}^2}$), кг.

Преимущества метода. В сравнении с методом № 1, значительно проще в реализации и менее трудозатратен.

Недостатки метода. Метод не учитывает большое количество влияющих факторов, а именно – состояние транспортной ленты конвейера или дозатора и уровня ее натяжения. Не осуществляется контроль за правильностью показаний датчика скорости движения транспортной ленты, правильностью установки тензодатчика и многие другие влияющие факторы. Например, транспортная лента в идеальном состоянии не дает ощутимых вкладов в погрешность измерения массы, тогда как лента, сочлененная при помощи металлических пластин, заклепок и болтов, приводит к значительному повышению погрешности измерения массы даже при хорошо настроенных тензодатчиках. Совокупность перечисленных факторов не позволяет произвести оценку достоверности

контроля данного метода, то есть для проведения поверки данный метод не применим. Он применяется редко и только для конвейерных весов и дозаторов, где другие способы контроля затруднены или невозможны и точность измерения массы – не приоритет. Кроме того, метод не учитывает дополнительные влияющие факторы на месте проведения работ: температуру и влажность воздуха; вибрации, возникающие в точке установки дозаторов или конвейерных весов.

№ 3. Метод нагружения тензодатчика при помощи дополнительных грузов. Некоторые производители конвейерных весов или дозаторов в качестве дополнительного метода контроля усовершенствовали метод № 2: на рабочих СИ предусмотрели место для нагружения весоизмерительного модуля эталонной гирей или другим грузом. Реализацией данного метода может быть:

- обычная площадка, куда можно поставить несколько гирь, например, по 20 кг;
- специально разработанные системы: например, в конвейерных весах ВКР10 предусмотрено использование рычага, который напрямую нагружает тензодатчик. При этом используются грузы небольшой массы, но из-за применения рычага нагрузка создается значительная, что дает возможность провести измерения практически во всем диапазоне работы конвейерных весов.

Принцип расчета погрешности зависит от конкретной реализации данного метода, поэтому формула вычисления погрешности не будет приведена. Метод реализуется следующим образом:

- грузоприемное устройство весов и дозаторов (или непосредственно тензодатчики) нагружают гирей или грузом → запускают транспортную ленту → через некоторое время ленту останавливают → производят вычисления погрешности, опираясь на расчетное показание массы (из-за создаваемой нагрузки) и фактически полученные результаты.

Преимущества метода. В сравнении с методом № 1 данный метод относительно прост в реализации. В сравнении с методом № 2 разбор весов не производится и устраняется влияющий фактор правильности монтажа

тензодатчика. При проведении работ транспортная лента работает на холостом ходу, что позволяет минимально учитывать ее состояние.

Недостатки метода. Не учитывается большое количество влияющих факторов: калибровка осуществляется при работающей, но ненагруженной транспортной ленте. Для транспортной ленты со множественными сочленениями металлическим крепежом эффективность калибровки данным методом мала: такая лента под нагрузкой реальным продуктом создает ударные нагрузки на весоизмерительном участке конвейерных весов (либо дозаторов), что приводит к существенному увеличению фактической погрешности измерения (зачастую выше 1–2 % от измеренной массы). Кроме того, при пустой транспортной ленте данный метод калибровки может дать результат измерения погрешности в пределах 0,5 %, что делает метод не применимым для достоверного контроля пройденной массы.

№ 4. Метод съема сыпучего материала с весоизмерительного участка преимущественно используется для калибровки конвейерных весов и будет рассмотрен только для данной процедуры. Метод реализуется следующим образом:

- конвейер останавливают при транспортировке продукта с линейной плотностью, близкой к минимальной (измеряют конвейерными весами) → фиксируют показания линейной плотности продукта → рулеткой измеряют расстояние в 500 ± 2 мм с обеих сторон от весоизмерительного ролика → с помощью специальных приспособлений осуществляют съем всего продукта → снятый продукт взвешивают на контрольных весах.

Поскольку снимается 1 м продукта, то данная масса приравнивается к линейной плотности фактически измеренного материала. Далее производят расчет относительной погрешности работы конвейерных весов δ , % по формуле

$$\delta = \frac{\text{ЛП}_\text{ф} - \text{ЛП}_\text{к}}{\text{ЛП}_\text{ф}} \cdot 100, \quad (4)$$

где δ – относительная погрешность работы конвейерных весов, %; $\text{ЛП}_\text{к}$ – линейная плотность продукта $\text{ЛП}_\text{к}$, кг/м; $\text{ЛП}_\text{ф}$ – линейная плотность фактически измеренного материала, кг/м.

Затем данные операции производят также для линейной плотности продукта, близкой к среднему и максимальному значениям работы конвейерных весов.

Преимущества метода. Калибровка производится на конвейере, заполненном реальным продуктом, и контроль осуществляется в различных точках нагрузки. Метод значительно менее трудозатратен, чем метод № 1, и учитывает влияющие факторы лучше, чем методы № 2 и № 3.

Недостатки метода. Контроль осуществляется при фактической работе конвейерных весов в рабочих условиях, однако измерение 1 м длины всей конвейерной ленты существенно снижает достоверность передачи единицы массы. В применении к транспортной ленте со множественными сочленениями металлическим крепежом многократно возрастает погрешность измерений конвейерных весов (аналогично недостаткам метода № 3). Кроме того, если на предприятии присутствуют дополнительно создаваемые вибрации (например, от другого оборудования), то съем материала дополнительно затруднен и может быть выполнен с дополнительной погрешностью.

№ 5. Метод использования имитаторов линейной плотности. Распространен для первичной настройки конвейерных весов и дозаторов. Значительно более достоверен, чем методы №№ 2–4.

Для передачи единицы массы используют различные имитаторы линейной плотности (далее ИЛП): роликовые цепи, резинокатаневую ленту на шариковых подшипниках, цепь из тележек (рис. 2) и др.

Предварительно на платформенных статических весах измеряют длину ИЛП. Затем вычисляют значение линейной плотности по формуле

$$\rho = \frac{M}{L}, \quad (5)$$

где ρ – значение линейной плотности, кг/м; M – полная масса ИЛП, взвешенная на весах, кг; L – длина ИЛП, измеренная рулеткой, м.

Далее ИЛП размещают на весоизмерительной зоне дозаторов или конвейерных весов, фиксируя с помощью тросов, чтобы при движении транспортной ленты ИЛП оставался

неподвижным. Приводят в движение транспортную ленту и через три полных оборота ленты производят расчет относительной погрешности по приведенным ниже формулам:

– для вычисления относительной погрешности дозаторов весовых непрерывного действия:

$$\delta = \frac{Q_3 \cdot T_i - \rho \cdot L_d \cdot N}{Q_{\text{нпп}} \cdot T_i} \cdot 100, \quad (6)$$

где δ – значение приведенной погрешности, %; Q_3 – заданное значение производительности, кг/ч; T_i – действительное значение времени имитации потока i -й контрольной точки, мин; L_d – длина ленты дозатора, м; N – число оборотов ленты; $Q_{\text{нпп}}$ – значение наибольшего предела производительности дозатора, кг/ч;

– для вычисления относительной погрешности конвейерных весов:

$$\delta = \frac{M_{\text{сч}} - \rho \cdot V \cdot t}{\rho \cdot V \cdot t} \cdot 100, \quad (7)$$

где δ – значение относительной погрешности конвейерных весов, %; $M_{\text{сч}}$ – разность показаний суммирующего устройства весов после окончания и перед началом отбора пробы, кг; V – скорость движения конвейерной ленты, м/с; t – время проведения измерений, с.

Достоверности передачи единицы массы добиваются, применяя несколько ИЛП с создаваемыми нагрузками, близкими к минимальной, средней и максимальной линейной плотности (производительности) рабочих СИ.

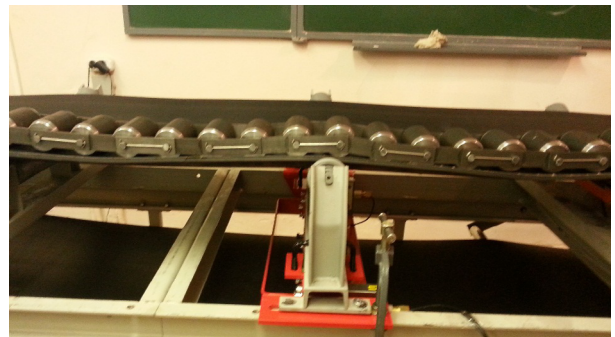


Рисунок подготовлен автором по собственным данным /
The figure is prepared by the author using their own data

Рис. 2. Калибровочные цепи фирмы Siemens Canada Limited, Канада

Fig. 2. Calibration chains from Siemens Canada Limited, Canada

Преимущества метода. Создаются близкие к рабочим условия. При проведении измерений происходит несколько оборотов ленты транспортера, что позволяет учитывать состояние всей ленты. Проведение процедуры не требует наличия тонн материала и вспомогательной техники (автомобилей, вагонов, экскаваторов).

Недостатки метода. Отсутствие контроля влияющих факторов, которые могут быть значимыми, в их числе – сила трения, которую ИЛП создает при работающей транспортной ленте. Так, на рис. 3 приведен ИЛП, который при работе в динамике быстро забивался грязью, вследствие чего возникало большое трение между ИЛП и транспортной лентой. В итоге разница между теоретическим значением линейной плотности и практической нагрузкой, создаваемой на весы, превышала 5 %. Даже в отсутствие у ИЛП подобных дефектов разница между теоретически вычисленным значением линейной плотности (формула (5)) и фактически найденным значением на эталонных конвейерных весах в динамическом режиме (см. метод № 6) составляет от 0,3 до 2 % в зависимости от конструкции имитатора.



Рисунок подготовлен автором по собственным данным /
The figure is prepared by the author using their own data

Рис. 3. Конвейерная лента со следами от имитатора линейной плотности, имеющего большое трение

Fig. 3. A conveyor belt with marks from a linear density simulator having high friction

№ 6. Метод использования эталона единицы массы 5-го разряда⁸. Устранить проблемы в применении ИЛП (метод № 5) призван альтернативный способ передачи единицы массы.

⁸ Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы : Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт) от 4 июля 2022 г. № 1622.

Метод предусматривает получение основных метрологических характеристик ИЛП (включая линейную плотность ρ) не в статическом режиме при помощи рулетки и весов, а на специально разработанном multifunctional испытательном стенде конвейерного типа МИСКТ-1 в динамическом режиме (рис. 4). Более подробно устройство эталона, принципы его действия и передачи единицы массы рассмотрены в статье [10].



Рисунок подготовлен автором по собственным данным /
The figure is prepared by the author using their own data

Рис. 4. Эталон единицы массы 5-го разряда и МИСКТ-1

Fig. 4. A 5th-class mass standard and MISCT-1

Процедура калибровки (и поверки) конвейерных весов и дозаторов непрерывного действия полностью аналогичны методу № 5.

Преимущества метода. Метод позволяет учитывать все выявленные значимые влияющие факторы, поэтому он был добавлен в ГПС массы⁹ и может применяться при поверке конвейерных весов или дозаторов. Метод также учитывает климатические факторы (аттестация эталона производилась при различных уровнях температуры и влажности ИЛП).

Недостатки метода. Отсутствие эталона единицы массы 5-го разряда с относительной погрешностью 0,15 %. В настоящее время существуют только эталоны с относительной погрешностью 0,3 %, передающий единицу массы для конвейерных весов и дозаторов с относительной погрешностью 1 % и более.

⁹ Там же.

Заключение

В условиях растущей автоматизации производства и увеличения числа дозаторов и конвейерных весов повышение точности измерений становится критически важным. В совокупности планомерные поверки и калибровки, учет всех влияющих на взвешивание и дозирование факторов обеспечивают соответствие ФЗ-102 и снижают риски для качества метрологической работы. В рамках настоящего исследования был проведен детальный сравнительный анализ различных методов калибровки и поверки дозаторов и весоизмерительных систем.

Информация по всем рассмотренным методам передачи единицы массы обобщена в табл. 1.

Профессиональная деятельность автора связана с реализацией метода № 6, основанного на использовании эталона единицы массы 5-го разряда¹⁰. Завершая обзор, метод № 6 представлен в сравнении с описанными в статье методами.

¹⁰ Государственный эталон единицы массы 5 разряда для весов непрерывного действия с диапазоном измерения массы свыше 100 кг, диапазоном измерения производительности свыше 500 кг/ч, диапазоном линейной плотности от 10 до 250 кг/м.

Таблица 1. Сводная информация о методах передачи единицы массы

Table 1. Summary of mass unit transfer methods

Метод	Преимущества (основные)	Недостатки (основные)	Влияющие факторы, которые метод не учитывает	Обеспечение достоверной прослеживаемости к ГЭТ-3
№ 1. Метод перевеса контрольной пробы	Условия, максимально близкие к производственной практике	Ресурсоемкий (вес контрольных проб – до 100 т)	Учитывает все установленные влияющие факторы	Да
№ 2. Метод калибровки тензодатчика	Не требует применения контрольной пробы	Учтены не все влияющие факторы; требуется эталон единицы силы (силоизмерительная машина); требуется продолжительная остановка оборудования; данная прослеживаемость является косвенной и неполной для всего СИ в сборе	Состояние конвейерной ленты; правильность установки тензодатчика	Прямую прослеживаемость не обеспечивает
№ 3. Метод нагружения тензодатчика при помощи дополнительных грузов	Проста и высокая скорость; учитывается влияние движения пустой конвейерной ленты	Учтены не все влияющие факторы; подходит только к конвейерным весам, где производитель предусмотрел данный метод; данная прослеживаемость является косвенной и неполной для всего СИ в сборе	Состояние нагруженной конвейерной ленты	Прямую прослеживаемость не обеспечивает

Окончание табл. 1

End of Table 1

Метод	Преимущества (основные)	Недостатки (основные)	Влияющие факторы, которые метод не учитывает	Обеспечение достоверной прослеживаемости к ГЭТ-3
№ 4. Метод съема сыпучего материала с весоизмерительного участка	Относительная простота и высокая скорость	Учтены не все влияющие факторы	Не учитывает состояние большей части конвейерной ленты; большое влияние точности измеренной длины снимаемого участка	Прямую прослеживаемость не обеспечивает
№ 5. Метод использования имитаторов линейной плотности	Может применяться на любых конвейерных весах и дозаторах; значительно проще пересыпания	Учтены не все влияющие факторы	Не учитывает силы, возникающие при использовании имитаторов в динамике (силу трения, реакцию опоры, качения и др.)	Прямую прослеживаемость не обеспечивает
№ 6. Метод использования эталона единицы массы 5-го разряда	Может применяться на любых конвейерных весах и дозаторах; значительно проще пересыпания; учитывает все установленные влияющие факторы; обеспечивает достоверность при прослеживаемости к ГЭТ-3	В настоящее время наилучшие эталоны имеют погрешность 0,3 %, что позволяет применять эталон только для поверки СИ с погрешностью 1 % и более	Учитывает все установленные влияющие факторы	Да

Таблица составлена автором / The table is prepared by the author

Итак, методы, основанные на использовании имитатора линейной плотности в сочетании с эталоном массы 5-го разряда (метод № 6) и контрольной пробы (метод № 1) являются наиболее точными и надежными. Данные методы обеспечивают передачу единицы массы в условиях, максимально приближенных к реальным, и учитывают все значимые влияющие факторы.

Метод № 6 позволил учесть дополнительные параметры, не рассматриваемые при

использовании традиционных имитаторов (метод № 5), что значительно повысило точность передачи единицы массы. Данный метод теперь допускается для поверки дозаторов и весов, расширив сферу применения метода.

Метод № 6 упростил процедуру поверки, расширив возможности для проведения испытаний в соответствии с ГОСТ 8.469–2002 и ГОСТ 8.005–2002, а также установив метрологическую прослеживаемость единицы массы до Международной системы единиц (SI),

что существенно повысило точность и надежность измерений.

Однако в настоящее время область применения метода № 6 ограничивается передачей единицы массы конвейерным весам и дозаторам, имеющим погрешность 1 % и более. В дальнейшем планируется провести усовершенствование метода и применяемых эталонов с целью передачи единицы массы более точным СИ, имеющим погрешность 0,5 % в различных производственных условиях.

Тем не менее, именно данный метод поверки, основанный на использовании эталона единицы массы 5-го разряда, заслуживает внимания прикладной науки. Имеющиеся преимущества позволяют тиражировать данный метод в промышленности и исследованиях, улучшая качество и достоверность измерений и расширяя применение дозаторов и весов.

Вклад автора: Автор подтверждает единичную 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 preparation of the manuscript.

Благодарности: Автор сердечно благодарит за предоставленные конструктивные замечания, способствовавшие улучшению содержания статьи, руководителя научно-исследовательской лаборатории госэталонов в области измерений массы и силы ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» И. Ю. Шмигельского, а также уважаемых рецензентов. Автор глубоко признателен сотрудникам лаборатории метрологии магнитных измерений и неразрушающего контроля УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» за помощь в проведении работ. Автор глубоко чтит наследие М. А. Малыгина, основоположника данного направления деятельности. Автор признает фундаментальную значимость математической модели, положенной в основу описанного в статье метода использования эталона единицы массы 5-го разряда, разработанной уважаемыми коллегами С. В. Медведевских, П. М. Ароновым, В. А. Фирсановым.

Acknowledgments: The author expresses his sincere gratitude for the constructive feedback, which greatly contributed to improving the content of the article, to I. Yu. Shmigelsky, Head of the Research Laboratory of State Standards in the Field of Mass and Force Measurements, the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), as well as the esteemed reviewers. The author is deeply grateful to the staff of the Laboratory of Magnetic Measurements and Non-Destructive Testing Metrology, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, for their assistance in conducting the research. The author profoundly honors the legacy of M. A. Malygin, the founder of this field of work. The author acknowledges the fundamental significance of the mathematical model underlying the method described the 5th-category mass unit standard described in the article, developed by respected colleagues S. V. Medvedevskikh, P. M. Aronov, V. A. Firsanov.

Конфликт интересов: Работа выполнена в рамках диссертационного исследования «Метод передачи единицы массы конвейерным весам и дозаторам непрерывного действия без использования контрольной пробы». Научный консультант: Шмигельский И. Ю., канд. техн. наук, руководитель научно-исследовательской лаборатории госэталонов в области измерений массы и силы ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». Об иных конфликтах интересов автор не заявлял.

Conflict of interest: The work was carried out within the dissertation research «Method of transferring a unit of mass to conveyor scales and continuous batchers without using a control sample». Scientific consultant: Shmigelsky I. Yu., Cand. Sci. (Eng.), Head of the Research Laboratory of State Standards in the Field of Mass and Force Measurements, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology. The author did not declare any other conflicts of interest.

Финансирование: Автор не получал финансовую поддержку для проведения исследования, авторства и публикации этой статьи.

Funding: The author received no financial support for the research, authorship, and publication of this article.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. НПП «МЕТРА»: системы взвешивания и дозирования сыпучих материалов // Информатизация и системы управления в промышленности. 2024. № 5 (113). С. 9–12.
2. Бучин И. Р. Системы весового учета для горнодобывающей отрасли // Уголь. 2017. № 2 (1091). С. 18–19.
3. Требования к эталонам единицы силы, применяемым для поверки большегрузных весов / И. Ю. Шмигельский [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2022. № 18 (3). С. 5–16. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-3-5-16>
4. Роль конвейеров в автоматической загрузке и разгрузке / Г. Гиллиева [и др.] // Символ науки. 2023. № 9–1. С. 75–77.
5. Ильин Д. Д. Конвейер, типы конвейеров и их особенности в производстве // Вестник науки. 2024. № 12–1 (81). С. 821–828.
6. Пронин А. Н. Классификация дозирующих устройств и их ключевая роль в производстве // Вестник НГИЭИ. 2023. № 9 (148). С. 43–50. <https://doi.org/10.24412/2227-9407-2023-9-43-50>
7. Комбинированная система управления дозатора непрерывного действия / А. В. Илюхин [и др.] // Вестник Московского автомобильно-дорожного государственного технического университета (МАДИ). 2014. № 2 (37). С. 102–105.
8. Фролов Н. В., Мосина Н. Н., Чилингарян Н. О. Анализ параметров дозатора-смесителя непрерывного действия // Вестник Башкирского государственного аграрного университета. 2013. № 2 (26). С. 112–115.
9. Алмасбаев С. С., Галин И. А. Конвейерные весы как элемент системы управления технологического процесса предприятия // Форум молодых ученых. 2022. № 4 (68). С. 20–25.
10. Результаты исследований нового метода для метрологического обеспечения измерений массы на конвейерных весах / П. М. Аронов [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2020. № 16 (4). С. 5–16. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2020-16-4-5-16>
11. Скрипка В. Л. Корреляционная обработка сигналов – резерв повышения точности работы конвейерных весов // Приборы. 2016. № 11 (197). С. 26–29.
12. Термодинамические условия оптимального взвешивания на конвейерных весах / В. А. Колесников [и др.] // Современные наукоемкие технологии. 2014. № 1. С. 90–91.
13. Прокофьев Е. А., Никольский А. Б. Повышение качества работы автоматических дозаторов непрерывного действия для сыпучих пищевых материалов // Известия высших учебных заведений. Пищевая технология. 1991. № 4–6 (203–205). С. 128–131.
14. Андреев А. Н., Вдовкин С. В. Процесс формирования потока семян и порошкообразных удобрений с применением дозатора непрерывного действия // Известия Оренбургского государственного аграрного университета. 2021. № 5 (91). С. 96–100.
15. Автоматические ленточные дозаторы для производства цемента / С. М. Абдурахмонов [и др.] // Universum: технические науки. 2021. № 10–1 (91). С. 80–82.
16. Determination of the optimal speed of movement of the conveyor belt of the prototype weighing belt batcher / D. Shilin [et al.]. In: Vasant P., Zelinka I., Weber G.-W. Intelligent computing and optimization. Lecture Notes in Networks and Systems, vol. 855. Springer: Cham; 2023. https://doi.org/10.1007/978-3-031-50158-6_12
17. Галин И. А. Поверка многоканальных конвейерных весов непрерывного действия // Измерительная техника. 2016. № 1. С. 26–29.
18. Донис В. К., Рачковский А. Е., Гудовская Н. Ю. Состояние и перспективы разработки способов поверки конвейерных автоматических весов непрерывного действия // Измерительная техника. 2003. № 9. С. 28–32.
19. Vardhan D. S. V. S., Narayan Y. S. Development of an automatic monitoring and control system for the objects on the conveyor belt. In: International Conference on Man and Machine Interfacing (MAMI), Bhubaneswar, India, 2015. P. 1–6. <https://doi.org/10.1109/MAMI.2015.7456594>
20. Мансур В., Першин В. Ф. Разработка метода весового непрерывного дозирования сыпучих материалов и анализ его реализации // Известия высших учебных заведений. Машиностроение. 2023. № 1 (754). С. 33–41. <https://doi.org/10.18698/0536-1044-2023-1-33-41>
21. Донис В. К., Галин И. А. Критерии оценки точности косвенного способа поверки конвейерных весов // Автоматика. Информатика. 2005. № 1–2 (16–17). С. 50–53.
22. Донис В. К., Рачковский А. Е., Син В. М. Оценка влияния длины конвейера на точность конвейерных весов // Измерительная техника. 2004. № 2. С. 33–36.
23. Требования к эталонам единицы силы, применяемым для поверки большегрузных весов / И. Ю. Шмигельский [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2022. Т. 18, № 3. С. 5–16. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-3-5-16>
24. Дозатор – интегратор расхода с релейной системой управления / Е. В. Марсова [и др.] // Наукоедение. 2015. Т. 7, № 5. С. 53TVN515.

25. Galin I. A., Donis V. K. Calibration of continuous conveyor-type weighers using reference weights without stoppage of the production process // *Measurement Techniques*. 2014. Vol. 57. P. 884–890. <https://doi.org/10.1007/s11018-014-0554-5>
26. Дистанционная калибровка динамических вагонных весов / Э. Ю. Чистяков [и др.] // Бюллетень результатов научных исследований. 2024. Вып. 4. С. 103–111. <https://doi.org/10.20295/2223-9987-2024-04-103-111>
27. Галин И. А., Донис В. К. Поверка конвейерных весов непрерывного действия эталонными грузами без останковки технологического процесса // *Измерительная техника*. 2014. № 8. С. 27–31.
28. Назаров В. Н., Павлов С. А. Метрологическое обеспечение весоизмерительной техники // *История науки и техники*. 2010. № 9. С. 64–68.
29. Явник П. М., Перишина С. В., Перишин В. Ф. Моделирование процесса непрерывного весового дозирования // *Вестник Тамбовского государственного технического университета*. 2012. Т. 18, № 4. С. 912–916.
30. Принципы организации связного дозирования многокомпонентных смесей / В. И. Марсов [и др.] // *Автоматизация и управление в технических системах*. 2017. № 1 (22). С. 4.
31. Технологические возможности дазаторов с регулирование по производительности / Ю. Э. Васильев [и др.] // *Строительные материалы*. 2015. № 1. С. 32–33.
32. Рогинский Г. А. Дозирование сыпучих материалов ; под ред. Б. И. Мордковича. М. : Химия, 1978. 124 с.
33. Алсайяд Т. Х. Весовое непрерывное дозирование сыпучих материалов: современное состояние и перспективы // *Современные наукоемкие технологии*. 2017. № 7. С. 12–17.
34. Алсайяд Т. Х. К., Перишин В. Ф., Баранов А. А. Совершенствование непрерывного весового дозирования при производстве и использовании углеродных наноматериалов // *Вестник Тамбовского государственного технического университета*. 2018. Т. 24, № 2. С. 344–353.
35. Борисов Н. А., Гематудинов Р. А., Марсов В. И. Измерительная система дозаторов непрерывного действия // Человеческий капитал как фактор инновационного развития общества : сборник статей Международной научно-практической конференции, Магнитогорск, 11 апреля 2019 г. / Магнитогорск : ОМЕГА САЙНС, 2019. С. 23–27.
36. Сечко Д. С. Влияние вибраций на дозирующие устройства непрерывного действия // Молодость. Интеллект. Инициатива : Материалы II Международной научно-практической конференции студентов и магистрантов, Витебск, 17–18 апреля 2014 года / Витебск : Витебский государственный университет им. П. М. Машерова, 2014. С. 48–49.
37. Поляков С. И., Ухин А. С., Чельшев С. Г. Автоматизация непрерывного дозирования компонентов бетонных смесей // *Информационные технологии в строительных, социальных и экономических системах*. 2020. № 2 (20). С. 27–32.
38. Кравченко И. А., Ермолин А. Ю. Факторы, влияющие на погрешность дозирования сыпучих материалов // *Известия высших учебных заведений. Северо-Кавказский регион. Технические науки*. 2005. № 2 (130). С. 113а–117.

REFERENCES

1. NPP «METRA»: weighing and dosing systems for bulk materials. *Informatizaciya i sistemy' upravleniya v promyshlennosti*. 2024;5(113):9–12. (In Russ.).
2. Buchin I. R. Weight estimate systems for the mining industry. *Ugol'*. 2017;2(1091):18–19. (In Russ.).
3. Shmigelsky I. Yu., Andreev D. V., Ostrivnoi A. F., Sychev V. V. Requirements for force standards used for verification of heavy scales. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2022;18(3):5–16. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-3-5-16>
4. Gillieva G., Atakhanova M., Ataev R., Vapaev A. Role of conveyors in automatic loading and unloading. *Symbol of science*. 2023;9–1:75–77. (In Russ.).
5. Ilyin D. D. Conveyor, types of conveyors and their features in production. *Vestnik nauki*. 2024;12–1(81):821–828. (In Russ.).
6. Pronin A. N. Classification of dosing devices and their key role in production. *Bulletin Nizhny Novgorod State Engineering and Economic University*. 2023;9(148):43–50. (In Russ.). <https://doi.org/10.24412/2227-9407-2023-9-43-50>
7. Iluhin A. V., Marsov V. I., Kolbasin A. M., Dinh A. N. Combined control dispenser is continuously action. *Vestnik Moskovskogo avtomobil'no-dorozhnogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta (MADI)*. 2014;2(37):102–105. (In Russ.).
8. Frolov N. V., Mosina N. N., Chilingaryan N. O. Analysis of parameters of the batcher mixer of continuous action. *Bulletin of Bashkir State Agrarian University*. 2013;2(26):112–115. (In Russ.).
9. Almasbayev S. S., Galin I. A. Conveyor scales as an element of the control system of the technological process of the enterprise. *Forum molody'x ucheny'x*. 2022;4(68):20–25. (In Russ.).

10. Aronov P. M., Medvedevskikh S. V., Firsanov V. A., Ostrivnoy A. F., Shmigelsky I. Yu., Kotliarov R. Yu. Results of researches for new method for metrological assurance of mass measurements on conveyor weigher. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2020;16(4):5–16. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2020-16-4-5-16>
11. Skripka V. L. Correlation signal processing is a reserve for improving the accuracy of conveyor scales. *Instruments*. 2016;11(197):26–29. (In Russ.).
12. Kolesnikov V. A., Yurov V. M., Ismailov Zh. T., Baisagov Ya. Zh. Thermodynamic conditions for optimal weighing on conveyor scales. *Modern high technologies*. 2014;1:90–91. (In Russ.).
13. Prokofiev E. A., Nikolsky A. B. Improving the quality of continuous automatic dispensers for bulk food materials. *Izvestiya vuzov. Food technology*. 1991;4–6(203–205):128–131. (In Russ.).
14. Andreev A. N., Vdovkin S. V. The process of forming a flow of seeds and powdered fertilizers using a continuous metering unit. *Izvestia Orenburg State Agrarian University*. 2021;5(91):96–100. (In Russ.).
15. Abduraxmonov S. M., Sayitov S. S. U., Sobirjoniy A. A. U., Abdumutalov D. A. U. Automatic belt dispensers for cement production. *Universum: texnicheskie nauki*. 2021;10–1(91):80–82. (In Russ.).
16. Shilin D., Shestov D., Vasiliev A., Moskvina V. Determination of the optimal speed of movement of the conveyor belt of the prototype weighing belt batcher. In: Vasant, P., et al. *Intelligent Computing and Optimization*. ICO 2023. Lecture Notes in Networks and Systems, vol. 855. Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-031-50158-6_12
17. Galin I. A. Verification of continuous multichannel belt-conveyor weighers. *Measurement Techniques*. 2016;1:26–29. (In Russ.).
18. Donis V. K., Rachkovsky A. E., Gudovskaya N. Y. The state and prospects of development of methods of verification of conveyor automatic scales of continuous action. *Measurement Techniques*. 2003;9:28–32. (In Russ.).
19. Vardhan D. S. V. S., Narayan Y. S. Development of an automatic monitoring and control system for the objects on the conveyor belt. In: *International Conference on Man and Machine Interfacing (MAMI)*, Bhubaneswar, India; 2015. P. 1–6. <https://doi.org/10.1109/MAMI.2015.7456594>
20. Mansur V., Pershin V. F. Development of a method for weight continuous dosing of bulk materials and its implementation analysis. *BMSTU Journal of Mechanical Engineering*. 2023;1(754):33–41. (In Russ.). <https://doi.org/10.18698/0536-1044-2023-1-33-41>
21. Donis V. K., Galin I. A. Criteria of estimating conveyor scales calibration indirect method accuracy. *Automatics. Informatics*. 2005;1–2(16–17):50–53. (In Russ.).
22. Donis V. K., Rachkovskii A. E., Sin V. M. How the conveyor belt length affects belt weigher accuracy. *Measurement Techniques*. 2004;2:33–36. (In Russ.).
23. Shmigelsky I. Yu., Andreev D. V., Ostrivnoi A. F., Sychev V. V. Requirements for force standards used for verification of heavy scales. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2022;18(3):5–16. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-3-5-16>
24. Marsova E. V., Kolbasin A. M., Kochetkov A. V., Seleznyov V. S., Carkov D. S., Buoy K. Tkh. The batcher – the expense integrator with a relay control system. *Naukovedenie*. 2015;7(5):53TVN515. (In Russ.).
25. Galin I. A., Donis V. K. Calibration of continuous conveyor-type weighers using reference weights without stoppage of the production process. *Measurement Techniques*. 2014;57:884–890. <https://doi.org/10.1007/s11018-014-0554-5>
26. Chistyakov E. Yu., Pavlov A. Yu., Nuriev A. G., Afanas'ev V. V., Grenader Ya A. Remote calibration of dynamic wagon scales. *Bulletin of scientific research results*. 2024;4:103–111. (In Russ.). <https://doi.org/10.20295/2223-9987-2024-04-103-111>
27. Galin I. A., Donis V. K. Calibration of continuous conveyor-type weighers using reference weights without stoppage of the production process. *Measurement Techniques*. 2014;57:27–31. (In Russ.).
28. Nazarov V. N., Pavlov S. A. Metrological support of weighing equipment. *Istoriya nauki i tekhniki [History of science and Engineering]*. 2010;9:64–68. (In Russ.).
29. Yavnik P. M., Pershina S. V., Pershin V. F. Modeling of continuing weight feeding. *Transactions of the Tambov State Technical University*. 2012;18(4):912–916. (In Russ.).
30. Marsov V. I., Gematudinov R. A., Ilyukhin A. V., Marsova E. V. Principles of organization of coherent dosing of multicomponent mixtures. *Avtomatizatsiya i upravlenie v texnicheskix sistemax*. 2017;1(22):4. (In Russ.).
31. Vasiliev Yu. E., Ilyukhin A. V., Kolbasin A. M., Marsov V. I., Din An. N. Technological capabilities of batchers with capacity regulation. *Stroitel'nye Materialy*. 2015;1:32–33. (In Russ.).
32. Roginsky G. A. Dosing of bulk materials. B. I. Mordkovich. Moscow: Ximiya; 1978. 124 p. (In Russ.).
33. Alsayyad T. Kh. Weigh continuous feeding of bulk materials: modern condition and prospects. *Sovremennyye naukoemkie tekhnologii*. 2017;7:12–17. (In Russ.).
34. Alsaad T. Kh. K., Pershin V. F., Baranov A. A. Improvement of continuous weighing dosage in manufacture and use of carbon nanomaterials. *Transactions of the Tambov State Technical University*. 2018;24(2):344–353. (In Russ.). <https://doi.org/10.17277/vestnik.2018.02.pp.344-353>

35. Borisov N. A., Gematudinov R. A., Marsov V. I. Measuring system of continuous dispensers. In: *Human capital as a factor of innovative development of society : Collection of articles of the International Scientific and Practical Conference*, 11 April 2019, Magnitogorsk, Russia. Magnitogorsk: OMEGA SCIENCES; 2019. P. 23–27. (In Russ.).
36. Sechko D. S. The effect of vibrations on continuous metering devices. In: *Youth. Intelligence. Initiative : Proceedings of the II International Scientific and Practical Conference of Students and Undergraduates*, 17–18 April 2014, Vitebsk, Russia. Vitebsk: Vitebsk State University named after P. M. Masherov; 2014. P. 48–49. (In Russ.).
37. Polyakov S. I., Ukhin A. S., Chelyshev S. G. Automation of continuous dosing of concrete components. *Information technologies in construction, social and economic systems*. 2020;2(20):27–32. (In Russ.).
38. Kravchenko I. A., Ermoolin A. Yu. Factors influencing the error in dosing of bulk materials. *Bulletin of Higher Educational Institutions. North Caucasus Region. Technical Sciences*. 2005;2(130):113a-117. (In Russ.).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Замятин Денис Сергеевич – заместитель заведующего лабораторией метрологии магнитных измерений и неразрушающего контроля УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ имени Д. И. Менделеева»
620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: lab261@uniim.ru
<https://orcid.org/0000-0003-0597-9169>

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Denis S. Zamyatin – Deputy Head of the Laboratory of Metrology of Magnetic Measurements and Non-Destructive Testing, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology
4 Krasnoarmeyskaya st., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: lab261@uniim.ru
<https://orcid.org/0000-0003-0597-9169>

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Научная статья

УДК 006.915:543.544:664

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-124-137>



Газохроматографическая методика определения массовой концентрации акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах

Н. В. Шелехова  

Всероссийский научно-исследовательский институт пищевой биотехнологии – филиал ФГБУН «Федеральный исследовательский центр питания, биотехнологии и безопасности пищи», г. Москва, Россия

 4953610101@mail.ru

Аннотация: *Введение.* Акролеин – один из широко распространенных токсикантов. В условиях хронической интоксикации оказывает общераздражающее, аллергенное, мутагенное, канцерогенное, эмбриотоксическое воздействие на организм человека. Акролеин может содержаться в алкогольных напитках, некоторых продуктах питания, включая жиры и масла для жарки. Обзор научной литературы выявил значительные пробелы в знаниях о содержании акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах, что объясняется недостаточной разработанностью надежных аналитических методик его определения. Содержание акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах нормативной документацией не регламентировано, что послужило предпосылкой проведения настоящего исследования. *Цель исследования.* Разработать экспрессную методику качественного и количественного определения акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах с применением метода газовой хроматографии. *Объекты и методы исследования.* Объектами исследования послужили модельные и градуировочные растворы акролеина, двадцати образцов фруктовых и зерновых дистиллятов. Аналитические исследования проводили на газовом хроматографе Agilent 6850 с пламенно-ионизационным детектированием. Для обработки хроматографических данных использовали программное обеспечение ChemStation A.10.02.

Результаты и обсуждение. В ходе исследований подобраны оптимальные режимы хроматографирования, обеспечивающие экспрессное определение содержания акролеина в диапазоне массовых концентраций 0,3–10 мг/дм³ в зерновых и фруктовых дистиллятах без предварительной пробоподготовки за 4–5 мин. Установлена стабильность показателей «время удерживания» и «площадь пика» для акролеина. Экспериментально подтверждено, что градуировочный график для акролеина обладает линейной зависимостью в диапазоне массовых концентраций 0,3–10 мг/дм³. Найдена корреляционная зависимость между концентрацией пробы и откликом детектора, коэффициент корреляции R^2 составляет не менее 0,99. Границы относительной погрешности разработанной методики при доверительной вероятности $P=0,95$ в диапазоне массовых концентраций от 0,3 до 10 мг/дм³ не превышают 28%.

Выводы. Предложен новый методический подход к определению акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах, базирующийся на применении метода газовой хроматографии. В результате проведенных исследований разработана, аттестована и внедрена в промышленность «Методика измерений массовой концентрации акролеина в дистиллятах и спиртных напитках, приготовленных на их основе, методом газовой хроматографии». Применение разработанной методики позволит получать

новые экспериментальные данные о химическом составе спиртных напитков и будет способствовать повышению качества и безопасности алкогольной продукции.

Ключевые слова: акролеин, зерновые и фруктовые дистилляты, газовая хроматография, методика измерений, стандартные образцы, контроль качества и безопасности

Принятые сокращения: ВЭЖХ – высокоэффективная жидкостная хроматография; ГРСИ РФ – Государственный реестр средств измерений (Госреестр СИ); ГСО – стандартные образцы утвержденного типа; ГХ – газовая хроматография; МИ – методика измерений; МСО – межгосударственные стандартные образцы; ОСО – отраслевые стандартные образцы; ПИД – пламенно-ионизационный детектор; СО – стандартные образцы; СОП – стандартные образцы предприятий; ЯМР – ядерный магнитный резонанс.

Для цитирования: Шелехова Н. В. Газохроматографическая методика определения массовой концентрации акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах // Эталон. Стандартные образцы. 2025. Т. 21, № 3. С. 124–137. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-124-137>

Статья поступила в редакцию 25.02.2025; одобрена после рецензирования 21.07.2025; принята к публикации 25.09.2025.

MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

Research Article

Gas Chromatographic Method for Determination of Mass Concentration of Acrolein in Grain and Fruit Distillates

Natalya V. Shelekhova  

Russian Scientific Research Institute of Food Biotechnology – Affiliated Branch of the Federal Research Center
of Nutrition, Biotechnology and Food Safety, Moscow, Russia

 4953610101@mail.ru

Abstract: Introduction. Acrolein is one of the most widespread toxicants. Under conditions of chronic intoxication, it has a general irritant, allergenic, mutagenic, carcinogenic, embryotoxic effect on the human body. Acrolein can be found in alcoholic beverages, some food products, including fats and frying oils. A review of scientific literature revealed significant knowledge gaps about the acrolein content in grain and fruit distillates, which is explained by the insufficient development of reliable analytical methods for its determination. The content of acrolein in grain and fruit distillates is not regulated by regulatory documents, which served as a prerequisite for conducting this study.

Objective of the study. To develop an express method for the qualitative and quantitative determination of acrolein in grain and fruit distillates using the gas chromatography method.

Objects and methods of the study. The objects of the study were model and calibration solutions of acrolein of 20 samples of fruit and grain distillates. Analytical studies were performed on a gas chromatograph Agilent 6850 with flame ionization detection. ChemStation A.10.02 software was used to process the measurements.

Results and discussion. In the study, optimal chromatography modes were selected that ensure express determination of acrolein content in the mass concentration range of 0.3–10 mg/dm³ in grain and fruit distillates without preliminary sample preparation in 4–5 min. The stability of the „retention time“ and „peak area“ parameters for acrolein was established. It was experimentally confirmed that the calibration graph for acrolein has a linear dependence in the mass concentration range of 0.3–10 mg/dm³. A correlation dependence between the sample concentration and the detector response was found, the correlation coefficient R^2 is not less than 0.99. As a result of studies, a method for the qualitative and quantitative determination of acrolein in grain and fruit distillates was developed. The limits of relative error of the developed method with a confidence of $P = 0.95$ in the range of mass concentrations from 0.3 to 10 mg/dm³ are less than 28 %.

Conclusions. A new methodological approach to determining acrolein in grain and fruit distillates based on the gas chromatography method is proposed. The conducted research is the basis for the development of a metrologically certified method for the qualitative and quantitative determination of acrolein in alcoholic beverages and the development of reference materials to improve the measurement accuracy.

The development of this research area will provide new experimental data on the chemical composition of alcoholic beverages and will improve the quality and safety of alcoholic beverages.

Keywords: acrolein, grain and fruit distillates, gas chromatography, measurement methods, reference materials, quality and safety control

Abbreviators used: RM – reference material; IRM – interstate reference material; GSO – certified reference material; IRM – industry reference material; MP – measurement procedure, FID – flame ionization detector, GC – gas chromatography, HPLC – high-performance liquid chromatography, NMR – nuclear magnetic resonance, SRMI RF – State Register of Measuring Instruments

For citation: Shelekhova N. V. Gas chromatographic method for determination of mass concentration of acrolein in grain and fruit distillates. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2025;21(3):124–137. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-124-137>

The article was submitted 25.02.2025; approved after reviewing 21.07.2025; accepted for publication 25.09.2025.

Введение

Акролеин – простейший ненасыщенный альдегид, бесцветная летучая жидкость с желтоватым оттенком, неприятным резким едким запахом пригорелых жиров – является лакризатором, обладает высокой токсичностью и относится к 2-му классу опасности [1]. Акролеин нашел широкое применение в химической, фармацевтической, текстильной, электротехнической промышленности, сельском хозяйстве применяется в качестве биоцида, является распространенным загрязнителем окружающей среды. К наиболее значимым источникам загрязнения относят пожары и выхлопные газы двигателей внутреннего сгорания, приготовление продуктов питания [2, 3].

Акролеин оказывает негативное воздействие на организм человека, провоцируя возникновение и развитие многочисленных заболеваний, в том числе болезни Альцгеймера, сердечно-сосудистых и респираторных заболеваний,

сахарного диабета, рассеянного склероза. Акролеин считается одним из наиболее токсичных и вредных компонентов сигаретного дыма. К группе высокого риска среди населения относятся курильщики табака и электронных сигарет [4].

Акролеин содержится в некоторых продуктах питания, включая жиры и масла для жарки. Широкое распространение акролеина в пищевых продуктах в основном связано с жаркой, выпечкой и ферментацией. Установлено, что содержание акролеина в пищевых продуктах существенно различается в зависимости от видов продуктов и условий их обработки. Всемирная организация здравоохранения определяет допустимое ежедневное потребление акролеина человеком в количестве 7,5 мкг на один килограмм массы тела [5].

Употребление алкогольных напитков является одним из путей проникновения акролеина в организм человека. Например, негативное

воздействие акролеина при употреблении игристых вин доказано проведенными исследованиями [6]. Акролеин может образовываться в ходе биотехнологических процессов брожения производств из глицерина при ферментации *Bacillus amarusylus* [7]. Бактерии, такие как *Lactobacillus*, являются производителями акролеина в вине [8]. Нагревание и кислый pH способствуют образованию акролеина [9]. Некоторые исследователи полагают, что при производстве спирта этилового ректификованного акролеин образуется в процессе водно-тепловой обработки сырья при поджаривании жиров, присутствующих в исходном сырье, а также в ходе технологического процесса ректификации [10–12].

Многочисленные научные труды посвящены исследованиям в области разработки и применения инструментальных методик определения акролеина в алкогольной продукции. Методом газовой хромато-масс-спектрометрии акролеин был обнаружен в коньяках в диапазоне массовых концентраций 1,42–2,23 мг/дм³ [13]. Методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с флуориметрическим детектированием акролеин в диапазоне массовых концентраций 0,67–11,10 мг/дм³ найден в шотландском виски [14]. Методом газовой хроматографии с времяпролетным масс-спектрометрическим детектированием в виноградном сусле и вине идентифицирован акролеин в диапазоне концентраций 0,001–0,001 5 мг/дм³ [15]. Методом ядерного магнитного резонанса в сидре выявлен акролеин в диапазоне концентраций 0,002 3–0,032 0 мг/дм³. Методом газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием определен акролеин в пиве 0,002 5–0,005 4 мг/дм³ [16].

На основании анализа литературных источников [5, 9, 13–16] можно сделать вывод, что наибольшие концентрации акролеина в исследованных напитках обнаружены в коньяках 1,42–2,23 мг/дм³ и виски 0,67–11,10 мг/дм³. Вероятно это объясняется высокими температурами в ходе технологического процесса дистилляции, которые могут вызвать термическое разложение или нежелательные реакции.

Содержание акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах нормативной документацией не регламентировано, что, по всей видимости,

связано с недостаточной разработанностью методики его идентификации [17–19]. Для разработки нормируемых показателей по акролеину необходима аттестованная методика измерений, поэтому создание высокоточной методики определения акролеина в спиртных напитках является важной аналитической задачей, решение которой будет способствовать повышению безопасности алкогольной продукции. Кроме того важно отметить, что на сегодняшний день в подсистеме ФИГС «Аршин»¹ отсутствуют стандартные образцы с аттестованной характеристикой массовой концентрации акролеина.

Цель исследования – на основе метода газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием разработать экспрессную методику идентификации и количественного определения акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах.

Материалы и методы

В качестве *объектов исследований* выступали модельные и градуировочные растворы акролеина в диапазоне концентраций от 0,10 до 10,0 мг/дм³, образцы зерновых и фруктовых дистиллятов, полученные в лабораторных и производственных условиях.

Реактивы и реагенты: акролеин кат. № CS-T-01276 (Clearsynth, Индия) с содержанием основного вещества не менее 99 %. В качестве растворителя использовали спирт этиловый ректификованный сорта «Люкс» по ГОСТ 5962–2013². Для приготовления водно-спиртовых растворов использовали дистиллированную воду по ГОСТ Р 58144–2018³.

Приготовление модельных растворов. Приготовление растворов проводили в лабораторных условиях в вытяжном шкафу при температуре окружающего воздуха (20 ± 2) °С. Готовили 6 уровней модельных растворов с массовой концентрацией акролеина 0,10; 0,25; 0,50; 1,0; 5,0; 10,0 мг/дм³. Готовили 3 уровня градуировочных растворов с массовой

¹ «Аршин» – ФИГС «Аршин» (подсистема Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений).

² ГОСТ 5962–2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия.

³ ГОСТ Р 58144–2018 Вода дистиллированная. Технические условия.

концентрацией акролеина 0,84; 4,80; 8,4 мг/дм³. Колбы мерные исполнение 2-500-2 и 2-1000-2 по ГОСТ 1770–74⁴. Микродозаторы одноканальные Biohit (Финляндия) переменным объемом 0,025–0,2 и 0,005–0,01 см³ с относительной погрешностью в диапазоне дозируемого объема не более $\pm 0,8$ и $\pm 2,5$ % соответственно.

Оборудование. Использовали газовый хроматограф Agilent модель 6850 А с автоматическим устройством для ввода проб G2613А и ПИД с пределом детектирования не более $5 \cdot 10^{-12}$ гС/с и уровнем флуктуационных шумов нулевого сигнала $1 \cdot 10^{-13}$ рА (Agilent Technologies, США)⁵. Разделение компонентов проводили на капиллярной колонке высокой полярности HP-FFAP (полиэтиленгликоль, модифицированный нитротерефталевой кислотой) кат. № 19091F-115E (Agilent Technologies, США) с толщиной неподвижной фазы 0,5 мкм, длиной 50 м, внутренним диаметром 0,32 мм.

Для обработки результатов измерений применяли программное обеспечение Agilent ChemStation для GC Верс. А.10.02 [1757] (Agilent Technologies, США). Уровень защиты встроенного программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений «высокий» в соответствии с Р 50.2.077-2014⁶. Цифровой идентификатор ПО C928DFBAA981244EDD1F0DC96A63A58D. Алгоритм вычисления MD5. Влияние программного обеспечения хроматографа учтено при нормировании метрологических характеристик разрабатываемой методики.

Результаты измерений получали не менее чем в двух повторностях. За окончательный результат принимали среднеарифметическое значение ($C_{\text{ср}}$, мг/дм³) двух параллельных определений массовой концентрации акролеина, полученное в условиях повторяемости, если выполнялось условие приемлемости по формуле

$$\frac{2 \cdot |C_{i1} - C_{i2}| \cdot 100}{(C_{i1} + C_{i2})} \leq r_i, \quad (1)$$

где 2 – число параллельных определений; C_{i1} , C_{i2} – результаты параллельных определений содержания i -го вещества в анализируемой пробе, мг/дм³; r_i – значение предела повторяемости i -го вещества, %; 100 – множитель для пересчета в проценты.

Для предварительной математической обработки и визуализации экспериментальных данных использовали программное обеспечение Microsoft Office Excel 2016.

Обсуждение результатов

На первом этапе работ проводили исследования по подбору оптимальных режимных параметров работы хроматографа. Для отработки условий хроматографирования готовили модельные растворы акролеина с массовой концентрацией 0,10; 0,25; 0,50; 1,0; 5,0; 10,0 мг/дм³. Приготовление растворов проводили в лаборатории, оборудованной приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с ГОСТ 12.1.007–76⁷. Границы относительной погрешности приготовления растворов (при $P = 0,95$) составляли не более 5 %.

В ходе работ изучен ряд параметров, оказывающих влияние на хроматографическое разделение акролеина. Общеизвестно, что объем вводимой пробы оказывает значительное влияние на результаты анализа. Объем вводимой пробы подбирается с учетом чувствительности детектора и сорбционной емкости колонки. Температура испарителя оказывает влияние на процесс испарения пробы и должна устанавливаться выше температуры кипения наиболее высококипящих компонентов. Коэффициент деления потока в испарителе определяет, какая часть пробы попадает в капиллярную колонку, при этом слишком большой сброс будет снижать чувствительность, а слишком маленький приведет к перегрузке колонки. Оптимальная скорость потока газа-носителя подбирается опытным путем. Увеличение скорости потока газа-носителя азота может приводить к снижению эффективности колонки.

⁷ ГОСТ 12.1.007–76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

⁴ ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

⁵ Внесен в ГРСИ РФ рег. № 82089–21. Межповерочный интервал 1 раз в год, свидетельство о поверке № С-ДЫТ/11–03–2024/322541148.

⁶ Р 50.2.077-2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Испытания средств измерений в целях утверждения типа. Проверка защиты программного обеспечения.

Нижний температурный предел работы капиллярной колонки для газовой хроматографии ограничивается температурой плавления жидкой фазы, верхний предел – летучестью жидкой фазы и чувствительностью детектора. Рекомендуемые скорости потока вспомогательных газов для пламенно-ионизационного детектора составляют: 200–400 мл/мин – для воздуха; 20–40 мл/мин – для водорода. Температура детектора не должна быть ниже температуры колонки [20–23].

При подборе оптимальных режимов работы газового хроматографа варьировали следующие параметры: объем ввода пробы, коэффициент деления потока, температура испарителя, скорость потока газа-носителя и вспомогательных газов, температура детектора. В результате проведенных исследований, на основании анализа научных источников, собственных исследований и накопленного опыта по подбору режимов разделения целевых компонентов предложены оптимальные режимные параметры (табл. 1).

С применением подобранных условий получены хроматограммы модельных растворов акролеина с массовой концентрацией 0,10; 0,25; 0,50; 1,0; 5,0; 10,0 мг/дм³. В качестве иллюстрации на рис. 1 изображена хроматограмма

модельного раствора акролеина с массовой концентрацией 10,0 мг/дм³.

Интерпретация полученных хроматограмм показала, что пики целевого компонента симметричны, форма максимально приближена к гауссовой кривой с достаточной полнотой разрешения, соотношение пика к уровню шума составляет не менее чем 3:1.

На втором этапе работ проводили построение калибровочных зависимостей. Прибор

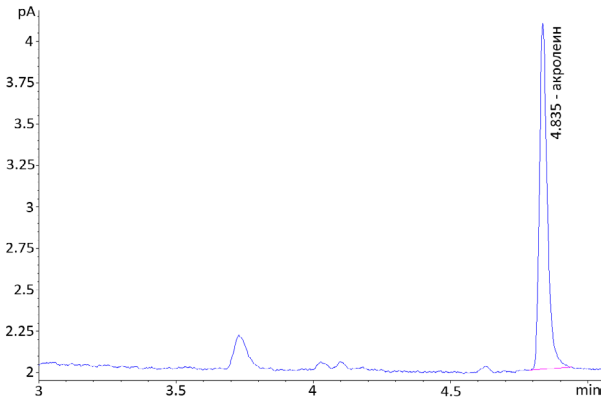


Рисунок подготовлен автором по собственным данным / The figure is prepared by the author using their own dat

Рис. 1. Хроматограмма модельного раствора акролеина массовой концентрацией 10,0 мг/дм³
Fig. 1. Chromatogram of a model solution of acrolein with a mass concentration of 10.0 mg/dm³

Таблица 1. Режимные параметры работы хроматографа для определения акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах
Table 1. Operating parameters of the chromatograph for determining acrolein in grain and fruit distillates

Варьируемые параметры	Выбранные параметры
Объем ввода пробы, мкл.	0,2–1,0
Коэффициент деления потока в испарителе, ед.	20:1, 25:1
Температура испарителя, °C	110–130
Температура детектора, °C	200–220
Скорость потока газа-носителя азота, мл/мин	1,2–1,4
Скорость потока водорода, мл/мин	20–30
Скорость потока воздуха, мл/мин	200–300
Температура термостата колонок, °C	70–80
Время анализа, мин	5–6

Таблица составлена автором по собственным данным / The table is prepared by the author using their own dat

градуировали по искусственным смесям методом абсолютной градуировки. Градуировку прибора выполняли в диапазоне предполагаемых концентраций акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах, используя 6 уровней модельных растворов с массовой концентрацией акролеина 0,10; 0,25; 0,50; 1,0; 5,0; 10,0 мг/дм³.

С применением программного обеспечения, входящего в состав хроматографической системы, записывали хроматограммы анализа каждого градуировочного раствора, регистрировали время удерживания и площади пиков. На рис. 2 представлен градуировочный график акролеина в диапазоне концентраций 0,10–10,0 мг/дм³.

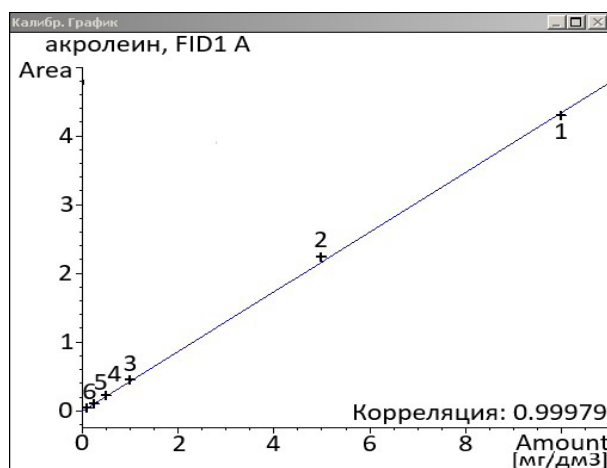


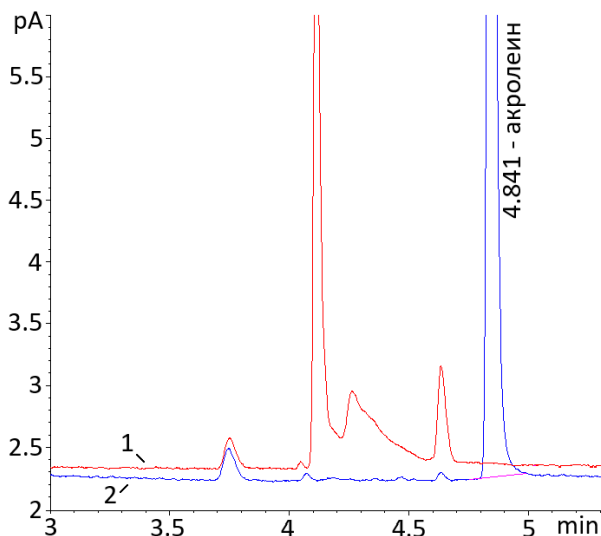
Рисунок подготовлен автором по собственным данным /
The figure is prepared by the author using their own data

Рис. 2. Градуировочный график для акролеина
Fig. 2. Calibration graph for acrolein

Установлено, что градуировочный график для акролеина в координатах «концентрация – площадь пика» обладает линейной зависимостью в диапазоне массовых концентраций 0,1–10,0 мг/дм³, коэффициент корреляции R^2 составляет 0,999 79.

На следующем этапе исследований в целях выявления возможного матричного эффекта проведен анализ 10 образцов фруктовых и 10 образцов зерновых дистиллятов. На рис. 3 представлены совмещенные хроматограммы модельного раствора акролеина и хроматограммы зернового дистиллята.

На рис. 3 показано, что хроматографических наложений, препятствующих определению акролеина, не обнаружено. Таким образом,



1 – зерновой дистиллят, 2 – модельный раствор акролеина

Рисунок подготовлен автором по собственным данным /
The figure is prepared by the author using their own data

Рис. 3. Совмещенные хроматограммы зернового дистиллята и модельного раствора акролеина
Fig. 3. Combined chromatograms of grain distillate and model solution of acrolein

анализ полученных в ходе проведенных исследований хроматограмм подтвердил отсутствие негативного влияния матрицы на идентификацию и количественное определение акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах.

Для оценки возможного влияния матричного эффекта на показатель «время удерживания» проводили серию опытов с использованием 20 реальных проб зерновых и фруктовых дистиллятов. В ходе исследований экспериментально подтверждено: дрейф времени удерживания, вызванный повторными вводами проб, отсутствует, а значения коэффициента вариации не превышают 3 %, что свидетельствует об отсутствии влияния матрицы.

На четвертом этапе исследовали стабильность показателей «время удерживания» и «площадь пика». Важно отметить, что отсутствие сомнительных результатов (промахов) при наблюдениях является одним из важнейших условий правильного применения статистических оценок. Обычно промахи выявляются при статистической обработке результатов измерений и их целесообразно исключать из расчетов [22]. Выявление промахов следует проводить до определения погрешностей

измерений. Поэтому при проведении расчетов стабильности показателей «площадь пика» и «время удерживания» в целях отсеивания сомнительных результатов исключали минимальное и максимальное значения.

Для оценки стабильности проводили серию экспериментов с использованием модельных растворов с массовой концентрацией акролеина 0,10; 0,25; 0,50; 1,0; 5,0; 10,0 мг/дм³. Основные результаты исследований приведены на рис. 4 и 5.

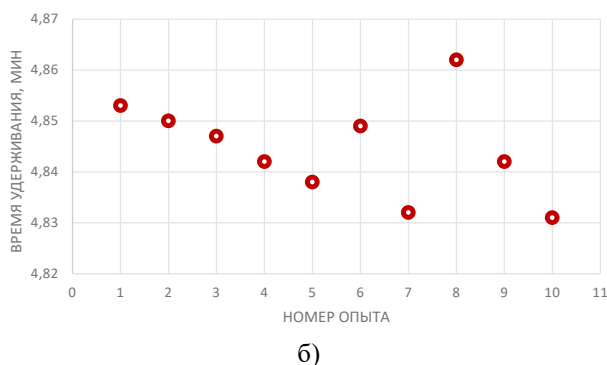
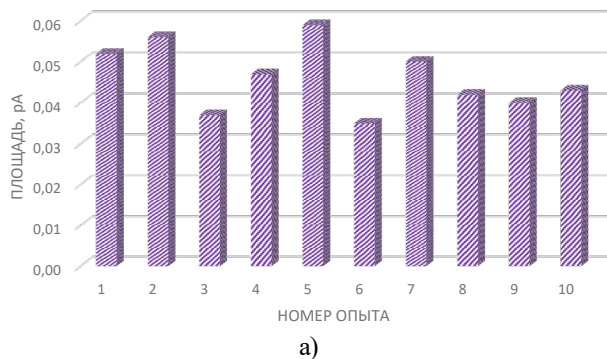


Рисунок подготовлен автором по собственным данным /
The figure is prepared by the author using their own data

Рис. 4. Результаты исследования стабильности показателя: а) площадь пика, б) время удерживания для модельного раствора с массовой концентрацией акролеина 0,1 мг/дм³

Fig. 4. Results of the stability study of the indicator: а) peak area, б) retention time for a model solution with a mass concentration of acrolein of 0.1 mg/dm³

После исключения минимального и максимального значений анализ полученных результатов показал: среднее арифметическое значение для модельного раствора, содержащего 0,1 мг/дм³ акролеина, по параметру «время удерживания» – 4,844 мин, максимальное относительное расхождение – 0,25 %, минимальное – 0,18 %. Среднее арифметическое значение

по параметру «площадь пика» – 0,046 pA, максимальное относительное расхождение – 21,4 %, минимальное – 19,9 %.

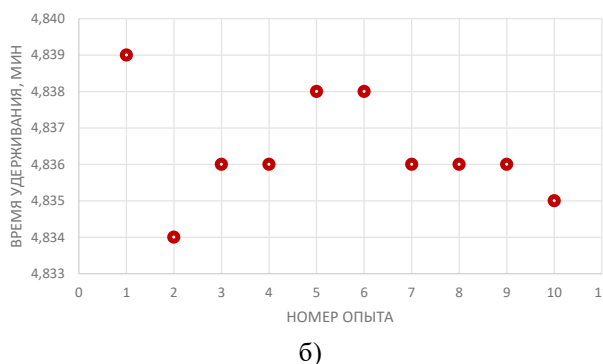
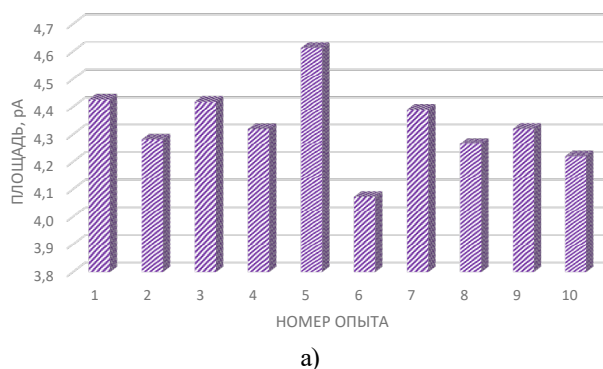


Рисунок подготовлен автором по собственным данным /
The figure is prepared by the author using their own data

Рис. 5. Результаты исследования стабильности показателя: а) площадь пика, б) время удерживания для модельного раствора с массовой концентрацией акролеина 10,0 мг/дм³

Fig. 5. Results of the stability study of the indicator: а) peak area, б) retention time for a model solution with a mass concentration of acrolein of 10.0 mg/dm³

После исключения минимального и максимального значений среднее арифметическое значение для модельного раствора, содержащего 10,0 мг/дм³ акролеина, по параметру «время удерживания» составило 4,836 мин, минимальное относительное расхождение – 0,028 %, максимальное – 0,034 %. Среднее арифметическое значение по параметру «площадь пика» составило 4,33 pA, максимальное относительное расхождение – 2,58 %, минимальное – 2,21 %.

В целях подтверждения надежности определения содержания акролеина в диапазоне массовых концентраций от 0,10 до 10,0 мг/дм³ включительно в подобранных условиях (табл. 1) использовали метод

«введено – найдено», основанный на определении точно известного введенного количества вещества проверяемой методикой. На рис. 4 приведены результаты исследований для модельных растворов, содержащих акролеин массовой концентрацией 0,10 и 10,0 мг/дм³.

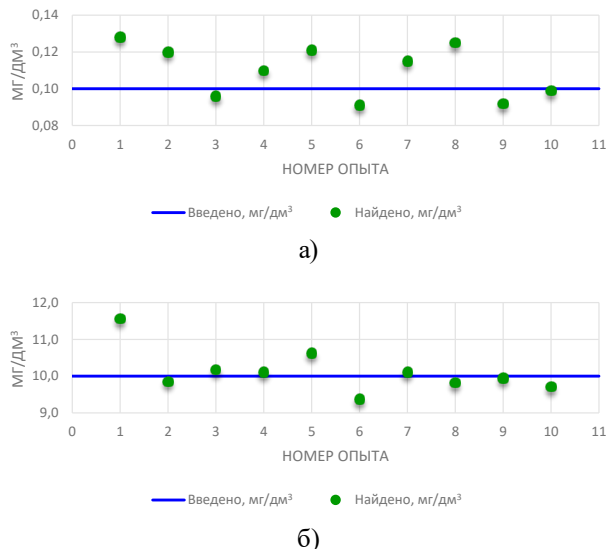


Рисунок подготовлен автором по собственным данным /
The figure is prepared by the author using their own data

Рис. 6. Результаты исследований по методике «введено – найдено» для модельных растворов, содержащих акролеин массовой концентрацией: а) 0,10 мг/дм³; б) 10,0 мг/дм³

Fig. 6. Results of studies using the „introduced-found“ method for model solutions containing acrolein with a mass concentration of A) 0.10 mg/dm³ and B) 10.0 mg/dm³

Среднее арифметическое значение составляло:

- для модельного раствора акролеина с массовой концентрацией 0,10 мг/дм³ – 0,11 мг/дм³;
- для модельного раствора акролеина с массовой концентрацией 10,0 мг/дм³ – 10,1 мг/дм³.

Максимальное и минимальное относительные расхождения между значениями «введено – найдено» составляли:

- для модельного раствора акролеина с массовой концентрацией 0,10 мг/дм³ – не более 22,22 %.
- для модельного раствора акролеина с массовой концентрацией 10,0 мг/дм³ – не более 6,02 %.

На завершающем этапе исследований рассматривали метрологические характеристики. Для расчета метрологических характеристик разработанной методики готовили 3 уровня градуировочных растворов, соответствующих началу, середине и концу диапазона измеряемых концентраций. Метрологические характеристики градуировочных растворов рассчитывали в соответствии с РМГ 60–2003⁸. Результаты представлены в табл. 2.

Метрологические характеристики разработанной методики рассчитывали с учетом положений, регламентированных ГОСТ Р 8.563–2009⁹, ГОСТ Р ИСО 5725–1–2002¹⁰, ГОСТ Р ИСО 5725–6–2002¹¹. Диапазон измерений массовой концентрации акролеина, показатели повторяемости и воспроизводимости,

⁸ РМГ 60–2003 ГСИ. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке.

⁹ ГОСТ Р 8.563–2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений.

¹⁰ ГОСТ Р ИСО 5725–1–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения.

¹¹ ГОСТ Р ИСО 5725–6–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

Таблица 2. Метрологические характеристики градуировочных растворов

Table 2. Metrological characteristics of calibration solutions

Наименование компонента	А-1		А-2		А-3	
	Аттестованное значение, мг/дм ³	Границы относительной погрешности (P=0,95), %	Аттестованное значение, мг/дм ³	Границы относительной погрешности (P=0,95), %	Аттестованное значение, мг/дм ³	Границы относительной погрешности (P=0,95), %
акролеин	8,4	±2	4,2	±2	0,84	±2,5

Таблица составлена автором по собственным данным / The table is prepared by the author using their own data

предел повторяемости и границы относительной погрешности представлены в табл. 3.

Анализ полученных результатов подтвердил, что разработанная «Методика определения массовой концентрации акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах методом газовой хроматографии» соответствует требованиям, предъявляемым к МИ.

На основании проведенных исследований разработана «Методика измерений массовой концентрации акролеина в дистиллятах и спиртных напитках, приготовленных на их основе, методом газовой хроматографии», получено свидетельство об аттестации методики (метода) измерений № 205–05/RA.RU.311787/2025.

Перспективы дальнейших исследований. Подчеркнем, что проблема получения достоверных и прослеживаемых результатов, полученных с применением инструментальных методов анализа, остается актуальной [24, 25]. В целях обеспечения единства измерений и требуемой точности измерений посредством градуировки, метрологического контроля средств измерения, контроля точности результатов измерений, валидации методик измерений используют СО [26, 27], в соответствии с ГОСТ8.315–97¹² подразделяя их по уровню утверждения (или признания) на МСО, ГСО, ОСО и СОП.

СО различных уровней признания широко применяют в аналитических лабораториях предприятий для градуировки и калибровки

¹²ГОСТ8.315–97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения.

Таблица 3. Показатели точности измерений

Table 3. Measurement accuracy indicators

Диапазон измерений массовой концентрации акролеина в пересчете на безводный спирт мг/дм ³	Показатель точности (границы относительной погрешности), ±δ, % при P = 0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ _r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ _R , %	Предел повторяемости, r, % P = 0,95, n = 2
От 0,3 до 5 включ.	28	8	12	22
Св. 5 до 10 включ.	20	5	8	14

Таблица составлена автором по собственным данным / The table is prepared by the author using their own dat

средств измерений, валидации и аттестации МИ, контроля точности результатов измерений, внутрилабораторного контроля результатов измерений [28, 29]. На основании вышеизложенного можно сделать вывод, что одной из приоритетных задач является разработка СО, являющихся незаменимым звеном цепи обеспечения метрологической прослеживаемости измерений. Важно, что развитие данного направления вносит вклад в решение актуальной задачи государственного масштаба – импортозамещения СО [30, 31].

Таким образом, проведенное исследование открывает пути для разработки СО акролеина в целях применения в контроле химического состава алкогольной продукции. СО могут быть использованы для градуировки газовых хроматографов, контроля точности результатов измерений, аттестации методик. Повышение точности измерений акролеина является важной аналитической задачей, решение которой будет способствовать получению надежных результатов и обеспечению высокого качества зерновых и фруктовых дистиллятов.

Выводы

Предложен новый методический подход к определению акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах, базирующийся на применении метода газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием, обеспечивающий в сравнении с методами «мокрой химии» экономию времени на проведение анализов и снижение расхода реактивов и материалов.

Выявлена целесообразность, обоснована перспективность и экспериментально подтверждена возможность качественного и количественного определения акролеина методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием в зерновых и фруктовых дистиллятах.

Подобраны оптимальные режимы хроматографирования, обеспечивающие экспрессное определение акролеина в диапазоне массовых концентраций 0,3–10 мг/дм³ в зерновых и фруктовых дистиллятах без предварительной пробоподготовки за 4–5 мин.

Установлена стабильность показателей «время удерживания» и «площадь пика» для акролеина. Показано, что максимальные расхождения составляют 0,25 и 21 % соответственно.

Экспериментально подтверждено, что градуировочный график для акролеина обладает линейной зависимостью в диапазоне массовых концентраций 0,3–10 мг/дм³. Найдена корреляционная зависимость между показателями «отклик детектора» и «площадь пика», коэффициент корреляции R^2 составляет 0,99.

Доказано, что применение разработанной методики позволяет полностью разделять, обнаруживать, идентифицировать и с высокой степенью достоверности определять массовую концентрацию акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах.

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в точном соответствии с разработанной МИ значение относительной погрешности измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ составляет не более 28 %.

Научная новизна заключается в том, что проведенное исследование по разработке методики определения акролеина позволяет расширить знания о химическом составе зерновых и фруктовых дистиллятов, усовершенствовать перечень маркеров для контроля качества и безопасности алкогольной продукции.

Практическая значимость состоит в том, что внедрение разработанной методики в практику производственных предприятий позволит повысить эффективность контроля качества и безопасности алкогольной продукции.

Перспективой проведенных исследований станет разработка СО для качественного

и количественного определения акролеина в зерновых и фруктовых дистиллятах.

Благодарности: Автор выражает благодарность начальнику сектора отдела № 205 ФБУ «НИЦ ПМ – Ростест» канд. хим. наук Ольге Липовне Рутенберг за помощь в проведении метрологических расчетов на завершающем этапе исследований.

Acknowledgments: The author expresses gratitude to the Sector Head of the Department № 205 of the Research Center for Applied Metrology – Rostest, Cand. Sci. (Chem.) Olga L. Rutenberg for her assistance in metrological calculations at the final stage of the research.

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: Шелехова Н. В. является членом редакционного совета журнала «Эталоны. Стандартные образцы», но не имеет никакого отношения к решению опубликовать эту статью. Статья прошла принятую в журнале процедуру рецензирования. Автор декларирует отсутствие иных, явных и потенциальных, конфликтов интересов, связанных с публикацией настоящей статьи.

Conflict of interest: Shelekhova N. V. is a member of the Editorial Board of the journal „Measurement Standards. Reference Materials“, but has nothing to do with the decision to publish the article. The article has undergone the peer-review procedure adopted by the journal. Regarding other conflicts of interest, the author declares no conflicts of interest related to the publication of the article.

Финансирование: Исследования проведены за счет средств субсидии на выполнение государственного задания «Разработка инновационной системы оценки качества сырья для производства спиртных напитков и формирование новых требований к их идентификации», шифр № FGMF-2025–0009.

Funding: The research was funded by the subsidy for the state assignment „Development of an innovative system for assessing the quality

of raw materials for the production of alcoholic beverages and the formation of new requirements for their identification“, № FGMP-2025–0009.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Stevens J. F., Maier C. S.* Acrolein: sources, metabolism, and biomolecular interactions relevant to human health and disease // *Molecular Nutrition & Food Research*. 2008. Vol. 52, № 1. P. 7–25. <https://doi.org/10.1002/mnfr.200700412>
2. *Schieweck A., Uhde E., Salthammer T.* Determination of acrolein in ambient air and in the atmosphere of environmental test chambers // *Environmental Science: Processes & Impacts*. 2021. Vol. 23, № 11. P. 1729–1746. <https://doi.org/10.1039/d1em00221j>
3. Турук-Пчелина З. Ф. К вопросу о выделении акролеина в воздух при изготовлении пищи // *Гигиена и санитария*. 1960. Т. 39, № 5. С. 96–97.
4. Toxicology and risk assessment of acrolein in food / *K. Abraham* [et al.] // *Molecular Nutrition & Food Research*. 2011. Vol. 55, № 9. P. 1277–1290. <https://doi.org/10.1002/mnfr.201100481>
5. Origin and fate of acrolein in foods / *K. Jiang* [et al.] // *Foods*. 2022. Vol. 11, № 13. P. 1976. <https://doi.org/10.3390/foods11131976>
6. Exposure risk to carbonyl compounds and furfuryl alcohol through the consumption of sparkling wines / *G. P. Peterle* [et al.] // *Ciência Rural*. 2019. Vol. 49, № 3. P. e20180986. <https://doi.org/10.1590/0103-8478cr20180986>
7. Acrolein production by bacteria found in distillery grain mashers / *W. C. Serjak* [et al.] // *Journal of Applied Microbiology*. 1954. № 2. P. 14–20. <https://doi.org/10.1128/am.2.1.14-20.1954>
8. *Sobolov M., Smiley K. L.* Metabolism of glycerol by an acrolein-forming lacto-bacillus // *Journal of Bacteriology*. 1960. Vol. 79, № 2. P. 261–266. <https://doi.org/10.1128/jb.79.2.261-266.1960>
9. *Mills D. E., Baugh W. D., Conner H. A.* Studies on the formation of acrolein in distillery mashers // *Journal of Applied Microbiology*. 1954. Vol. 2, № 1. P. 9–13. <https://doi.org/10.1128/am.2.1.9-13.1954>
10. Цыганков П. С., Цыганков С. П. Руководство по ректификации спирта. М. : Пищпромиздат, 2001. 400 с.
11. *Климовский Д. А., Смирнов В. А., Стабников В. Н.* Технология спирта. М. : Пищевая промышленность, 1967. 346 с.
12. *Фараджеева Е. Д., Федоров В. А.* Общая технология бродильных производств: учебник для вузов. М. : Колос, 2002. 408 с.
13. Determination of the composition of volatiles in Cognac (Brandy) by headspace gas chromatography–mass spectrometry / *A. G. Panosyan* [et al.] // *Journal of Analytical Chemistry*. 2001. Vol. 56. P. 945–952. <https://doi.org/10.1023/A:1012365629636>
14. *Miller B. E., Danielson N. D.* Derivatization of vinyl aldehydes with anthrone prior to high-performance liquid chromatography with fluorometric detection // *Journal of Analytical Chemistry*. 1988. Vol. 60, № 7. P. 622–626. <https://doi.org/10.1021/ac00158a004>
15. Development of a method for determination of target toxic carbonyl compounds in must and wine using HS-SPME-GC/MS-SIM after preliminary GC×GC/TOFMS analyses / *D. C. Ferreira* [et al.] // *Food Analytical Methods*. 2019. Vol. 12. P. 108–120. <https://doi.org/10.1007/s12161-018-1343-6>
16. Validation of an analytical method using HS-SPME-GC/MS-SIM to assess the exposure risk to carbonyl compounds and furan derivatives through beer consumption / *K. C. Hernandez* [et al.] // *Food Additives & Contaminants: Part A: Chemistry, Analysis, Control, Exposure & Risk Assessment*. 2019. Vol. 36, № 12. P. 1808–1821. <https://doi.org/10.1080/19440049.2019.1672897>
17. *Шелехова Н. В.* Методы газовой хроматографии и капиллярного электрофореза для исследования химического состава выдержанных зерновых дистиллятов // *Сорбционные и хроматографические процессы*. 2024. Т. 24, № 4. С. 556–571. <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2024.24/12410>
18. *Шелехова Н. В.* Экспресс метод определения анионов в алкогольных напитках на основе сочетания КЭ-КД // *Сорбционные и хроматографические процессы*. 2023. Т. 23, № 2. С. 199–215. <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2023.23/11144>
19. *Шелехова Н. В., Шелехова Т. М.* Исследование этанольного экстракта древесины дуба методами капиллярного электрофореза, газовой хроматографии, хромато-масс-спектрометрии // *Сорбционные и хроматографические процессы*. 2021. Т. 21, № 6. С. 868–878. <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2021.21/3833>
20. *Байгазиева Г. И., Кекибаева А. К.* Технология ликероводочного производства: лабораторный практикум. Алматы : АТУ, 2015. 87 с.
21. *Илларионова Е. А., Сыроватский И. П.* Газовая хроматография. Теоретические основы метода: учебное пособие. Иркутск : ИГМУ, 2018. 52 с.

22. Вяхирев Д. А., Шушунова А. Ф. Руководство по газовой хроматографии. М. : Высшая школа, 1975. 302 с.
23. Логотов В. И. Детекторы для газовых хроматографов. Часть 1. Выбор детектора, подготовка к работе и оценка состояния хроматографа по основным характеристикам детектора: учебно-методическое пособие. Нижний Новгород : ННГУ, 2017. 52 с.
24. Барановская В. Б., Медведевских М. Ю., Карнов Ю. А. Актуальные проблемы качества химического анализа // Аналитика и контроль. 2021. Т. 25, № 4. С. 273–279. <https://doi.org/10.15826/analitika.2021.25.4.005>
25. Современная метрология физико-химических измерений : монография / А. Н. Пронин [и др.]. М. : ООО Издательство ТРИУМФ, 2022. 561 с. <https://doi.org/10.32986/978-5-94472-103-7-25-07-2022>
26. Гапеева В. Д., Цыбенко В. А. Отсевание грубых погрешностей результатов измерений с помощью различных критериев в среде Excel // Молодой ученый. 2021. № 49 (391). С. 20–27.
27. Комплекс стандартных образцов для поверки и калибровки универсальных хроматографических приборов / И. Ю. Ткаченко [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2024. Т. 20, № 1. С. 31–46. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-1-31-46>
28. Валидация аналитических методик: пер. с англ. яз. 2-го изд. под ред. Г. Р. Нежиховского. Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях: пер. с англ. яз. 3-го изд. под ред. Р. Л. Кадиса: руководства для лабораторий. СПб. : ЦОП Профессия, 2016. 312 с.
29. Алгоритмы оценивания однородности стандартных образцов состава и свойств дисперсионных монокристаллических материалов / Е. П. Собина [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 3. С. 77–91. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-3-77-91>
30. Об оценке стабильности стандартных образцов / П. В. Мигаль [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 3. С. 65–75. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-3-65-75>
31. Казакова Е. А., Бирусен Т. С. Разработка и применение стандартных образцов предприятия в практике аналитических лабораторий // Литье и металлургия. 2020. № 1. С. 34–37. <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2020-1-34-37>

REFERENCE

1. Stevens J. F., Maier C. S. Acrolein: sources, metabolism, and biomolecular interactions relevant to human health and disease. *Molecular Nutrition & Food Research*. 2008;52(1):7–25. <https://doi.org/10.1002/mnfr.200700412>
2. Schieweck A., Uhde E., Salthammer T. Determination of acrolein in ambient air and in the atmosphere of environmental test chambers. *Environmental Science: Processes & Impacts*. 2021;23(11):1729–1746. <https://doi.org/10.1039/d1em00221j>
3. Turuk-Pchelina Z. F. On the issue of acrolein release into the air during food preparation. *Gigiena i sanitariya*. 1960;39(5):96–97. (In Russ.).
4. Abraham K., Andres S., Palavinskas R., Berg K., Appel K. E., Lampen A. Toxicology and risk assessment of acrolein in food. *Molecular Nutrition & Food Research*. 2011;55(9):1277–1290. <https://doi.org/10.1002/mnfr.201100481>
5. Jiang K., Huang C., Liu F., Zheng J., Ou J., Zhao D. et al. Origin and fate of acrolein in foods. *Foods*. 2022;11(13):1976. <https://doi.org/10.3390/foods11131976>
6. Peterle G. P., Hernandez K. C., Schmidt L., Maciel J. B. H., Zini C. A., Welke J. E. Exposure risk to carbonyl compounds and furfuryl alcohol through the consumption of sparkling wines. *Ciência Rural*. 2019;49:e20180986. <https://doi.org/10.1590/0103-8478cr20180986>
7. Serjak W. C., Day W. H., Van Lanen J. M., Boruff C. S. Acrolein production by bacteria found in distillery grain mashes. *Journal of Applied Microbiology*. 1954;2:14–20. <https://doi.org/10.1128/am.2.1.14-20.1954>
8. Sobolov M., Smiley K. L. Metabolism of glycerol by an acrolein-forming lacto-bacillus. *Journal of Bacteriology*. 1960;79:261–266. <https://doi.org/10.1128/jb.79.2.261-266.1960>
9. Mills D. E., Baugh W. D., Conner H. A. Studies on the formation of acrolein in distillery mashes. *Journal of Applied Microbiology*. 1954;2:9–13. <https://doi.org/10.1128/am.2.1.9-13.1954>
10. Tsygankov P. S., Tsygankov S. P. Guide to alcohol rectification. Moscow: Pishchpromizdat; 2001. 400 p. (In Russ.).
11. Klimovskii D. A., Smirnov V. A., Stabnikov V. N. Technology of alcohol. Moscow: Pishchevaia promyshlennost'; 1967. 346 p. (In Russ.).
12. Faradzheva E. D., Fedorov V. A. General technology of fermentation production: textbook for universities. Moscow: Kolos; 2002. 408 p. (In Russ.).
13. Panosyan A. G., Mamikonyan G. V., Torosyan M., Gabrielyan E. S., Mkhitarian S. A., Tirakyan M. R. et al. Determination of the composition of volatiles in Cognac (Brandy) by headspace gas chromatography–mass spectrometry. *Journal of Analytical Chemistry*. 2001;56:945–952. <https://doi.org/10.1023/A:1012365629636>
14. Miller B. E., Danielson N. D. Derivatization of vinyl aldehydes with anthrone prior to high-performance liquid chromatography with fluorometric detection. *Journal of Analytical Chemistry*. 1988;60:622–626. <https://doi.org/10.1021/ac00158a004>

15. Ferreira D. C., Hernandez K. C., Nicolli K. P., Souza-Silva É. A., Manfroí V., Zini C. A. et al. Development of a method for determination of target toxic carbonyl compounds in must and wine using HS-SPME-GC/MS-SIM after preliminary GC×GC/TOFMS analyses. *Food Analytical Methods*. 2019;12:108–120. <https://doi.org/10.1007/s12161-018-1343-6>
16. Hernandez K. C., Souza-Silva É. A., Assumpção C. F., Zini C. A., Welke J. E. Validation of an analytical method using HS-SPME-GC/MS-SIM to assess the exposure risk to carbonyl compounds and furan derivatives through beer consumption. *Food Additives & Contaminants: Part A: Chemistry, Analysis, Control, Exposure & Risk Assessment*. 2019;36:1808–1821. <https://doi.org/10.1080/19440049.2019.1672897>
17. Shelekhova N. V. Gas chromatography and capillary electrophoresis for studying the chemical composition of aged grain distillates. *Sorption and Chromatography Processes*. 2024;24(4):556–571. (In Russ.). <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2024.24/12410>
18. Shelekhova N. V. Express method for the determination of anions in alcoholic beverages based on the CE-CD combination. *Sorption and Chromatography Processes*. 2023;23(2):199–215. (In Russ.). <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2023.23/11144>
19. Shelekhova N. V., Shelekhova T. M. Study of an ethanol extract of oak wood by capillary electrophoresis, gas chromatography, and chromatography-mass spectrometry. *Sorption and Chromatography Processes*. 2021;21(6):868–878. (In Russ.). <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2021.21/3833>
20. Baigazieva G. I., Kekibaeva A. K. Technology of liquor and vodka production: laboratory practical training. Almaty: ATU; 2015. 87 p. (In Russ.).
21. Illarionova E. A., Syrovatskii I. P. Gas chromatography. Theoretical foundations of the method: a tutorial. Irkutsk: IGMU, 2018. 52 p. (In Russ.).
22. Viakhirev D. A., Shushunova A. F. Handbook of Gas Chromatography. Moscow: Vysshiaia shkola; 1975. 302 p. (In Russ.).
23. Logutov V. I., Logutov V. I. Detektory dlia gazovykh khromatograf. Chast' 1. Vybor detektora, podgotovka k rabote i otsenka sostoiianiia khromatografa po osnovnym kharakteristikam detektora: uchebno-metodicheskoe posobie. Nizhnii Novgorod: NNGU; 2017. 52 p. (In Russ.).
24. Baranovskaya V. B., Medvedevskikh M. Yu., Karpov Yu. A. Current quality issues in chemical analysis. *Analytics and Control*. 2021;25(4):273–279. (In Russ.). <https://doi.org/10.15826/analitika.2021.25.4.005>
25. Pronin A. N., Okrepilov M. V., Giniak E. B., Konopelko L. A., Kadis R. L., Medvedevskikh S. V. et al. Modern metrology of physical and chemical measurements: monograph. Moscow: OOO Izdatel'stvo TRIUMF; 2022. 561 p. (In Russ.). <https://doi.org/10.32986/978-5-94472-103-7-25-07-2022>
26. Gapeeva V. D., Tsybenko V. A. Filtering out gross errors in measurement results using various criteria in the Excel environment. *Molodoi uchenyi*. 2021;49(391):20–27. (In Russ.).
27. Tkachenko I. Y., Mikheeva A. Y., Ushal I. E., Ivanova A. Y., Budko A. G., Kharitonov S. G. A set of reference materials for verification and calibration of universal chromatographic instruments. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2024;20(1):31–46. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2024-20-1-31-46>
28. Russ. ed.: Validation of analytical methods: ed. edited by G. R. Nezhikhovsky. Quantitative description of uncertainty in analytical measurements: ed. edited by R. L. Cadiz. St. Petersburg: TsOP Profession; 2016. 312 p. (In Russ.).
29. Sobina E. P., Aronov P. M., Migal P. V., Kremleva O. N., Studenok V. V., Firsanov V. A. et al. Algorithms for homogeneity testing of reference materials of dispersed and solid materials. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(3):77–91. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-3-77-91>
30. Migal P. V., Sobina E. P., Aronov P. M., Kremleva O. N., Studenok V. V., Firsanov V. A. et al. On the stability testing of reference materials. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(3):65–75. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-3-65-75>
31. Kazakova E. A., Birisen T. S. Development and application of standard enterprise samples in the practice of analytical laboratories. *Litiyo i Metallurgiya (Foundry Production and Metallurgy)*. 2020;1:34–37. (In Russ.). <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2020-1-34-37>

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРЕ

Шелехова Наталия Викторовна – д-р техн. наук, заведующий лабораторией хроматографии ВНИИПБТ – филиала ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии»

111033, г. Москва, ул. Самокатная, д. 4б
e-mail: 4953610101@mail.ru
<https://orcid.org/0000-0001-7735-2942>

INFORMATION ABOUT THE AUTHOR

Natalya V. Shelekhova – Dr. Sci. (Eng.), Head of the Chromatography Laboratory, Russian Scientific Research Institute of Food Biotechnology – Affiliated Branch of the Federal Research Center of Nutrition, Biotechnology and Food Safety

4b Samokatnaia str., Moscow, 111033, Russia
e-mail: 4953610101@mail.ru
<https://orcid.org/0000-0001-7735-2942>

■ РЕЕСТР УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ, ПРЕДСТАВЛЕННЫЙ 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, организует Росстандарт.

Ведение раздела ФИФ ОЕИ по СО состава и свойств веществ и материалов в соответствии с ч. 9 ст. 21 № 102-ФЗ¹ осуществляет Государственная служба стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов.

Фонд создан 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. Сулова ✉

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 июля 2025 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.

² О внесении изменений в Административный регламент по предоставлению Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии государственной услуги по утверждению типа стандартных образцов или типа средств измерений : 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 12880–2025

СО СОСТАВА ЗОЛАЗЕПАМА ГИДРОХЛОРИДА (Золазепам – ВЕТСТЕМ)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли основного вещества в субстанции золазепама гидрохлорида, фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит золазепам гидрохлорид.

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 методики калибровки.

Область применения: ветеринария, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля золазепама гидрохлорида, %.

СО представляет собой субстанцию золазепама гидрохлорида, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный от 200 до 500 мг во флаконы из темного стекла, укупоренные резиновыми пробками и комбинированными колпачками. Каждый флакон снабжается этикеткой.

ГСО 12882–2025/ГСО 12883–2025

СО СОСТАВА МЕДИ (набор VSMS2.3)

СО предназначены для установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений (СИ); контроля точности результатов измерений при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в методиках измерений, и аттестации методик измерений, применяемых при определении состава меди черновой марок МЧ0, МЧ1, МЧ2, МЧ3, МЧ4, МЧ5, МЧ6 (ГОСТ Р 54310–2011).

СО могут применяться для поверки и калибровки СИ при условии соответствия СО обязательным требованиям, установленным в методиках поверки и калибровки СИ; испытаний СИ и СО в целях утверждения типа при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в программах испытаний СИ и СО в целях утверждения типа; других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: цветная металлургия.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля серы, %. Материал СО изготовлен методом плавления из меди марки М00 (ГОСТ 859–2014) с массовой долей меди не менее 99,96 % с введением серы в виде двойной лигатуры на основе меди. СО изготовлены в виде стержней толщиной (0,1–0,5) мм. СО расфасованы массой 50 г в полиэтиленовые пакеты или банки, на которые наклеены этикетки. Количество типов СО в наборе – 2.

ГСО 12884–2025

СО СОСТАВА ФУМАРОВОЙ КИСЛОТЫ (C₄H₄O₄, СО УНИИМ)

СО предназначен для хранения и передачи единицы «массовая доля компонента» СО и химическим

реаktивам; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли фумаровой кислоты основного компонента в сырье, в составе пищевых продуктов, продовольственного сырья и фармацевтических препаратов; поверки, калибровки средств измерений, контроля метрологических характеристик при проведении испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик измерений.

СО может использоваться для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; идентификации фумаровой кислоты в веществах и материалах.

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

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля фумаровой кислоты, %.

СО представляет собой белый кристаллический порошок, расфасованный по (2,0 ± 0,1) г в виалы из темного стекла номинальным объемом 5 см³, закрытые завинчивающимися крышками с септой. Виалы снабжены этикетками, помещены в картонные коробки или запаканы во влагонепроницаемые пакеты из полиэтилена.

ГСО 12885–2025

СО СОСТАВА РАСТВОРА ЕВРОПИЯ

СО предназначен для хранения и передачи единицы величины «массовая концентрация компонента» от ГЭТ 196–2023 Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов при аттестации эталонов; поверки, калибровки и / или градуировки средств измерений; испытаний средств измерений и СО, в том числе в целях утверждения типа; валидации, аттестации методик (методов) измерений; разработки и аттестации первичных референтных (референтных) методик измерений и методик измерений, контроле правильности, межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаниях и других видах метрологических работ.

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

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая концентрация европия, г/дм³.

СО представляет собой раствор оксида европия (III) с массовой долей основного вещества 99,9 % в 0,13 моль/дм³ соляной кислоте. СО может поставляться в объемах 50 и 100 см³ в зависимости от потребностей заказчика в полипропиленовых банках вместимостью 50 и 100 см³, снабженных этикетками.

ГСО 12886–2025
СО ХАРАКТЕРИСТИК СПЕКТРА
КОМБИНАЦИОННОГО РАССЕЯНИЯ СВЕТА
ЦИКЛОГЕКСАНА

СО предназначен для хранения и передачи единиц величин «значения волновых чисел» и «значения относительных интенсивностей сигналов (линий комбинационного рассеяния света)» при длинах волн возбуждения 532, 633 и 785 нм; поверки и калибровки средств измерений; испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; контроля точности результатов измерений и аттестации методик (методов) измерений.

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

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: значения волновых чисел, см⁻¹; значения относительных интенсивностей сигналов (линий комбинационного рассеяния света) при длинах волн возбуждения 532, 633 и 785 нм, %.

СО представляет собой циклогексан с массовой долей основного компонента 99,9 %. СО может поставляться в объемах 1,7 и 4,0 см³ в зависимости от потребностей заказчика в флаконах из прозрачного стекла вместимостью 2,0 и 4,0 см³, которые помещены в непрозрачные упаковочные воздушно-пузырчатые с клеевым клапаном пакеты, снабженные этикетками.

ГСО 12887–2025
СО СОСТАВА ТОЛПЕРИЗОНА ГИДРОХЛОРИДА
(МЭЗ-171)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли толперизона гидрохлорида в материалах, лекарственных средствах, объектах окружающей среды.

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 условии соответствия требованиям методик калибровки; характеристики СО, материалов; проведения межлабораторных сличений; подтверждения степени эквивалентности результатов измерений двух или более лабораторий.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, ветеринария, охрана окружающей среды, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, производимая в экспертно-криминалистических подразделениях органов внутренних дел Российской Федерации, научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля толперизона гидрохлорида, %.

СО представляет собой субстанцию толперизона гидрохлорида, белый или почти белый кристаллический порошок со слабым характерным запахом, расфасованный массой от 100 до 500 мг во флаконы темного стекла с обжимными колпачками, помещенные в зиплок-пакеты. Флакон и зиплок-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12888–2025
СО СОСТАВА БЕТАКСОЛОЛА ГИДРОХЛОРИДА
(МЭЗ-173)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли бетаксолола гидрохлорида в материалах, лекарственных средствах.

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 условии соответствия требованиям методик калибровки; характеристики СО, материалов; проведения межлабораторных сличений; подтверждения степени эквивалентности результатов измерений двух или более лабораторий.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, производимая в экспертно-криминалистических подразделениях органов внутренних дел Российской Федерации, научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля бетаксолола гидрохлорида, %.

СО представляет собой субстанцию бетаксолола гидрохлорида, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 100 до 500 мг во флаконы темного стекла с обжимными колпачками, помещенные в зиплок-пакеты. Флакон и зиплок-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12889–2025
СО СОСТАВА ДИМЕТИНДЕНА МАЛЕАТА
(МЭЗ-179)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли диметиндена малеата в материалах, лекарственных средствах, объектах окружающей среды.

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 условии соответствия требованиям методик калибровки; характеристики СО, материалов; проведения межлабораторных сличений; подтверждения степени эквивалентности результатов измерений двух или более лабораторий.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, ветеринария, охрана окружающей среды, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, производимая в экспертно-криминалистических подразделениях органов внутренних дел Российской Федерации, научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля диметиндена малеата, %.

СО представляет собой субстанцию диметиндена малеата, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 100 до 500 мг во флаконы темного стекла с обжимными колпачками, помещенные в зиплок-пакеты. Флакон и зиплок-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12890–2025**СО СОСТАВА ИБУПРОФЕНА (МЭЗ-180)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли ибупрофена в материалах, лекарственных средствах, объектах окружающей среды.

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 условии соответствия требованиям методик калибровки; характеристики СО, материалов; проведения межлабораторных сличений; подтверждения степени эквивалентности результатов измерений двух или более лабораторий.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, ветеринария, охрана окружающей среды, научные исследования, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, производимая в экспертно-криминалистических подразделениях органов внутренних дел Российской Федерации.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля ибупрофена, %.

СО представляет собой субстанцию ибупрофена, белый или почти белый кристаллический порошок или бесцветные кристаллы, расфасованные массой от 100 до 500 мг во флаконы темного стекла с обжимными колпачками, помещенные в зиплок-пакеты. Флакон и зиплок-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12891–2025**СО СОСТАВА ЛОРАТАДИНА (МЭЗ-181)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли лоратадина в материалах, лекарственных средствах, объектах окружающей среды.

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 условии соответствия требованиям методик калибровки; характеристики СО, материалов; проведения межлабораторных сличений; подтверждения степени эквивалентности результатов измерений двух или более лабораторий.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, ветеринария, охрана окружающей среды, научные исследования, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, производимая в экспертно-криминалистических подразделениях органов внутренних дел Российской Федерации.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля лоратадина, %.

СО представляет собой субстанцию лоратадина, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 100 до 500 мг во флаконы темного стекла с обжимными колпачками, помещенные в зиплок-пакеты. Флакон и зиплок-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12892–2025**СО СОСТАВА БЕНЗОАТА НАТРИЯ (МЭЗ-182)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли бензоата натрия в материалах, лекарственных средствах.

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 условии соответствия требованиям методик калибровки; характеристики СО, материалов; проведения межлабораторных сличений; подтверждения степени эквивалентности результатов измерений двух или более лабораторий.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, пищевая промышленность, ветеринарная промышленность, охрана окружающей среды, научные исследования, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, производимая в экспертно-криминалистических подразделениях органов внутренних дел Российской Федерации.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля бензоата натрия, %.

СО представляет собой субстанцию бензоата натрия, белый порошок без запаха или со слабым характерным запахом, расфасованный массой от 100 до 500 мг во флаконы темного стекла с обжимными колпачками, помещенные в зиплок-пакеты. Флакон и зиплок-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12893–2025**СО СОСТАВА НИКОТИНАМИДА (МЭЗ-184)**

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли никотинамида в материалах, лекарственных средствах, пищевых продуктах, кормах для животных, косметической продукции, объектах окружающей среды.

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 условии соответствия требованиям методик калибровки; характеристики СО, материалов; проведения межлабораторных сличений; подтверждения степени эквивалентности результатов измерений двух или более лабораторий.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, косметическая промышленность, пищевая промышленность, ветеринарная промышленность, охрана окружающей среды, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, производимая в экспертно-криминалистических подразделениях органов внутренних дел Российской Федерации, научные исследования.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля никотинамида, %.

СО представляет собой субстанцию никотинамида, белый или почти белый кристаллический порошок или бесцветные кристаллы, расфасованные массой от 100 до 500 мг во флаконы темного стекла с обжимными колпачками,

помещенные в зиплок-пакеты. Флакон и зиплок-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12894–2025

СО СОСТАВА АДЕНОЗИНА (МЭЗ-185)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли аденозина в материалах, лекарственных средствах, косметической продукции.

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 условии соответствия требованиям методик калибровки; характеристики СО, материалов; проведения межлабораторных сличений; подтверждения степени эквивалентности результатов измерений двух или более лабораторий.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, ветеринарная промышленность, косметическая промышленность, научные исследования, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, производимая в экспертно-криминалистических подразделениях органов внутренних дел Российской Федерации.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля аденозина, %.

СО представляет собой субстанцию аденозина, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный массой от 100 до 500 мг во флаконы темного стекла с обжимными колпачками, помещенные в зиплок-пакеты. Флакон и зиплок-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12895–2025

СО СОСТАВА КОФЕИНА (МЭЗ-186)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации, валидации методик измерений массовой доли кофеина в материалах, лекарственных средствах, пищевых продуктах, кормах для животных, косметической продукции, объектах окружающей среды.

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 условии соответствия требованиям методик калибровки; характеристики СО, материалов; проведения межлабораторных сличений; подтверждения степени эквивалентности результатов измерений двух или более лабораторий.

Область применения: фармацевтическая промышленность, здравоохранение, пищевая промышленность, косметическая промышленность, ветеринарная промышленность, охрана окружающей среды, научные исследования, судебно-медицинская экспертиза, судебная экспертиза, производимая в экспертно-криминалистических подразделениях органов внутренних дел Российской Федерации.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля кофеина, %.

СО представляет собой субстанцию кофеина, белые шелковистые игольчатые кристаллы или белый кристаллический

порошок, расфасованные массой от 100 до 500 мг во флаконы из стекла с обжимными колпачками, помещенные в зиплок-пакеты. Флакон и зиплок-пакет снабжены этикетками.

ГСО 12896–2025/ГСО 12899–2025

СО СОСТАВА РАСТВОРА ТЕЛЛУРА

(набор Те СО УНИИМ)

СО предназначены для хранения и передачи единиц «массовая доля компонента», «массовая концентрация компонента»; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли и массовой концентрации теллура; калибровки средств измерений при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики калибровки; поверки средств измерений; аттестации эталонов единиц величин; установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики измерений; контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: научные исследования, горнодобывающая, горноперерабатывающая, химическая, пищевая промышленность, черная и цветная металлургия, охрана окружающей среды.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля теллура, мг/кг (млн^{-1}); массовая концентрация теллура, мг/дм^3 . СО представляют собой растворы теллура (с массовой долей основного компонента не менее 99,9 %) в азотной (HNO_3) кислоте. СО расфасованы в полимерные флаконы (HDPE) с завинчивающимися крышками с этикетками. Номинальные объемы полимерных флаконов 30, 60, 125 см^3 . Количество типов СО в наборе – 4.

ГСО 12900–2025

СО СТАЛИ НЕЛЕГИРОВАННОЙ ТИПА 20

(ИСО УГ103)

СО предназначен для аттестации, валидации и верификации методик измерений, контроля точности результатов измерений, установления и контроля стабильности градуировочных характеристик при определении состава сталей спектральными методами.

СО может применяться для поверки средств измерений при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений; 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, сравнение с СО.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов, %.

Материал СО приготовлен из стали нелегированной типа 20 (ГОСТ 1050–2013) в виде дисков диаметром (38–40) мм, высотой (22–25) мм (ГОСТ 7565–81, ГОСТ Р ИСО 14284–2009).

ГСО 12901–2025

СО СОСТАВА РАСТВОРА ГИДРОКСИДА КАЛИЯ (0,1 М КОН СО УНИИМ)

СО предназначен для хранения и передачи единиц «молярная концентрация компонента» и «массовая концентрация компонента» СО и химическим реактивам; поверки, калибровки средств измерений (СИ), контроля метрологических характеристик при проведении испытаний СИ, в том числе в целях утверждения типа; установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики СИ; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений молярной концентрации и массовой концентрации компонента в жидких веществах и материалах; аттестации эталонов единиц величин; других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: химическая промышленность, охрана окружающей среды, цветная и черная металлургия, фармацевтическая промышленность, пищевая промышленность, научные исследования, испытания и контроль качества продукции.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: молярная концентрация гидроксида калия, моль/дм³; массовая концентрация гидроксида калия, г/дм³.

СО представляет собой водный раствор гидроксида калия, расфасованный в пластиковые флаконы вместимостью 250 см³ с завинчивающимися крышками, содержащие не менее 250 см³ материала СО. Каждый экземпляр СО снабжен этикеткой и помещен в полиэтиленовый зиплок-пакет.

ГСО 12902–2025

СО СОСТАВА ЗОЛОТА (Зл99,5 Красцветмет)

СО предназначен для установления и контроля стабильности градуировочных (калибровочных) характеристик средств измерений при условии соответствия метрологических характеристик СО требованиям методики измерений; аттестации методик измерений, применяемых при определении массовых долей золота, серебра, платины, палладия, меди в золоте необработанном, полуобработанном или в золоте в виде порошка; контроля точности результатов измерений, выполненных по методикам измерений при определении массовых долей золота, серебра, платины, палладия, меди в золоте необработанном, полуобработанном или в золоте в виде порошка при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в методиках измерений. СО может применяться для поверки средств измерений при условии их соответствия обязательным требованиям, установленным в методиках поверки СИ; испытаний СИ и СО в целях утверждения типа при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в программах испытаний СИ и СО в целях утверждения типа; других видов метрологического контроля при соответствии метрологических

характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: цветная металлургия.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля золота, серебра, платины, палладия и меди, %.

Материал СО представляет собой сплав золота, серебра, платины, палладия и меди. Материал СО изготовлен в виде стружки крупностью не более 1 мм. СО расфасован массой 10 и 100 г в полиэтиленовые банки с завинчивающимися крышками, на которые наклеены этикетки.

ГСО 12903–2025

СО СОСТАВА ЗОЛОТА (Зл4аК4)

СО предназначен для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений, аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли примесных элементов в золоте.

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 средств измерений и СО в целях утверждения типа при условии соответствия их метрологических и технических характеристик требованиям, установленным в программах испытаний.

Область применения: металлургия.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин, межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов, %.

СО изготовлен методом плавления золота марки ЗлА-1 (ГОСТ 28058–2015), лигатур на основе золота (системы «золото – аттестуемый элемент») и чистых металлов. Выпущен в виде ленты толщиной (0,23 ± 0,02) мм и пластин толщиной (1,04 ± 0,02) мм. Экземпляр СО упакован в бумажный пакет с этикеткой. Масса экземпляра СО в виде ленты толщиной (0,20 ± 0,05) мм – от 1 до 100 г по требованию потребителя. Масса экземпляра СО в виде пластины – по запросу потребителя, но не более (10,0 × 4,5) см.

ГСО 12904–2025

СО СОСТАВА ЗОЛОТА АФФИНИРОВАННОГО (Зл4аК5)

СО предназначен для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений, аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли примесных элементов в золоте.

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 средств измерений и СО в целях утверждения типа при условии соответствия их метрологических и технических характеристик требованиям, установленным в программах испытаний.

Область применения: металлургия.

Способ аттестации: межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов, %.

СО изготовлен методом плавления золота марки Зла-1 (ГОСТ 28058–2015), лигатур на основе золота (системы «золото – аттестуемый элемент») и чистых металлов. Выпущен в виде ленты толщиной $(0,22 \pm 0,02)$ мм и пластин толщиной $(1,04 \pm 0,02)$ мм. Экземпляр СО упакован в бумажный пакет с этикеткой. Масса экземпляра СО от 1 до 100 г по требованию потребителя, но не более $(5,6 \times 4,6)$ см.

ГСО 12905–2025

СО СОСТАВА КАЛИЯ ХЛОРИСТОГО ФЛОТАЦИОННОГО МАРКИ «Мелкий» (СО ЕвроХим-УКК-2)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли компонентов в калии хлористом флотационном марки «Мелкий»; других видов метрологического контроля при соответствии метрологических и технических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: производство минеральных удобрений, геология, сельское хозяйство, химическая промышленность.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин, применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля хлорида калия, %; массовая доля хлорида натрия, %; массовая доля нерастворимого в воде остатка, %; массовая доля хлорида магния шестиводного, %; массовая доля сульфата кальция, %; массовая доля хлорида кальция, %; массовая доля сульфат-иона, %; массовая доля бромид-иона, %. СО представляет собой порошок калия хлористого флотационного марки «Мелкий» красно-бурого цвета крупностью не более 0,16 мм, расфасованный по 100 г в полиэтиленовые банки, снабженные этикетками и закрывающимися крышками с внутренними прокладками.

ГСО 12906–2025

СО СОСТАВА РАСТВОРА ИНДИЯ (ИСП – СО In)

СО предназначен для хранения, воспроизведения и передачи единиц величин массовой доли компонента и массовой концентрации компонента (индия), аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли индия и массовой концентрации индия в различных веществах и материалах методами атомной абсорбции (ААС), оптико-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-ОЭС) и масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС); поверки и (или) калибровки средств измерений; установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений, контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении испытаний, в том числе в целях утверждения типа. СО может применяться для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: охрана окружающей среды, химическая, пищевая промышленность.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля индия, мг/кг (млн^{-1}); массовая концентрация индия, мг/дм³. СО представляет собой раствор металлического индия в разбавленной азотной кислоте. Материал СО расфасован в банки из полиэтилена высокой плотности (HDPE) с этикетками в комплекте с герметично закрывающимися винтовыми крышками номинальным объемом 30, 60 или 125 см³, с дополнительной упаковкой крышек в парафиновые ленты и вакуумные упаковки.

ГСО 12907–2025

СО СОСТАВА РАСТВОРА ЛАНТАНА (ИСП – СО La)

СО предназначен для хранения, воспроизведения и передачи единиц величин массовой доли компонента и массовой концентрации компонента (лантана), аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли лантана и массовой концентрации лантана в различных веществах и материалах методами атомной абсорбции (ААС), оптико-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-ОЭС) и масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС); поверки и (или) калибровки средств измерений; установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений, контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении испытаний, в том числе в целях утверждения типа. СО может применяться для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: охрана окружающей среды, химическая, пищевая промышленность.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля лантана, мг/кг (млн^{-1}); массовая концентрация лантана, мг/дм³. СО представляет собой раствор лантана оксида в разбавленной азотной кислоте. Материал СО расфасован в банки из полиэтилена высокой плотности (HDPE) с этикетками в комплекте с герметично закрывающимися винтовыми крышками номинальным объемом 30, 60 или 125 см³, с дополнительной упаковкой крышек в парафиновые ленты и вакуумные упаковки.

ГСО 12908–2025

СО УДЕЛЬНОЙ ЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ПРОВОДИМОСТИ ЖИДКИХ СРЕД УЭП-84

СО предназначен для хранения и передачи единицы удельной электрической проводимости жидкой среды, поверки и калибровки кондуктометрических средств измерений, испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа, аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений удельной электрической проводимости жидких сред.

СО может применяться для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: гидрология, фармакология, экология, сфера обороны и безопасности государства, энергетика, медицина, электронная промышленность, научные исследования, пищевая промышленность.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: удельная электрическая проводимость, мкСм/см.

СО представляет собой раствор соли хлористого калия в воде, расфасованный в бутылки из полиэтилена номинальным объемом 500 см³ с крышками и заглушками, с дополнительной упаковкой крышек в парафиновые ленты для предотвращения растворения углекислого газа в СО через резьбовое соединение. На каждую банку наклеена этикетка.

ГСО 12909–2025

СО УДЕЛЬНОЙ ЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ПРОВОДИМОСТИ ЖИДКИХ СРЕД УЭП-147

СО предназначен для хранения и передачи единицы удельной электрической проводимости жидкой среды, поверки и калибровки кондуктометрических средств измерений, испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа, аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений удельной электрической проводимости жидких сред.

СО может применяться для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: гидрология, фармакология, экология, сфера обороны и безопасности государства, энергетика, медицина, электронная промышленность, научные исследования, пищевая промышленность.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: удельная электрическая проводимость, мкСм/см.

СО представляет собой раствор соли хлористого калия в воде, расфасованный в бутылки из полиэтилена номинальным объемом 500 см³ с крышками и заглушками, с дополнительной упаковкой крышек в парафиновые ленты для предотвращения растворения углекислого газа в СО через резьбовое соединение. На каждую банку наклеена этикетка.

ГСО 12910–2025

СО УДЕЛЬНОЙ ЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ПРОВОДИМОСТИ ЖИДКИХ СРЕД УЭП-2770

СО предназначен для хранения и передачи единицы удельной электрической проводимости жидкой среды, поверки и калибровки кондуктометрических средств измерений, испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа, аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений удельной электрической проводимости жидких сред.

СО может применяться для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения: гидрология, фармакология, экология, сфера обороны и безопасности государства, энергетика, медицина, электронная промышленность, научные исследования, пищевая промышленность.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: удельная электрическая проводимость, мкСм/см.

СО представляет собой раствор соли хлористого калия в воде, расфасованный в бутылки из полиэтилена номинальным объемом 500 см³ с крышками и заглушками, с дополнительной упаковкой крышек в парафиновые ленты для предотвращения растворения углекислого газа в СО через резьбовое соединение. На каждую банку наклеена этикетка.

ГСО 12911–2025

СО УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ (S_{уд} Al₂O₃ СО УНИИМ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений удельной поверхности пористых веществ; поверки и калибровки средств измерений удельной поверхности.

СО может использоваться для контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа, при соответствии метрологических характеристик СО требованиям программ испытаний.

Область применения: nanoиндустрия, научные исследования.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: удельная поверхность, м²/г.

СО представляет собой белый порошок оксида алюминия, расфасованный по 4 г в стеклянные банки с завинчивающимися крышками, с этикетками.

ГСО 12912–2025

СО УДЕЛЬНОЙ АДСОРБЦИИ АЗОТА ОКСИДОМ АЛЮМИНИЯ (A Al₂O₃ СО УНИИМ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений удельной адсорбции азота пористыми веществами; поверки и калибровки средств измерений удельной адсорбции.

СО может использоваться для контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа, при соответствии метрологических характеристик СО требованиям программ испытаний.

Область применения: nanoиндустрия, научные исследования.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: удельная адсорбция азота, A, моль/кг, при P/P₀ = 0,10; 0,20; 0,30; 0,99.

СО представляет собой белый порошок оксида алюминия, расфасованный по 4 г в стеклянные банки с завинчивающимися крышками, с этикетками.

ГСО 12913–2025

СО СРЕДНЕГО ДИАМЕТРА ПОР ОКСИДА АЛЮМИНИЯ (D Al₂O₃ СО УНИИМ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений среднего диаметра пор пористых веществ; поверки и калибровки средств измерений среднего диаметра пор пористых материалов.

СО может использоваться для контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа, при соответствии метрологических характеристик СО требованиям программ испытаний.

Область применения: nanoиндустрия, научные исследования.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: средний диаметр пор, нм.

СО представляет собой белый порошок оксида алюминия, расфасованный по 4 г в стеклянные банки с завинчивающимися крышками, с этикетками.

ГСО 12914–2025

СО УДЕЛЬНОГО ОБЪЕМА ПОР ОКСИДА АЛЮМИНИЯ ($V \text{ Al}_2\text{O}_3$ СО УНИИМ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений удельного объема пор пористых веществ; поверки и калибровки средств измерений удельного объема пор материалов.

СО может использоваться для контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа, при соответствии метрологических характеристик СО требованиям программ испытаний.

Область применения: наноиндустрия, научные исследования.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: удельный объем пор, $\text{см}^3/\text{г}$.

СО представляет собой белый порошок оксида алюминия, расфасованный по 4 г в стеклянные банки с закручивающимися крышками, с этикетками.

ГСО 12915–2025/ГСО 12919–2025

СО ОТКРЫТОЙ ПОРИСТОСТИ И ГАЗОПРОНИЦАЕМОСТИ ГОРНЫХ ПОРОД (ИМИТАТОРЫ)

(набор СО ПГ УНИИМ–СУРГУТНЕФТЕГАЗ)

СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений открытой пористости и коэффициента газопроницаемости при заданном обратном поровом давлении по гелию и азоту и коэффициента абсолютной газопроницаемости горных пород; поверки и калибровки средств измерений открытой пористости и коэффициента газопроницаемости при заданном обратном поровом давлении по гелию и азоту и коэффициента абсолютной газопроницаемости горных пород. СО могут использоваться для контроля метрологических характеристик средств измерений при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа, при соответствии метрологических характеристик требованиям программ испытаний.

Область применения: нефтедобывающая и газодобывающая промышленность, геология, научные исследования.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: коэффициент газопроницаемости при заданном обратном поровом давлении по азоту, мкм^2 ; коэффициент газопроницаемости при заданном обратном поровом давлении по гелию, мкм^2 ; коэффициент абсолютной газопроницаемости, мкм^2 ; открытая пористость, % (СО высушен при температуре $(70 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение трех часов).

СО представляют собой цилиндры из твердого сплава диаметром (30 ± 1) мм и высотой (58 ± 1) мм со встроенным фильтром, материал которого имитирует пористую структуру. Каждый экземпляр СО помещается в металлический футляр с этикеткой. На каждом экземпляре выгравирован заводской номер экземпляра. В наборе пять типов СО.

ГСО 12920–2025

СО СОСТАВА МЯСОРАСТИТЕЛЬНЫХ КОНСЕРВОВ ИЗ МЯСА ЦЫПЛЯТ (МП-4–3 СО УНИИМ)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли

азота, белка, жира, золы в мясных, мясорастительных и растительно-мясных консервах.

СО может использоваться для 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 СО: массовые доли азота, белка, жира, золы, %.

Материал СО представляет собой стерилизованные фаршковые мясорастительные консервы из мяса цыплят, расфасованные по (100 ± 5) г в стеклянные банки с герметично укупорежными металлическими крышками, снабженные этикетками.

ГСО 12921–2025

СО СОСТАВА ЯНТАРНОЙ КИСЛОТЫ ($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4$ СО УНИИМ)

СО предназначен для хранения и передачи единицы «массовая доля компонента» СО и химическим реактивам; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли янтарной кислоты основного компонента в сырье, в составе пищевых продуктов, продовольственного сырья и фармацевтических препаратов; поверки, калибровки средств измерений, контроля метрологических характеристик при проведении испытаний средств измерений, в том числе в целях утверждения типа; установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методик измерений.

СО может использоваться для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; идентификации янтарной кислоты в веществах и материалах.

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

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля янтарной кислоты, %.

СО представляет собой белый кристаллический порошок, расфасованный по $(2,0 \pm 0,1)$ г в виалу из темного стекла номинальным объемом 5 см^3 , закрытую закручивающейся крышкой с септой. Виала снабжена этикеткой, помещена в картонную коробку или запаена во влагонепроницаемый пакет из полиэтилена.

ГСО 12922–2025

СО СОСТАВА ЗОЛЕДРОНОВОЙ КИСЛОТЫ МОНОГИДРАТА (НЦСО – Золедроновая кислота)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли основного вещества в субстанции золедроновой кислоты моногидрата, в фармацевтических препаратах и материалах, в состав которых входит золедроновой кислоты 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.

Область применения: здравоохранение, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации: использование Государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля золедроновой кислоты моногидрата, %.

СО представляет собой субстанцию золедроновой кислоты моногидрата, белый или почти белый кристаллический порошок, расфасованный по 50 мг во флаконы темного стекла марки ОС или ОС-1 с кримповыми крышками. Каждый флакон снабжается этикеткой и помещается в полиэтиленовый пакет.

ГСО 12923–2025

СО СОСТАВА И СВОЙСТВ НЕФТИ (ССНФ-01-СХ)

СО предназначен для аттестации, валидации и верификации методик измерений и контроля точности результатов измерений плотности, кинематической вязкости, массовой доли серы по методикам измерений.

СО может быть использован для поверки средств измерений при условии соответствия СО обязательным требованиям, установленным в методиках поверки; калибровки средств измерений при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в методиках калибровки средств измерений; установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики измерений; внутрилабораторного контроля качества измерений согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002; верификации оборудования.

Область применения: нефтяная, нефтеперерабатывающая, нефтехимическая, химическая отрасли промышленности и другие производства.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля серы, %; кинематическая вязкость при $(20,00 \pm 0,05)^\circ\text{C}$, $\text{мм}^2/\text{с}$; плотность при $(15,00 \pm 0,05)^\circ\text{C}$, $\text{кг}/\text{м}^3$; плотность при $(20,00 \pm 0,05)^\circ\text{C}$, $\text{кг}/\text{м}^3$.

СО представляет собой смесь стабилизированной нефти с бензином, топливом для реактивных двигателей, авиационным маслом и серосодержащим соединением. СО расфасован в стеклянные флаконы с этикетками, закрытые завинчивающимися крышками. Объем СО во флаконе – не менее 100 см^3 .

ГСО 12924–2025

СО СОСТАВА НЕФТИ (ССНФ-02-СХ)

СО предназначен для аттестации, валидации и верификации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли воды, массовой доли механических примесей и массовой концентрации хлористых солей по методикам измерений.

СО может быть использован для поверки средств измерений при условии соответствия СО обязательным требованиям, установленным в методиках поверки; калибровки средств измерений при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках калибровки средств измерений; установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики измерений; внутрилабораторного контроля качества измерений согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002; верификации оборудования.

Область применения: нефтяная, нефтеперерабатывающая, нефтехимическая, химическая отрасли промышленности и другие производства.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля воды, %; массовая доля механических примесей, %; массовая концентрация хлористых солей, $\text{мг}/\text{дм}^3$.

СО представляет собой смесь стабилизированной нефти с водой, карбидом кремния и раствором хлористого лития в бутаноле. СО расфасован в стеклянные или полимерные флаконы с этикетками, закрытые завинчивающимися крышками. Объем СО во флаконе – не менее 100 см^3 .

ГСО 12925–2025

СО СОСТАВА НЕФТИ (ССНФ-04-СХ)

СО предназначен для аттестации, валидации и верификации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли органически связанного хлора в нефти, выкипающей до температуры 204°C , и массовой доли органически связанного хлора в нефти по методикам измерений.

СО может быть использован для поверки средств измерений при условии соответствия СО обязательным требованиям, установленным в методиках поверки; калибровки средств измерений при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках калибровки средств измерений; установления контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики измерений; реализации внутрилабораторного контроля качества измерений согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002; верификации оборудования.

Область применения: нефтяная, нефтеперерабатывающая, нефтехимическая, химическая отрасли промышленности и другие производства.

Способ аттестации: применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО: массовая доля органически связанного хлора в нефти, выкипающей до температуры 204°C , млн^{-1} ($\text{мг}/\text{кг}$); массовая доля органически связанного хлора в нефти, млн^{-1} ($\text{мг}/\text{кг}$).

СО представляет собой смесь стабилизированной нефти с раствором хлорорганического соединения в масле. СО расфасован в стеклянные или полимерные флаконы с этикетками, закрытые завинчивающимися крышками. Объем СО во флаконе – не менее 500 см^3 .

СВЕДЕНИЯ О СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦАХ УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ, В КОТОРЫЕ БЫЛИ ВНЕСЕНЫ ИЗМЕНЕНИЯ В ЧАСТИ СРОКА ДЕЙСТВИЯ УТВЕРЖДЕННОГО ТИПА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА

В. В. Сулова ✉

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», г. Екатеринбург, 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 СО принимается Росстандартом в форме приказа с продлением срока действия на последующие 5 лет с даты окончания действия утвержденного типа СО.

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.

Таблица 1. СО утвержденного типа, в сведения о которых внесены изменения в части срока действия СО в период с начала и по август 2025 г.

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до
<i>Приказ Росстандарта № 144 от 24.01.2025</i>			
ГСО 10591-2015	СО температуры начала кристаллизации нефтепродуктов (СО ТНК-ПА)	серийное	04.03.2030
ГСО 10791-2016	СО массовой доли микропримесей серы в нефтепродуктах (ИНТЕГРСО МДМС-1)	серийное	28.07.2030
ГСО 10792-2016	СО массовой доли микропримесей серы в нефтепродуктах (ИНТЕГРСО МДМС-2)	серийное	28.07.2030
ГСО 10793-2016	СО массовой доли микропримесей серы в нефтепродуктах (ИНТЕГРСО МДМС-3)	серийное	28.07.2030
ГСО 10794-2016	СО массовой доли микропримесей серы в нефтепродуктах (ИНТЕГРСО МДМС-4)	серийное	28.07.2030
ГСО 10795-2016	СО массовой доли микропримесей серы в нефтепродуктах (ИНТЕГРСО МДМС-5)	серийное	28.07.2030
ГСО 10572-2015	СО гранулометрического состава порошкообразного материала (КМК-005)	серийное	04.03.2030
ГСО 10573-2015	СО гранулометрического состава порошкообразного материала (КМК-008)	серийное	04.03.2030
ГСО 10574-2015	СО гранулометрического состава порошкообразного материала (КМК-015)	серийное	04.03.2030
ГСО 10575-2015	СО гранулометрического состава порошкообразного материала (КМК-020)	серийное	04.03.2030
ГСО 10576-2015	СО гранулометрического состава порошкообразного материала (КМК-025)	серийное	04.03.2030
ГСО 10577-2015	СО гранулометрического состава порошкообразного материала (КМК-035)	серийное	04.03.2030
ГСО 10578-2015	СО гранулометрического состава порошкообразного материала (КМК-045)	серийное	04.03.2030
ГСО 10579-2015	СО гранулометрического состава порошкообразного материала (КМК-065)	серийное	04.03.2030
ГСО 10580-2015	СО гранулометрического состава порошкообразного материала (КМК-100)	серийное	04.03.2030
ГСО 10581-2015	СО гранулометрического состава порошкообразного материала (КМК-160)	серийное	04.03.2030
ГСО 10582-2015	СО гранулометрического состава порошкообразного материала (КМК-270)	серийное	04.03.2030
ГСО 7950-2001	СО состава раствора нефтепродуктов в гексане (СО Люм-НПГ)	серийное	29.06.2030
ГСО 8749-2006	СО состава раствора антрацена в ацетонитриле (СО-Антр)	серийное	29.06.2030
ГСО 7782-2000	СО состава раствора ионов серебра	серийное	26.05.2030
<i>Приказ Росстандарта № 281 от 13.02.2025</i>			
ГСО 9999-2011	СО максимальной высоты некоптящего пламени эталонной топливной смеси (МВ НП)	серийное	15.09.2030

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до
ГСО 8612-2004	СО коэффициента фильтруемости топлив (КФ)	серийное	15.09.2030
ГСО 8543-2004	СО условной вязкости нефтепродуктов (ВУт)	серийное	19.11.2030
ГСО 8575-2004	СО зольности нефти и нефтепродуктов (ЗЛ-1)	серийное	03.09.2030
ГСО 8576-2004	СО зольности нефти и нефтепродуктов (ЗЛ-2)	серийное	03.09.2030
ГСО 8645-2005	СО массовой концентрации фактических смол в моторных топливах (КФСБ)	серийное	28.12.2030
ГСО 8690-2005	СО испаряемости моторных масел по методу Ноака (ИМН)	серийное	19.11.2030
ГСО 9475-2009	СО массовой концентрации железа в автомобильных бензинах (МКЖ-1)	серийное	19.11.2030
ГСО 9476-2009	СО массовой концентрации железа в автомобильных бензинах (МКЖ-2)	серийное	19.11.2030
ГСО 9477-2009	СО массовой концентрации железа в автомобильных бензинах (МКЖ-3)	серийное	19.11.2030
ГСО 9478-2009	СО массовой концентрации железа в автомобильных бензинах (МКЖ-4)	серийное	19.11.2030
<i>Приказ Росстандарта № 303 от 14.02.2025</i>			
ГСО 11534-2020	СО объемной доли N-метиланилина в бензине (СО ММА-ПА)	серийное	29.06.2030
ГСО 10729-2015	СО потерь от испарения моторного масла (СО ИМН-ПА)	серийное	19.11.2030
ГСО 11608-2020	СО условной вязкости нефтепродуктов (СО ВУ-ПА)	серийное	27.11.2030
ГСО 9817-2011	СО давления насыщенных паров нефтепродуктов (ДНП-ПА)		19.11.2030
ГСО 11609-2020	СО состава лозартана калия (НЦСО-Лозартан калия)	серийное	27.11.2030
ГСО 11629-2020	СО предельной температуры фильтруемости дизельного топлива на холодном фильтре (ПТФ-СХ)	серийное	28.12.2030
ГСО 9322-2009	СО массовой концентрации хлористых солей в нефтепродуктах (СТ-НП-ХС)	серийное	18.12.2030
ГСО 9323-2009	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СТ-НП-С)	серийное	18.12.2030
ГСО 9324-2009	СО массовой доли воды в нефтепродуктах (СТ-НП-В)	серийное	18.12.2030
ГСО 9325-2009	СО кинематической вязкости нефтепродуктов (СТ-НП-ВК)	серийное	18.12.2030
ГСО 9326-2009	СО массовой доли механических примесей в нефтепродуктах (СТ-НП-МП)	серийное	18.12.2030
ГСО 9327-2009	СО давления насыщенных паров нефтепродуктов (СТ-НП-ДНП)	серийное	18.12.2030
ГСО 9328-2009	СО плотности нефтепродуктов (СТ-НП-П)	серийное	18.12.2030
ГСО 9517-2010	СО кинематической вязкости нефтепродуктов (СТ-НП-ВК40)	серийное	18.12.2030
ГСО 9518-2010	СО кинематической вязкости нефтепродуктов (СТ-НП-ВК50)	серийное	18.12.2030
ГСО 9519-2010	СО кинематической вязкости нефтепродуктов (СТ-НП-ВК100)	серийное	18.12.2030
ГСО 9520-2010	СО фракционного состава нефтепродуктов (СТ-НП-ФС1)	серийное	18.12.2030
ГСО 9521-2010	СО температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле (СТ-НП-ТВОТ)	серийное	18.12.2030
ГСО 9522-2010	СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле (СТ-НП-ТВЗТ)	серийное	18.12.2030

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до
ГСО 9834-2011	СО фракционного состава нефтепродуктов (СТ-НП-ФС2)	серийное	18.12.2030
<i>Приказ Росстандарта № 428 от 28.02.2025</i>			
ГСО 11504-2020/ ГСО 11505-2020	СО состава молочных продуктов (набор МС-1 СО УНИИМ)	серийное	18.05.2030
ГСО 11542-2020	СО состава кетамина гидрохлорида (МЭЗ-003)	серийное	29.06.2030
ГСО 11543-2020	СО состава лорноксикама (МЭЗ-005)	серийное	29.06.2030
ГСО 9562-2010	СО содержания хлорорганических соединений в нефти (ХОН-2-НС)	серийное	18.05.2030
ГСО 9513-2010	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,0003-НС)	серийное	18.05.2030
ГСО 9514-2010	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,0005-НС)	серийное	18.05.2030
ГСО 9515-2010	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,0010-НС)	серийное	18.05.2030
ГСО 9516-2010	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,0025-НС)	серийное	18.05.2030
ГСО 9732-2010	СО кислотного числа нефтепродуктов (КЧ-0,3-НС)	серийное	16.10.2030
ГСО 9733-2010	СО кислотного числа нефтепродуктов (КЧ-1,0-НС)	серийное	16.10.2030
ГСО 9816-2011	СО фракционного состава товарной нефти (ФС-ТН-НС)	серийное	16.10.2030
<i>Приказ Росстандарта № 498 от 13.03.2025</i>			
ГСО 9560-2010	СО состава порошка стали высоколегированной типа ПХ18Н15 (С62)	серийное	01.07.2030
ГСО 11503-2020	СО состава подсолнечных масел (комплект СОПМ)	серийное	18.05.2030
<i>Приказ Росстандарта № 533 от 20.03.2025</i>			
ГСО 9430-2009	СО состава раствора этилмеркаптана в этаноле (ЭМК-1)	серийное	18.05.2030
ГСО 11516-2020	СО вязкости жидкости (РЭВ-ВНИИМ-50)	серийное	19.05.2030
ГСО 11517-2020	СО вязкости жидкости (РЭВ-ВНИИМ-100)	серийное	19.05.2030
ГСО 11518-2020	СО вязкости жидкости (РЭВ-ВНИИМ-200)	серийное	19.05.2030
ГСО 11519-2020	СО вязкости жидкости (РЭВ-ВНИИМ-10000)	серийное	19.05.2030
ГСО 11520-2020	СО вязкости жидкости (РЭВ-ВНИИМ-30000)	серийное	19.05.2030
ГСО 11521-2020	СО вязкости жидкости (РЭВ-ВНИИМ-60000)	серийное	19.05.2030
<i>Приказ Росстандарта № 642 от 01.03.2025</i>			
ГСО 2960-84	СО состава трилона Б 1-го разряда	серийное	18.05.2030
ГСО 9654-2010	СО состава раствора соляной кислоты	серийное	18.05.2030
ГСО 9655-2010	СО состава этилендиаминтетрауксусной кислоты	серийное	18.05.2030
ГСО 10695-2015	СО массовой доли элементов в нефтепродукте (МДЭН 21 СО УНИИМ)	серийное	18.05.2030
ГСО 10696-2015	СО состава продуктов изнашивания авиационного газотурбинного двигателя (СОЧПИ ГТД СО УНИИМ)	серийное	18.05.2030
ГСО 10734-2015	СО сорбционных свойств нанопористого цеолита (Zeolite СО УНИИМ)	серийное	18.05.2030
ГСО 10735-2015	СО сорбционных свойств нанопористого углерода (С СО УНИИМ)	серийное	18.05.2030

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до
<i>Приказ Росстандарта № 673 от 04.04.2025</i>			
ГСО 9559-2010	СО состава закиси-оксида урана (комплект СОУ Ч)	единичное	31.05.2070
<i>Приказ Росстандарта № 731 от 10.04.2025</i>			
ГСО 9835-2011	СО минерального состава воды природной (МСВ АК)	серийное	19.11.2030
ГСО 10592-2015	СО изотопного состава урана в диоксиде урана (комплект СО ОУ)	серийное	26.05.2030
<i>Приказ Росстандарта № 814 от 25.04.2025</i>			
ГСО 9734-2010	СО состава зерна и продуктов его переработки	серийное	29.06.2030
ГСО 9875-2011	СО состава субстанции «Триазавирин®»	серийное	28.12.2030
ГСО 11559-2020	СО состава ибупрофена (ГИЛС-Ибупрофен)	серийное	07.08.2030
ГСО 11569-2020	СО состава флуконазола (ГИЛС-Флуконазол)	серийное	07.08.2030
ГСО 11570-2020	СО состава азитромицина (ГИЛС-Азитромицин)	серийное	07.08.2030
<i>Приказ Росстандарта № 872 от 30.04.2025</i>			
ГСО 10628-2015	СО состава искусственной газовой смеси инертных и постоянных газов (ИП-А-0)	серийное	29.06.2030
ГСО 10629-2015	СО состава искусственной газовой смеси инертных, постоянных и углеводородных газов (ИПУ-А-2)	серийное	29.06.2030
ГСО 10630-2015	СО состава искусственной газовой смеси углеводородных газов (УГ-А-0)	серийное	29.06.2030
ГСО 10631-2015	СО состава искусственной газовой смеси хладонов (ХЛ-А-0)	серийное	29.06.2030
<i>Приказ Росстандарта № 874 от 30.04.2025</i>			
ГСО 10663-2015	СО состава черного серебра (ЧС-1)	единичное	31.07.2030
ГСО 10664-2015	СО состава оксида меди (комплект МО)	единичное	01.07.2035
<i>Приказ Росстандарта № 945 от 14.05.2025</i>			
ГСО 12128-2023	СО массовой доли фтора в каменном угле (GBW11121a)	единичное	29.11.2029
ГСО 11591-2020	СО состава угля каменного марки Т (СО-48)	единичное	31.08.2030
<i>Приказ Росстандарта № 976 от 19.05.2025</i>			
ГСО 11533-2020	СО состава хлорбензола (ХЛБ-ВНИИМ)	серийное	29.06.2030
ГСО 11546-2020/ ГСО 11550-2020	СО газопроницаемости горных пород (имитаторы) (набор СО ГП)	серийное	28.07.2030
ГСО 11575-2020	СО состава титана (Ti NON СО УНИИМ)	серийное	04.09.2030
<i>Приказ Росстандарта № 1023 от 26.06.2025</i>			
ГСО 11552-2020	СО состава тебаина (МЭЗ-004)	серийное	07.08.2030
ГСО 11553-2020	СО состава клозапина (МЭЗ-006)	серийное	07.08.2030
ГСО 11554-2020	СО состава адреналина тартрата (МЭЗ-007)	серийное	07.08.2030
ГСО 11555-2020	СО состава дроперидола (МЭЗ-008)	серийное	07.08.2030
ГСО 11556-2020	СО состава диклофенака натрия (МЭЗ-010)	серийное	07.08.2030

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до
ГСО 11557-2020	СО состава тимолола малеата (МЭЗ-011)	серийное	07.08.2030
ГСО 11558-2020	СО состава кветиапина фумарата (МЭЗ-012)	серийное	07.08.2030
<i>Приказ Росстандарта № 1057 от 02.06.2025</i>			
ГСО 164-90П	СО состава стали легированной типа 4Х3ВМФ (С22)	серийное	19.11.2030
ГСО 250-91П	СО состава стали легированной типа АС14 (УНЛ8)	серийное	19.11.2030
ГСО 431-84П	СО состава концентрата марганцеворудного (Р12)	серийное	19.11.2030
ГСО 890-92П	СО состава стали легированной типа 08Х18Н12Б (С37)	серийное	19.11.2030
ГСО 965-92П	СО состава стали легированной типа 08Х17Т (С35)	серийное	19.11.2030
ГСО 966-91П	СО состава стали легированной типа Св-08Х19Н9Ф2С2 (С41)	серийное	19.11.2030
ГСО 1148-91П	СО состава чугуна литейного типа ЛР6 (Ч5)	серийное	19.11.2030
ГСО 1181-91П	СО состава стали углеродистой типа 08кп (УНЛ1)	серийное	19.11.2030
ГСО 1423-92П	СО состава стали углеродистой типа А12 (УНЛ3)	серийное	19.11.2030
ГСО 1557-91П	СО состава стали легированной типа 20ХГНТР (УНЛ7)	серийное	19.11.2030
ГСО 2011-90П	СО состава стали легированной типа 110Г13Л (С51)	серийное	19.11.2030
ГСО 2717-93П/ 2721-93П	СО состава сталей углеродистых типов Ст0, Ст5сп, 60, 85 (комплект СО УГ17-УГ21)	серийное	19.11.2030
ГСО 4117-87	СО состава огнеупора хромитопериклазового типа ХПЗ (К5)	серийное	19.11.2030
ГСО 6382-92/ 6386-92	СО состава сталей легированных типов 5Х2МНФ, 40ХН2Л, 3Х2МНФ, 20ХН4ФА, 5ХНМ (комплект УГ33-УГ37)	серийное	19.11.2030
ГСО 7860-2000	СО состава сталей легированных типов Р9К5, Р6М5 (комплект СО ЛГ44-ЛГ48)	серийное	19.11.2030
ГСО 7868-2000	СО состава стали углеродистой типа Ст3сп (У19)	серийное	19.11.2030
ГСО 8085-94	СО состава стали легированной типа 15Х5 (С23–1)	серийное	19.11.2030
ГСО 8655-2005	СО состава феррованадия типа FeV80 (Ф40)	серийное	19.11.2030
ГСО 8656-2005	СО состава ванадия пятиокиси технической (Р30)	серийное	19.11.2030
ГСО 8695-2005	СО состава ферроникеля маложелезистого (Ф41)	серийное	19.11.2030
ГСО 9683-2010	СО состава концентрата медного типа КМ7 (Р34)	серийное	19.11.2030
ГСО 10672-2015	СО массовой доли азота и кислорода в стали (ИСО 7–14)	серийное	02.09.2030
ГСО 11645-2020	СО руды сульфидной медной Гайского ГОК (ИСО Р35–1)	серийное	28.12.2030
ГСО 11688-2021	СО огнеупора магнезитового типа П-89 (ИСО К6)	серийное	10.03.2031
ГСО 10646-2015	СО состава искусственной газовой смеси инертных и постоянных газов (ИП-К-1)	серийное	28.07.2030
ГСО 10647-2015	СО состава искусственной газовой смеси инертных и постоянных газов (ИП-К-2)	серийное	28.07.2030
ГСО 10648-2015	СО состава искусственной газовой смеси в воздухе (Air-К-1)	серийное	28.07.2030
ГСО 10649-2015	СО состава искусственной газовой смеси в воздухе (Air-К-2)	серийное	28.07.2030

Регистрационный номер СО	Наименование СО	Производство	Действует до
<i>Приказ Росстандарта № 1062 от 02.06.2025</i>			
ГСО 1534-79	СО состава стали легированной типа 6Х6В3МФС (38С1)	единичное	01.11.2055
<i>Приказ Росстандарта № 1341 от 03.07.2025</i>			
ГСО 9574-2010	СО дифракционных свойств кристаллической решетки (гексаборид лантана), ПРФ-12	серийное	12.08.2030
ГСО 11587-2020	СО состава пестицида глифосата	серийное	04.09.2030
ГСО 7865-2000	СО поглощенной дозы фотонного и электронного излучений (сополимер с феназиновым красителем) СО ПД(Ф)Р-5/50	серийное	19.11.2030
<i>Приказ Росстандарта № 1483 от 21.07.2025</i>			
ГСО 11573-2020	СО состава трамадола гидрохлорида (МЭЗ-014)	серийное	04.09.2030
ГСО 11574-2020	СО состава кодеина основания (МЭЗ-019)	серийное	04.09.2030
ГСО 11576-2020	СО изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода и метана (ИСУДУМ–М-0)	серийное	04.09.2030
ГСО 11630-2020	СО состава раствора смеси триглицеридов жирных кислот в водорастворимой матрице(СО ТЖВМ-10)	серийное	28.12.2030
<i>Приказ Росстандарта № 1658 от 12.08.2025</i>			
ГСО 10670-2015	СО состава и свойств раствора сахарозы (комплект САХАРОЗКА 10–60)	серийное	14.09.2030
ГСО 10727-2015	СО состава искусственной газовой смеси постоянных и углеводородных газов (ПУ-ВС-1)	серийное	14.09.2030

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 предоставляется 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 опубликовать статью частями, в 2 номерах). Особое внимание следует уделить качеству перевода метаданных статьи на английский язык. Желательно, чтобы перевод был выполнен носителем английского языка.
2. Необходимо указать УДК (<http://www.udk-codes.net>).
3. Заголовок статьи (не более 20 слов) и точно отражает содержание статьи, тематику и результаты проведенного научного исследования.

Приводится на русском и английском языках.

4. Аффiliation авторов. И.О.Ф. автора; полное наименование организации (сокращенное наименование организации), г. Город, Российская Федерация; ORCID; e-mail.

Очередность упоминания авторов напрямую зависит от их вклада в выполненную работу. Первым указывается автор, внесший наибольший вклад. При формировании перечня авторов необходимо соблюдать этические нормы соавторства, разработанные COPE (Committee on Publishing Ethics, <http://publicationethics.org>) (см. главу 4).

5. Аннотация на русском языке: выполняет функцию расширенного названия статьи и представляет ее содержание. Включает в себя основные разделы: Введение; Материалы и методы; Результаты исследования; Обсуждение и Заключение.

Аннотация на английском языке, Abstract, информирует читателя об основных положениях статьи. Кратко обобщает исходные данные, цель, методы, результаты, выводы и область применения результатов всей работы. Abstract состоит из 200–250 слов. Abstract четко обозначает следующие составные части: Introduction; Materials and Methods; Results; Discussion and Conclusion.

6. Ключевые слова (8–12 слов / фраз) являются поисковым образом научной статьи. В связи с этим они отражают основные положения, достижения, результаты, терминологию научного исследования. Приводятся на русском и английском языках.

7. Благодарности. В этом разделе упоминаются люди, помогавшие автору подготовить настоящую статью; организации, оказавшие финансовую поддержку. Хорошим тоном считается выражение благодарности анонимным рецензентам. Приводятся на русском и английском языках.

8. Основной текст статьи излагается на русском или английском языках и содержит следующие обязательные разделы:

- 1) Введение – постановка научной проблемы, ее актуальность, связь с важнейшими задачами, которые необходимо решить, значение для развития определенной отрасли науки или практической деятельности.

- 2) Обзор литературы. Описываются основные (последние по времени) исследования и публикации, на которые опирается автор; современные взгляды на проблему; трудности при разработке данной темы; выделение

нерешенных вопросов в пределах общей проблемы, которым посвящена статья.

3) Материалы и методы. В данном разделе описываются процесс организации эксперимента, примененные методики, использованная аппаратура; даются подробные сведения об объекте исследования; указывается последовательность выполнения исследования и обосновывается выбор используемых методов (наблюдение, опрос, тестирование, эксперимент, лабораторный опыт и т. д.).

4) Результаты исследования. Это основной раздел, цель которого при помощи анализа, обобщения и разъяснения данных доказать рабочую гипотезу (гипотезы). Результаты исследования излагаются кратко, но при этом содержат достаточно информации для оценки сделанных выводов. Также обосновывается, почему для анализа были выбраны именно эти данные. Все названия, подписи и структурные элементы графиков, таблиц, схем и т. д. оформляются на русском и английском языках.

5) Обсуждение и заключение. В заключении суммируются результаты осмысления темы, делаются выводы, обобщения и рекомендации, вытекающие из работы, подчеркивается их практическая значимость, а также определяются основные направления для дальнейшего исследования в этой области.

6) Благодарности. В этом разделе упоминаются люди, помогавшие автору подготовить настоящую статью; организации, оказавшие финансовую поддержку. Хорошим тоном считается выражение благодарности анонимным рецензентам. Приводятся на русском и английском языках.

7) Вклад соавторов. В 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. Аффiliation авторов. Ф.И.О. (полное), ученое звание, должность, организация(и), адрес организации(й) (требуется указать все места работы автора, в которых выполнялись исследования (постоянное место, место выполнения проекта и др.)), ORCID, электронная почта, телефон, почтовый адрес для отправки авторского экземпляра. Приводится на русском и английском языках.

Правила рецензирования статьи

В журнале «Эталоны. Стандартные образцы» принято «двойное слепое» (рецензент и автор не знают имен друг друга) рецензирование статей. Рецензент на основании анализа статьи принимает решение рекомендовать статью к публикации (без доработки или с доработкой) или статью отклонить. В случае несогласия автора статьи с замечаниями рецензента его мотивированное заявление рассматривается редакционной коллегией.

Политика редакции

Политика редакционной коллегии журнала базируется на современных юридических требованиях в отношении клеветы, авторского права, законности и плагиата, поддерживает Кодекс этики научных публикаций, сформулированный Комитетом по этике научных публикаций, и строится с учетом этических норм работы редакторов и издателей, закрепленных в Кодексе поведения и руководящих принципах наилучшей практики для редактора журнала и Кодексе поведения для издателя журнала, разработанных Комитетом по публикационной этике (COPE).

Допускается свободное воспроизведение материалов журнала в личных целях и свободное использование в информационных, научных, учебных и культурных целях в соответствии со ст. 1273 и 1274 гл. 70 ч. IV Гражданского кодекса РФ и лицензией Creative Commons CC BY 4.0. Иные виды использования возможны только после заключения соответствующих письменных соглашений с правообладателем.

Электронные версии статей размещаются на сайтах журнала «Эталоны. Стандартные образцы», Российской государственной библиотеки, Научной электронной библиотеки eLIBRARY.RU, электронной библиотеки «КиберЛенинка».

Журнал распространяется платно по подписке в редакции или через подписные агентства.

Технический секретарь: Тараева Наталия Сергеевна, тел.: +7 (343) 350-72-42,

e-mail: taraeva@uniim.ru, uniim@uniim.ru

www.rmjournal.ru

© «Эталоны. Стандартные образцы», 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

ИСПРАВЛЕНИЕ

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-161>

Исправление к статье «Проблема тождественности характеристик стандартных образцов состава газовых смесей одного вида, выпускаемых разными предприятиями»

Л. А. Конопелько, А. В. Колобова, О. В. Фатина

Эталоны. Стандартные образцы. 2019. Т. 15, № 3. С. 5–13.

На 3 стр. в оглавлении выпуска вместо:

Проблема тождественности характеристик стандартных образцов состава газовых смесей одного вида, выпускаемых разными предприятиями

следует читать:

Проблема повышения качества серийно выпускаемых стандартных образцов состава газовых смесей.

Оригинальная статья может быть найдена по ссылке <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2019-15-3-5-13>

ERRATUM

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-3-161>

Erratum to: The Problem of Identity of Characteristics of Reference Materials of Gas Mixture Composition of the Same Type Produced by Different Enterprises

L. A. Konopelko, A. V. Kolobova, O. V. Fatina

Measurement Standards. Reference Materials. 2019;15(3):5–13. (In Russ.).

On page 3 in the issue's table of contents instead of:

The Problem of Identity of Characteristics of Reference Materials of Gas Mixture Composition of the Same Type Produced by Different Enterprises

should read:

The Problem of Improving the Quality of Seriously Issued Certified Reference Materials of the Composition of Gas Mixtures.

The original article can be found under <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2019-15-3-5-13>

