V МЕЖДУНАРОДНАЯ
НАУЧНАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ

V INTERNATIONAL
SCIENTIFIC CONFERENCE

Ru

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ В ИЗМЕРЕНИЯХ И ТЕХНОЛОГИЯХ

REFERENCE MATERIALS IN MEASUREMENT AND TECHNOLOGY

Тезисы докладов конференции

Conference abstracts

13–16 сентября september

2022

Екатеринбург, Россия
Ekaterinburg, Russia

180 РСТ ВНИИМ им. Д. И. Менделеева

80 РСТ ВНИИМ им. Д. И. Менделеева УНИИМ

Федеральное агентство
по техническому регулированию и метрологии

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии
имени Д.И. Менделеева»

Научный методический центр Государственной службы стандартных
образцов состава и свойств веществ и материалов

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
дополнительного профессионального образования
«Академия стандартизации, метрологии и сертификации» (учебная)

V МЕЖДУНАРОДНАЯ
НАУЧНАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ В ИЗМЕРЕНИЯХ И ТЕХНОЛОГИЯХ

Тезисы докладов

Мероприятие проходит в юбилейный год 180-летия
Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им Д.И. Менделеева
и приурочено к 80-летию Уральского научно-исследовательского института метрологии

Россия, г. Екатеринбург
13-16 сентября 2022 г.

УДК 006.9:53.089.68
ISBN 978-5-9907104-1-2

V Международная научная конференция «Стандартные образцы в измерениях и технологиях»: Сборник трудов. Часть «Ru». Екатеринбург, Россия: ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», 2022.

Сборник трудов содержит материалы, посвященные общим теоретическим, метрологическим и практическим вопросам разработки, создания и применения, стандартных образцов. Предоставленные авторами материалы не рецензируются. Ответственность за аутентичность и точность цитат, имен, названий и иных сведений, а также за соблюдение законов об интеллектуальной собственности несут авторы публикуемых материалов.

© ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», 2022

Уважаемые коллеги!

Приветствуем Вас на V Международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях»

Программный и Организационный комитеты V Международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях» рад поприветствовать вас и выразить благодарность за участие.

Первая международная конференция «Стандартные образцы в измерениях и технологиях» впервые была проведена в 2013 году. Но ее исторические корни куда глубже: начатые в 2002 году совещания органов Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов трансформировались во всероссийскую конференцию, а затем получили международное участие. Организатором конференции при поддержке Минпромторга России неизменно выступает Росстандарт совместно с Научным методическим центром Государственной службы стандартных образцов.

Конференция зарекомендовала себя основной площадкой для обмена опытом и дискуссий с участием представителей национальных органов по метрологии, национальных метрологических институтов, центров стандартизации, метрологии и сертификации, ведущих экспертов в разработке и применении стандартных образцов на предприятиях и в организациях промышленного сектора.

За 20 лет в конференции участвовали более тысячи специалистов из Алжира, Азербайджана, Армении, Бельгии, Беларуси, Болгарии, Бразилии, Великобритании, Германии, Израиля, Ирана, Казахстана, Нигерии, Нидерландов, Польши, России, Словакии, Соединённых Штатов Америки, Тайваня, Узбекистана, Украины, Филиппин, Чехии, ЮАР.

Традиционно каждая конференция сопровождается выпуском сборника тезисов докладов на русском и английском языках. С 2018 года работу конференции каждый раз подытоживает выход англоязычной книги «Reference materials in measurement and technology» с научными статьями на основе докладов конференции. На русском языке статьи публикуются в журнале «Эталоны. Стандартные образцы».

Развитие международной и национальной эталонной базы, обеспечение иерархической передачи единиц величин стандартными образцами высшей степени точности неизменно влечет за собой расширение номенклатуры стандартных образцов. Над решением этой и других задач работают ведущие специалисты в обеспечении измерений стандартными образцами. И именно эти вопросы вынесены на профессиональное обсуждение V Международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях».

Организаторы V Международной научной конференции
«Стандартные образцы в измерениях и технологиях»
желают участникам активной и плодотворной работы,
расширения круга партнеров и новых перспективных проектов!

СОДЕРЖАНИЕ

1. **Kuselman I., Pennecchi F.R., Hibbert D.B.**
Conformity assessment of a candidate reference material: risks related to a certified value due to its uncertainty and a mass balance constraint ……...…. 10

2. **Аверкин Д.В.**
Разработка мер размера частиц в жидкой среде ……... 11

3. **Агафонов О.С. Прудников С.М.**
Градуировка аттестационного ЯМР-анализатора АМВ-1006М для определения масличности семян подсолнечника по натуральным образцам подсолнечного масла …….. 13

4. **Аронов И.П., Собина Е.П.**
Совершенствование методов передачи единицы пористости от государственного первичного эталона единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объёма пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твёрдых веществ и материалов ГЭТ 210 ……. 15

5. **Аронов П.М., Собина Е.П., Мигаль П.В., Кремлева О.Н., Фирсанов В.А., Медведевских С.В.**
Совершенствование математического алгоритма характеризации стандартных образцов, проведенной способом межлабораторного эксперимента ……. 17

6. **Атаев Р.Р., Габидова А.Э., Самсонова Т.Ю.**
Обеспечение единства измерений в фармацевтическом анализе ……... 18

7. **Ахметов М.Ф., Зобнина О.Н.**
Решение современных проблем в оснащении аналитических лабораторий ……. 20

8. **Ахметова Е.А., Степановских В.В., Эндеберя Т.С., Щукина М.Ю., Бодров В.В.**
Выпуск стандартных образцов материалов на основе титана и меди …… 21

9. **Балабина А.А.**
Основные проблемы применения стандартных образцов при поверке средств измерений ……..... 23

10. **Барановская В.Б.**
Метрология химического анализа в науке, образовании и производстве ……. 25

11. **Белов А.В.**
Реализация потребностей предприятия в межлабораторных сличительных испытаниях посредством аккредитованных провайдеров …….. 27

12. **Бухбиндер Г.Л., Маланчик М.В., Каримова Т.А., Качин С.В.**
Аттестация стандартных образцов методом АЭС-ИСП с градуировкой по отношениям концентраций ……. 29

13. **Васильев А.С., Казанцев В.В., Тюрнина А.Е., Шипицына М.В.**
Разработка стандартных образцов однослойных и двухслойных покрытий для метрологического обеспечения в области измерения поверхностной плотности и толщины покрытий …….. 31

14. **Вихрова С.В., Рутенберг О.Л., Питерских И.А., Петухов А.Е., Баринская Т.О.**
Разработка стандартных образцов массовой концентрации токсикантов в крови… 33

15. **Волегова Е.А., Сердюков С.В., Цай И.С., Маслова Т.И., Волегов А.С.**
Стандартные образцы как средство метрологического обеспечения контроля качества магнитотвердых материалов ……...…… 35

16. **Волегова Е.А., Маслова Т.И., Цай И.С.**
Разработка стандартных образцов объемной доли ферритной фазы в аустенитных и феррито-аустенитных сталях ……... 37

17. **Вонский М.С., Рунов А.Л., Горячая Т.С., Курчакова Е.В.**
Перспективы разработки стандартных образцов ДНК для лабораторной диагностики онкологических заболеваний …….. 39

18. **Востроknутова Е.В., Табатчикова Т.Н., Лебедева Е.Л., Мигаль П.В., Собина Е.П., Собина А.В.**
Разработка высокоточной методики измерений массовой доли меди, цинка в сыворотке крови методом изотопного разбавления и масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой ……. 41

19. **Гегечкори В.И., Шатилина А.А., Левко А.А., Шестаков В.Н.**
Применение протеомного анализа в идентификации стандартного образца панкреатина……... 43

20. **Гегечкори В.И., Шульга Н.А., Князев А.М., Чадова Н.Н., Шестаков В.Н.**
Создание стандартных образцов утверждённого типа для примесей активных фармацевтических субстанций ……... 45

21. **Голынец О.С., Медведевских М.Ю., Эпштейн С.А., Кочеткова Е.М.**
Актуальные вопросы методического обеспечения контроля состава отходов переработки и сжигания углей ……... 47

22. **Гребенникова Т.В., Кулябина Т.В., Кулябина Е.В.**
О возможности создания стандартных образцов прионов в биологическом материале человека и животных ……..…….. 50

23. **Громов А.А., Жанжора А.П., Тенишев В.П., Коваленко О.И.**
Стандартные образцы поглощённой дозы в процессах радиационной обработки медицинских изделий, сельскохозяйственной и пищевой продукции ……... 52

24. **Грязских Н.Ю., Иванов А.В., Полунина Е.П.**
Проблемы метрологического обеспечения коагулометрического анализа ……... 55

25. **Гуляева А.Ю., Акмаев Э.Р., Муравьева В.Б., Хрущев А.Ю., Соболева Н.И., Бондаренко В.О., Колячкина С.В.**
Разработка стандартного образца состава тилозина тартрата …… 57

26. **Демьянов А.А., Неклюдова А.А., Сулаберидзе В.Ш.**
Температурная зависимость вязкости – важнейшая характеристика нефти и нефтепродуктов …… 59

27. **Домбровская М.А., Лисиенко Д.Г., Кубрина Е.Д.**
Стандартные образцы состава иридия ……... 61

28. **Дубинчик А.Г., Свистунов И.Н.**
Прослеживаемость средств измерений при использовании стандартных образцов …… 63

29. **Ермакова Я.И., Зябликов Д.Н., Иванов А.В., Зябликова И.Н.**
Разработка универсального палладиевого модификатора для атомно-абсорбционной спектрометрии с электротермической атомизацией…. 65

30. **Заречнова А.А., Корчагина Е.Н., Мишина К.А.**
О разработке стандартного образца удельной энергии сгорания додекана (ДН-ВНИИМ) 67

31. **Засухин А.С., Собина Е.П., Мигаль П.В.**
Совершенствование метрологического обеспечения измерений газообразующих элементов в твердых веществах и материалах 69

32. **Зеленкова А.В., Прокопьева С.В., Максимчук Е.В.**
Опыт производства стандартных образцов в АО «Иргиредмет» 71

33. **Зырянова И.Н., Владимирова Е.В., Рыжов В.В.**
Разработка и применение порошкообразных стандартных образцов массовой доли общей ртути в пищевой продукции 73

34. **Зыскин В.М., Собина А.В.**
Разработка методики воспроизведения единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации висмута (III) в металлическом висмуте и его растворах методом кулонометрии с контролируемым потенциалом 75

35. **Зябликов Д.Н., Зябликова И.Н., Ермакова Я.И., Иванов А.В.**
Государственные стандартные образцы лантана, ниобия, неодима 78

36. **Казарцев Я.В., Корчагина Е.Н.**
Перспективы разработки стандартных образцов температуры плавления органических веществ 80

37. **Кузнецова М.Ф., Собина А.В., Засухин А.С.**
Разработка стандартного образца массовой доли титана в твердой матрице 82

38. **Кулябина Е.В., Кулябина Т.В., Гребенникова Т.В., Мелкова О.Н., Морозова В.В., Морозов В.Ю.**
Относительно стандартных образцов вирионоподобных частиц на основе белков, а также стандартных образцов состава и свойств рекомбинантных бакуловирусов 84

39. **Лузянина П.А., Попкова Г.Н.**
Анализ стандартного образца ферросиликомарганца методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой 86

40. **Малов А.М., Шемаев М.Е., Лапина Н.В.**
О разработке стандартных образцов состава биологических сред, содержащих металлы 88

41. **Мальгинова Н.А., Корчагина Е.Н., Казарцев Я.В.**
Перспективы разработки стандартных образцов числа Воббе 90

42. **Матвеева И.Н., Толмачев В.В., Забелина А.А.**
Некоторые вопросы применения концепции прослеживаемости при определении механических свойств металлов при статическом растяжении с использованием стандартного образца ГСО 11854-2021 92

43. **Медведевских С.В., Собина Е.П., Кремлева О.Н.**
Государственная служба стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов. Задачи, деятельность и направления развития 94

44. **Мельник Е.А., Сысолятина А.А.**
Поиск стандартных образцов утвержденных типов для обеспечения контроля косметической продукции на предмет запрещенных веществ 98

45. **Мигаль П.В., Собина Е.П., Аронов П.М., Кремлева О.Н., Фирсанов В.А., Медведевских С.В.**
О стабильности стандартных образцов ……. 101

46. **Мишина К.А., Корчагина Е.Н.**
О потребности в метрологическом обеспечении в области изотермической калориметрии титрования ……... 102

47. **Морозова В.В., Кулябина Е.В., Морозов В.Ю.**
Стандартные образцы как средства метрологического обеспечения достоверности идентификации качественных свойств биологических субстанций ……. 104

48. **Мыца Д.Д.**
Сравнительный анализ однородности рудных золотосодержащих стандартных образцов элементного состава от мировых производителей …….. 107

49. **Непомилуев А.М., Шипицын А.П., Тюрнина А.Е.**
Исследование стандартных образцов температуры и удельной энтальпии фазовых переходов металлов и солей металлов ……..... 109

50. **Оганян Н.Г., Добровольский В.И.**
Использование сертифицированных стандартных образов в метрологической деятельности в соответствии с документами МОЗМ ……... 111

51. **Парфенова Е.Г., Сергеева А.С., Касилюнас А.В., Медведевских С.В.**
Применение первичных референтных методик измерений для метрологического обеспечения пищевой и сельскохозяйственной промышленности …… 114

52. **Первухина О.Е., Сергеева А.С., Студенок В.В., Петухов П.А., Майгурова В.Н.**
О разработке метрологического обеспечения идентификации и количественного определения содержания неинфекционных пищевых аллергенов белкового животного или растительного происхождения в пищевых продуктах …….. 117

53. **Плясунова С.В., Собина Е.П.**
Опыт Уральского научно-исследовательского института метрологии–филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в области проведения межлабораторных сличительных испытаний по калибровке средств измерений ……. 119

54. **Полунина Е.П., Иванов А.В., Грязских Н.Ю.**
Проблематика создания образцов для межлабораторных сличительных испытаний ……. 121

55. **Пономарева О.Б., Канаева Ю.В., Гайко М.В.**
Методики измерений показателей состава воздушных сред. Разработка и применение ……... 123

56. **Попов А.А.**
Перспективы цифровизации обеспечения метрологической прослеживаемости средств измерений и стандартных образцов через облачные технологии …… 125

57. **Рязанова Т.К., Куркин В.А.**
Вопросы использования стандартных образцов при анализе лекарственного растительного сырья и лекарственных растительных препаратов ……. 126

58. **Рунов А.Л., Вонский М.С.**
Проблемы разработки стандартных образцов для идентификации личности в судебной медицине …….. 128

59. **Саакян А.В., Аленичев М.К., Левин А.Д.**
Классификация алкогольной продукции по спектрам флуоресценции с обработкой данных методом машинного обучения ……. 130

60. **Сергеева А.С., Шохина О.С., Голынец О.С., Туринцева А.Б.**
Рабочий эталон для испытаний и поверки средств измерений, входящих в системы автоматического контроля сбросов загрязняющих веществ 131

61. **Сердюков С.В., Маслова Т.И., Цай И.С., Волегова Е.А.**
Разработка стандартных образцов динамических магнитных свойств стали электротехнической холоднокатаной изотропной 134

62. **Собина А.В., Собина Е.П., Кремлева О.Н.**
О способах реализации метрологической прослеживаемости к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019 136

63. **Собина Е.П., Аронов П.М., Мигаль П.В., Кремлева О.Н., Фирсанов В.А., Медведевских С.В.**
Совершенствование алгоритмов оценивания однородности стандартных образцов дисперсных и монолитных веществ 140

64. **Степанов А.С., Канаева Ю.В.**
Совершенствование методологии по внедрению методик (методов) измерений (испытаний) в деятельность испытательных лабораторий 142

65. **Степановских В.В., Хузагалеева Р.К., Колпакова Е.К.**
Метрологическая прослеживаемость аттестованных характеристик матричных стандартных образцов 145

66. **Степановских В.В.**
Производство стандартных образцов для металлургии. Состояние и перспективы 147

67. **Тенишев В.П.**
Стандартные образцы поглощенной дозы: расширение динамического диапазона и усовершенствование неопределенности измерений 149

68. **Ткачук А.П., Гущин В.А., Кулябина Т.В., Морозова В.В., Кулябина Е.В.**
Научные исследования и разработка методик измерений содержания патогенных биологических агентов в биологической матрице и стандартных образцов состава и свойств патогенных биологических агентов 151

69. **Третьякова М.В., Лащенова Е.А., Игнатенко Т.И.**
Новые тенденции формирования номенклатуры стандартных образцов для спектрального анализа, выпускаемых ЗАО «ИСО» 153

70. **Ушал И.Э., Михеева А.Ю., Гегечкори В.И., Максакова И.Б., Иванова А.Ю., Елисеева Л.В., Коршунова А.В., Крылов А.И.**
Разработка стандартных образцов фармацевтических субстанций. Особенности определения чистоты веществ, являющихся органическими солями 155

71. **Фалкин Д.В.**
Проблемы выбора и применения стандартных образцов и реактивов в лабораториях 157

72. **Фатина О.В., Колобова А.В, Конопелько Л.А., Соколов Т.Б.**
Особенности применения стандартных образцов-имитаторов для метрологического обеспечения газоаналитических приборов 158

73. **Филимонов И.С., Левин А.Д.**
Актуальные проблемы метрологического обеспечения в здравоохранении 160

74. **Ченцова Ю.С., Толмачев В.В., Забелина А.А.**
Учет в бюджете неопределенности прослеживаемости к стандартному образцу утвержденного типа ГСО 11934-2022 при испытании на ударный изгиб ……. 162

75. **Чубченко Я.К.**
Разработка стандартных образцов изотопного состава …….. 164

76. **Шимолин А.Ю., Собина А.В.**
Разработка стандартного образца состава кофеина ……. 166

77. **Шипицын А.П., Непомилуев А.М., Тюрнина А.Е.**
Исследование стандартных образцов температуры фазовых переходов органических веществ на основе ацетата натрия безводного и метансульфоната натрия …… 168

78. **Шипицын А.П., Непомилуев А.М., Тюрнина А.Е.**
Исследование стандартных образцов температуры фазовых переходов (температуры Кюри) …… 169

79. **Шушунова С.Н.**
Работы по производству стандартных образцов, выполненные акционерным обществом «Западно-Сибирский Испытательный центр» в 2021-2022 гг. …… 171

80. **Щекотихин А.Е., Тевяшова А.Н., Кулябина Е.В., Кулябина Т.В.**
Стандартные образцы содержания биологических препаратов и коньюгатов, состава фармацевтических субстанций противомикробных препаратов, лекарственного растительного сырья …… 173

81. **Щукина Е.П., Горяева Л.И.**
Разработка комплекта стандартных образцов молярной концентрации глюкозы в растворе …… 175

82. **Юшина А.А., Асеев В.А., Левин А.Д.**
Меры и стандартные образцы для метрологического обеспечения спектроскопии комбинационного рассеяния ……... 178

83. **Рудницкая Е.В.**
Базовая кафедра «Метрология стандартных образцов» ФГАОУ ДПО АСМС ……. 180

84. **Черепанов М.А.**
Академия стандартизации метрологии и сертификации (учебная) 182

УДК 53.089.68
ГРНТИ 90.03.19

Conformity assessment of a candidate reference material: risks related to a certified value due to its uncertainty and a mass balance constraint

Ilya Kuselman[1], Francesca R. Pennecchi[2], D. Brynn Hibbert[3]

[1]Independent Consultant on Metrology, Israel, ilya.kuselman@bezeqint.net
[2] Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica (INRIM), Italy, f.pennecchi@finrim.it
[3] School of Chemistry, UNSW Sydney, Australia, b.hibbert@unsw.edu.au

A methodology for the Bayesian evaluation of risks of false decisions on conformity of a multicomponent material due to measurement uncertainty was developed recently [1]. In continuation of this development, an IUPAC/CITAC Guide taking into account the mass balance constraint of the data and using Monte Carlo simulations is now under preparation for publication [2]. The Guide could be helpful in different applications in analytical chemistry and metrology. In particular, when a project for development of a reference material (RM) includes specification limits of the characterized properties, i.e., their desired levels by Sec. 6.2 of ISO Guide 35:2017, evaluation of the risks of false decisions on the RM conformity to these limits is possible according to the concepts of the IUPAC/CITAC guidelines. As an example, the results of testing a potassium iodate batch, considered as a candidate reference material of potassium iodate purity, were analyzed and discussed [3]. Different scenarios of the risks related to determination of potassium iodate purity were studied, when the direct or indirect test method is applied, as well as when both are used simultaneously.

REFERENCES

1. Kuselman I., Pennecchi F.R., R.J.N.B. da Silva, 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. 2021;93(41):113-154. https://doi.org/10.1515/pac-2019-0906
2. Pennecchi F.R., Kuselman I., Hibbert D.B. IUPAC/CITAC Guide: Evaluation of risks of false decisions in conformity assessment of a substance or material with a mass balance constraint (IUPAC Technical Report). Available at: https://iupac.org/project/2019-012-1-500 [Accessed 15 June 2022].
3. 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

УДК 543.08, 544.77.022
ГРНТИ 90.03.07, 90.29.25, 90.27.31

Разработка мер размера частиц в жидкой среде

Аверкин Д. В.[1,2]

[1] ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений», г.п. Менделеево, Московская область, Россия

[2] Тверской государственный университет, г. Тверь, Россия, e-mail: averkin@vniiftri.ru

Аннотация: Проводятся исследования по разработке мер размера частиц в жидкой среде на основе водных суспензий полистирольных латексных сфер. Характеризация физико-химических свойств синтезированных полистирольных латексных сфер проводилось на оборудовании из состава Государственного первичного эталона единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов ГЭТ 163-2020. Исследованы метрологические характеристики полученных в ходе разработки мер размера частиц в жидкости.

Ключевые слова: частица, полистирольные латексы, микроэмульсия, ГЭТ 163-2020, мера, эмульсионная полимеризация, коллоидная частица

Стандартные образцы и меры размеров частиц в метрологии предназначены для калибровки и поверки анализаторов размеров частиц, а также для контроля метрологических характеристик этих анализаторов. В качестве мер и стандартных образцов размеров частиц при проведении контроля метрологических характеристик средств измерений, предназначенных для измерения дисперсных параметров суспензий, эмульсий и порошкообразных материалов, могут выступать взвеси металлических порошков, например, корунда, и взвеси латексных сфер на основе полиметилметакрилата и полистирола. Наиболее универсальными и распространенными стандартными образцами и мерами размера частиц по своим совокупным физико-химическим характеристикам являются образцы на основе полистирольных латексных сфер. Первым способом получения монодисперсных частиц на основе полистирольных латексных сфер является эмульсионная полимеризация в нерастворимой со стиролом среде [1,2]. Вторым способом является дисперсионная полимеризация стирола в присутствии стабилизаторов в виде различных полимеров – поливинилпирролидона, полиметилметакрилата, полиакриловой кислоты [3-6].

Целями проводимых исследований являлись, разработка мер размера частиц в жидкости на основе полистирольных латексных сфер в диапазоне размеров от 0,08 мкм до 1 мкм и определение метрологических характеристик полученных мер.

С целью разработки мер размера частиц в жидкости, на данном этапе работ, для получения суспензии с заданными характеристиками применялся метод эмульсионной полимеризации путем инициирования полимеризации на поверхности синтезированных в одну стадию монодисперсных латексных сфер. Исследование гранулометрического состава полученных водных суспензий полистирольных латексных сфер (суспензия) проводилось на оборудовании из состава Государственного первичного эталона единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов ГЭТ 163-2020 методами динамического рассеяния света (ДРС) и дифракции лазерного излучения (ДЛИ) [7].

В результате была разработана технология получения суспензий с заданными медианными значениями диаметра частиц, лежащих в воспроизводимых диапазонах. Все суспензии из указанного списка были исследованы методами ДЛИ и ДРС. Для указанных диапазонов размера частиц были рассчитаны значения относительного среднего квадратического отклонения (S). Расчет S для суспензий проводили по измеренным медианным значениям по формуле [8]:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \cdot 100\% \quad (1)$$

где x_i – i-е измеренное значение или показание в ряду из n значений; $\bar{x}$ - среднее арифметическое из n измеренных значений или показаний.

В результате исследования метрологических характеристик, полученных в ходе разработки мер размера частиц в жидкости установлено, что S суспензий, изученных методом ДЛИ, не превышает 3,2%, для суспензий, изученных методом ДРС, S не превышает 6%.

В настоящее время разработка мер размера частиц в жидкости находится на стадии утверждения типа.

ЛИТЕРАТУРА

1. Эмульсионная полимеризация гидрофобных мономеров в высокодисперсных эмульсиях / И.А. Грицкова [и др.] // Высокомолекулярные соединения. 1991. Т. (А) 33, № 7. С. 1476–1483.
2. Прокопов Н.И., Грицкова И.А. Особенности гетерофазной полимеризации стирола при образовании поверхностно-активных веществ на границе раздела фаз // Успехи химии. 2001. № 9. С. 890-900.
3. Dynamic optimization of semi-batch emulsion co-polymerization reactor for styrene/butyl acrylate in the presence of a chain transfer agent / R. Paulen [et al.] // Computer-aided chemical engineering. 2013. V. 32. P. 721–726. https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63234-0.50121-4
4. Macbeth A.J., Lin Z., Goddard J.M. General method for emulsion polymerization to yield functional terpolymers // MethodsX. 2020. V. 7. 101110. https://doi.org/10.1016/j.mex.2020.101110
5. Poly(methyl methacrylate)/polystyrene composite latex particles with a novel core/shell morphology / T. Wang [et al.] // Journal of Materials Science. 2010. V. 45. P. 3392–3395. https://doi.org/10.1007/ S10853-010-4449-9
6. Synthesis of raspberry-like poly(styrene–glycidyl methacrylate) particles via a one-step soap-free emulsion polymerization process accompanied by phase separation / F. Xinlong [et al.] // Langmuir. 2013. V. 29. P. 11730–11741. https://doi.org/10.1021/la402759w
7. Совершенствование Государственного первичного эталона единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов ГЭТ 163–2010 / М. В. Балаханов [и др.] // Измерительная техника. 2018. № 12. С. 3–7. https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2018-12-3-7
8. РМГ 29-2013 ГСИ. Метрология. Основные термины и определения. М. : Стандартинформ, 2014. С. 12.

УДК 547:620.11:006.91:53.089.68
ГРНТИ 90.03.21

Градуировка аттестационного ЯМР-анализатора АМВ-1006М для определения масличности семян подсолнечника по натуральным образцам подсолнечного масла

Агафонов О. С., Прудников С. М.

ФГБНУ Федеральный научный центр «Всероссийский научно-исследовательский институт масличных культур им. В. С. Пустовойта», г. Краснодар, Россия, e-mail: vniimk@rambler.ru

Аннотация: В исследовании приведены результаты исследования градуировки аттестационного ЯМР-анализатора АМВ-1006М с использованием натуральных семян подсолнечника и маслами, полученными из них, а также рафинированными и дезодорированными маслами. Установлено, что градуировочные зависимости, полученные, при использовании масел по своим метрологическим характеристикам не уступают полученным с использованием семян подсолнечника.

Ключевые слова: градуировка, ЯМР-анализатор, масличность, влажность, стандартные образцы (СО), подсолнечник

Промышленное использование импульсного метода ядерного магнитного резонанса (ЯМР) для определения масличности семян подсолнечника широко начало применяться в Советском Союзе с середины 80-х годов прошлого века с началом серийного выпуска ЯМР-анализаторов АМВ-1002. В дальнейшем их сменили ЯМР-анализаторы АМВ-1006, а в настоящее время на предприятиях масложирового комплекса России используются ЯМР-анализаторы АМВ-1006М [1]. В настоящее АМВ-1006М широко используется для определения показателей масличности и влажности в соответствии с методикой, утвержденной [2,3].

Градуировка этих анализаторов для определения масличности семян подсолнечника осуществляется с использованием ГСО 3107-84 [3,4], которые до истечения срока действия Свидетельства об утверждении типа в 2016 году использовались и для поверки ЯМР-анализаторов АМВ-1006М.

СО, изготовленные на основе химически инертных веществ-имитаторов (кремнийорганических жидкостей) [6] ЯМ-релаксационных характеристик протонов масла в семенах подсолнечника, проходят аттестацию метрологических характеристик (показатель масличности) на специальном аттестационного ЯМР-анализаторе АМВ-1006М, градуировка которого проводится по натуральным образцам семян подсолнечника с различной масличностью, определяемой экстракционным методом по ГОСТ 10857-64 [7].

При проведении градуировки по натуральным семенам подсолнечника использовали пять образцов семян массой 100 -120 г каждой масличности, которые предварительно анализировали на ЯМР-анализаторе с использованием разработанного программного обеспечения [8]. Далее определяли их масличность в пересчете на абсолютно сухое вещество в четырех параллельных определениях на двух различных банях для каждого образца. За результаты измерения принимали средние значения масличности семян и амплитуд сигналов ЯМР протонов масла для каждого образца.

Полученные результаты использовали для построения градуировочных зависимостей массы масла в анализируемой пробе семян от амплитуды сигнала ЯМР протонов масла (или его имитатора).

Целью наших исследований являлась возможность использования для градуировки аттестационного ЯМР-анализатора АМВ-1006М натуральных образцов подсолнечного масла, масса которых измерялась на аналитических весах с погрешностью 0,001г.

При проведении исследований использовались образцы подсолнечного масла, полученные экстракцией и прессованием, образцов семян подсолнечника селекции ВНИИМК,

образцов товарных семян подсолнечника, выращенных в регионах России, а также образцов подсолнечного масла, приобретенных в торговых сетях с различным жирнокислотным составом и значением кислотного числа масла.

Установлено, что полученные градуировочные зависимости по своим метрологическим характеристикам (погрешность определения масличности не более ±0,2% абс.) не уступают результатам градуировки по семенам подсолнечника с использованием метода экстракции. Выявлено, что приготовленные для градуировки образцы подсолнечного масла, хранящиеся при температуре 8 °С, могут использоваться для градуировки на протяжении не менее 3 месяцев.

ЛИТЕРАТУРА

1. ЯМР-анализатор АМВ-1006М. Руководство по эксплуатации М Р2.00495.964 РЭ. Краснодар: ВНИИМК, 2016. С. 46.
2. ГОСТ 8.597-2010 ГСИ. Семена масличных культур и продукты их переработки. Методика измерений масличности и влажности методом импульсного ядерного магнитного резонанса. М. : Стандартинформ, 2012. С. 8.
3. Прудников С.М. Научно-практическое обоснование способов идентификации и оценки качества масличных семя и продуктов их переработки на основе метода ядерной магнитной релаксации : диссертация ... доктора технических наук : 05.18.06, 05.18.15. Краснодар, 2003. 265 с.
4. Имитатор сигналов свободной прецессии ядерного магнитного резонанса и спиновых эхо от масла в семенах масличных культур: пат. 2191998 РФ; № 2000129291/28, заявл. 22.11.2000; опубл. 27.10.2002.
5. Витюк Б. Я., Аспиотис Е. Х. Стандартные образцы для градуировки и поверки ЯМР-анализаторов масличности и влажности семян масличных культур // I Всесоюзное совещание спектроскопии координационных соединений: тез. докл. Краснодар: 1980. С. 16.
6. Рейхофельд Л. Химия и технология кремнийорганических эластомеров. Химия. Ленинград. 1980. 234 с.
7. ГОСТ 10857-64 Семена масличные. Метод определения масличности. М.: Стандартинформ, 2010. С. 6.
8. Агафонов О.С., Зверев Л.В., Прудников С.М. Программный комплекс управления, приёма, обработки и хранения информации ЯМР-Анализатора. Свидетельство о регистрации программы для ЭВМ 2019666343, 09.12.2019. Заявка № 2019663063 от 09.10.2019.

УДК 539.217.5:620.11:53.089.68
ГРНТИ 90.03.19

Совершенствование методов передачи единицы пористости от государственного первичного эталона единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объёма пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твёрдых веществ и материалов ГЭТ 210

Аронов И. П., Собина Е. П.

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: AronovIP@uniim.ru

Аннотация: В работе представлены стандартные образцы, аттестованные с помощью Государственного первичного эталона единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объёма пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твёрдых веществ и материалов ГЭТ 210-2019. Данные образцы разработаны лабораторией 251 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Мендлееева», служат для передачи единицы пористости от ГЭТ 210 и востребованы в нефтяной и строительной отраслях. Помимо образцов, выпускаемых непосредственно на ГЭТ 210-2019, в работе представлены стандартные образцы удельного электрического сопротивления горных пород, а также стандартные образцы пористости для анализаторов на основе метода ядерного магнитного резонанса (ЯМР).

Ключевые слова: ГЭТ 210, петрофизические исследования, стандартный образец, удельная адсорбция, удельный объём пор, удельная поверхность, размер пор, открытая пористость, газопроницаемость, удельное электрическое сопротивление

В настоящее время одним из наиболее востребованным способом обеспечения единства измерений является применение стандартных образцов (далее – СО). Особенно важным при этом является наличие прослеживаемости аттестованных значений СО к первичным эталонам единиц величин. На сегодняшний момент с использованием Государственного первичного эталона единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объёма пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твёрдых веществ и материалов ГЭТ 210-2019 аттестуется множество СО утвержденного типа [1]. Данные образцы обеспечивают единство измерений сорбционных свойств, необходимое в строительной отрасли и химической промышленности. Также на ГЭТ 210 аттестуются образцы с аттестованными значениями размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости, необходимые для нефтяной и газовой промышленности [2-3]. В табл. 1 представлены метрологические характеристики стандартных образцов перечисленных выше единиц величин, выпускаемые на ГЭТ 210.

Данные СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений сорбционных характеристик, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости. СО могут быть использованы для поверки, калибровки средств измерений, испытаний средств измерений в целях утверждения типа.

Помимо данных СО с прослеживаемостью к ГЭТ 210 лаборатория 251 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Мендлееева» занимается выпуском стандартных образцов удельного электрического сопротивления, а также ведет разработки СО пористости для анализаторов на основе метода ядерного магнитного резонанса (ЯМР). СО удельного электрического сопротивления имеют аттестованные значения от 0,0002 до 12000 Ом·м, относительная расширенная неопределенность аттестованных значений при k=2 и P=0,95 составляет 1 %. СО представляют собой цилиндры, внешним диаметром 30 мм и высотой 30 либо 60 мм, во внутреннюю часть которых вмонтированы резисторы сопротивления с соответствующими номинальными значениями сопротивления. Цилиндры изготовлены из

нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632-72, изолирующая часть выполнена из электроизоляционного материала полиэфирэфиркетон PEEK. СО пористости для анализаторов на основе явления ядерного магнитного резонанса (ЯМР) представляют собой полые цилиндры из органического стекла диаметром 100 мм и высотой 80 мм, заполненные диэлектрической жидкостью MIDEL 7131. Диапазон аттестованных значений СО от 5 % до 35 %, относительная расширенная неопределенность аттестованных значений при k=2 и P=0,95 не превышает 5 %. Данные СО имеют большую практическую значимость для поверки и калибровки анализаторов пористости на основе метода ЯМР, применяющихся в «полевых» условиях непосредственно на месторождениях газа и нефти. Аттестованные значения данных СО имеют прослеживаемость к единице длины «метр», воспроизводимой Государственным первичным эталоном единицы длины ГЭТ 2-2010 посредством применения средств измерений, поверенных в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений длины в диапазоне от 0,2 до 50 мкм, утвержденной приказом Росстандрта № 2840 от 29.12.2018 г. Поверочная схема для средств измерений открытой пористости . № 315 от 15.03.2021 г, возглавляемая ГЭТ 210, на данный момент не учитывает возможность заимствования единицы от других первичных эталонов. Именно поэтому данные СО пористости имеют прослеживаемость к первичному эталону единицы длины, а не пористости. Различные методы передачи единицы величины пористости, учитывающие возможности заимствование других единиц величин фиксируются и будут учтены в предстоящей пересмотре государственной поверочной схемы под ГЭТ 210.

Таблица 1. Метрологические характеристики СО, аттестованных на ГЭТ 210

Наименование характеристики	**Диапазон аттестованных значений**	**Расширенная неопределенность при k=2 и P=0,95**
Удельная поверхность, $м^2/г$	от 0,2 до 1200	от 2,0 % до 4,0 %
Удельный объём пор, $см^3/г$	от 0,1 до 1,0	от 3 % до 10 %
Средний диаметр пор *4V/S*, нм	от 5 до 20	от 3,0 % до 10 %
Медиана диаметров пор, нм	от 7000 до 10000	4 %
Преобладающий диаметр пор, нм	от 0,4 до 10000	от 3% до 5 %
Удельный объем вдавленной ртути, $мм^3/г$	от 1,5 до 260	от 3 % до 80 %
Открытая пористость, %	от 3 до 51	от 0,05 до 0,40
Коэффициент абсолютной газопроницаемости, 10^{-3} $мкм^2$	от 0,1 до 5000	3 %

СО удельного электрического сопротивления и пористости на основе метода ЯМР также крайне востребованы в лабораториях газонефтедобывающей промышленности, занимающихся геологоразведкой и петрофизическими исследованиями.

ЛИТЕРАТУРА

1. Собина Е.П. Государственный первичный эталон единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объёма пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твёрдых веществ и материалов ГЭТ 210-2019 // Измерительная техника. 2020. № 12. С.3–12. https://doi.org/ 10.32446/0368-1025it.2020-12-3-12.

2. Собина Е.П. Разработка комплекта стандартных образцов открытой пористости твердых веществ, материалов (имитаторов) // Стандартные образцы. 2016. № 2. С. 36–43. https://doi.org/10.20915/2077-1177-2016-0-2-36-43.

3. Аронов И.П., Собина Е.П., Разработка стандартных образцов газопроницаемости // Эталоны. Стандартные образцы. 2021. Т.17. № 2. С. 5–18. https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-2-5-18.

УДК 53.089.68:519.2
ГРНТИ 90.29.25:83.03.51

Совершенствование математического алгоритма характеризации стандартных образцов, проведенной способом межлабораторного эксперимента

Аронов П. М.[1], Собина Е. П. [1], Мигаль П. В.[1], Кремлева О. Н.[1], Фирсанов В. А.,[1] Медведевских С. В.[2]

[1] Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева», г. Екатеринбург, Россия, e-mail: sobina_egor@uniim.ru

[2] ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия

Ключевые слова: стандартный образец, характеризация стандартного образца, межлабораторный эксперимент, статистическая модель, согласованное аттестованное значение стандартного образца.

В настоящее время наибольшее распространение для определения аттестованных значений стандартных образцов получил метод межлабораторного эксперимента.

Соответствующие математические алгоритмы оценки аттестованного значения стандартного образца приведены в [1] и основаны на предположении, что экспериментальные данные, получаемые разными аналитическими методами от разных лабораторий представляют собой выборку из одной генеральной совокупности и имеют нормальное, может быть засоренное выбросами, вероятностное распределение. Также исследования влияния эффектов лабораторий, участвующих в межлабораторном эксперименте, связаны с оценкой опорных значений по результатам ключевых сличений эталонов национальных метрологических институтов в рамках CCQM, когда была установлена необходимость учета неопределенности результатов измерений в конкретной лаборатории [2]. Установлено возможное статистически значимое влияние эффектов лабораторий на результаты оценивания опорного значения, связанное с отклонением от нормального вида распределения случайных эффектов лабораторий, описываемых распределением Лапласа, приводящее к появлению скрытых неопределенностей или смещений в результатах обработки данных межлабораторного эксперимента, результаты этих работ обобщены в [3].

В настоящей работе предложена достаточно общая статистическая модель результатов измерений межлабораторного эксперимента, в которой результаты изменений представляются в виде набора представителей из различных генеральных совокупностей. На основе этой модели разработаны методы оценки скрытых неопределённостей и смещений результатов межлабораторного эксперимента. Разработаны алгоритмы коррекции данных межлабораторного эксперимента, позволяющие сделать их согласованными и применить оптимальную процедуру оценивания согласованного аттестованного значения стандартного образца и его неопределённости.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ 8.532-2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация.
2. CCQM Guidance note: Estimation of consensus KCRV and associated Degrees of Equivalence. Version: 10. 12Apr 2013.
3. Meija J., Possolo A. Interlaboratory comparisons of chemical measurements: Quo Vadis? // Accreditation and Quality Assurance. 2022. https://doi.org/10.1007/s00769-022-01505-y

УДК 615:53.089.68
ГРНТИ 76.31: 90.29.25

Обеспечение единства измерений в фармацевтическом анализе

Атаев Р. Р., Габидова А. Э., Самсонова Т. Ю.

ФГУП «Московский эндокринный завод», г. Москва, Россия, e-mail: mez@endopharm.ru

Ключевые слова: фармакопейные стандартные образцы, стандартный образец утвержденного типа, метод материального баланса, метрологическая прослеживаемость

Определение содержания действующего вещества и примесей в лекарственных препаратов и фармацевтических субстанциях является ключевым аспектом на стадии разработки нормативной документации, подаваемой на экспертизу в Министерство здравоохранения Российской Федерации. В настоящее время, производители лекарственных препаратов и фармацевтических субстанций бережно используют оставшиеся на складах стандартные образцы зарубежных фармакопей, количество которых было ограничено экономической ситуацией в мире. Однако, в сложившейся практике, в лабораториях, аккредитованных на соответствие ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий» требования к стандартным образцам достаточно высоки, кроме того лаборатории должны учитывать политику по метрологической прослеживаемости результатов и неопределенности измерений при калибровке ILAC-P10:07/2020 и ILAC-P14:09/2020, установить прослеживаемость результатов измерений к эталонам единиц.

Неохваченная область измерений Федерального закона «Об обеспечении единства измерений» от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ, в сфере обращения лекарственных средств и отсутствие в международной системе измерений (СИ) единиц активности веществ, так же длительное время сдерживало развитие отечественных стандартных образцов для фармацевтического анализа.

В настоящий момент Федеральная государственная информационная система Росстандарта ФГИС «Аршин» насчитывает чуть больше ста номенклатурных единиц стандартных образцов утвержденного типа, применяемых в фармацевтическом анализе. В свою очередь перечень жизненно необходимых и важнейших лекарственных препаратов для медицинского применения утвержденный Распоряжением Правительства РФ от 12.10.2019 N 2406-р «Об утверждении перечня жизненно необходимых и важнейших лекарственных препаратов, а также перечней лекарственных препаратов для медицинского применения и минимального ассортимента лекарственных препаратов», необходимых для оказания медицинской помощи» насчитывает 808 позиций, потребность в стандартных образцах на которые носит предельно актуальный характер.

Ведущие зарубежные производители фармакопейных стандартных образцов формально декларируют, что в рамках соответствующей монографии необязательно знать неопределенность стандартного образца. Пользователю не сообщаются неопределенность, прослеживаемость и способ аттестации, поскольку фармакопейные стандартные образцы пригодны для применения в соответствии с монографиями соответствующих фармакопей. Иное применение возможно, но без гарантии релевантности результатов испытаний. Постоянно растущие требования к качеству испытаний оставляют данную концепцию позади. Применение стандартных образцов утвержденного типа позволяет аттестовывать вторичные стандартные образцы, что ранее было невозможно.

ФГУП «Московский эндокринный завод» применил положительный опыт и рекомендации ГФ РФ, ведущих зарубежных фармакопей и требования Федерального закона «Об обеспечении единства измерений» от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ. Аттестация СО

проводится с применением методов взаимно согласующих полученный результат, метода «материального баланса» и метода прямого определения (титрование).

Решительное принятие концепции неопределенности и использование нескольких методов при аттестации стандартных образцов, позволили создавать самодостаточные стандартные образцы, где пользователь может сам принять решение о корректности использования данного СО в рамках требуемых задач. Помимо основного назначения, стандартные образцы могут быть использованы для аттестации и валидации методик, для калибровки СИ, установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений, аттестации вторичных стандартных образцов, подтверждения подлинности.

В процессе разработки стандартных образцов оценивается неопределенность аттестованного значения, концепция неопределенности неразрывно связана с концепцией прослеживаемости. Метрологическая прослеживаемость представляет собой важнейшую концепцию для обеспечения сопоставимости результатов измерений, как на национальном, так и международном уровне.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: Стандартинформ, 2019.
2. ILAC-P10:07/2020 ILAC Policy on Metrological Traceability of Measurement Results // European co-operation for Accreditation [website]. URL: https://european-accreditation.org/wp-content/uploads/2018/10/ILAC_P10_07_2020.pdf
3. ILAC-P14:09/2020 ILAC Policy for Measurement Uncertainty in Calibration // European co-operation for Accreditation [website]. URL: https://european-accreditation.org/wp-content/uploads/2018/10/ILAC_P14_09_2020-1.pdf
4. Об обеспечении единства измерений: Федер. закон Рос. Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 11 июня 2008 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 18 июня 2008 г. (в редакции от 11 июня 2021 г. № 170-ФЗ) // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. URL: http://pravo.gov.ru/proxy/ips/?docbody=&firstDoc=1&lastDoc=1&nd=102122832.
5. Об утверждении перечня измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений: Постановление Правительства Рос. Федерации от 16 ноября 2020 г. № 1847 // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. Дата опубликования: 23.11.2020. Номер опубликования: 0001202011230047.
6. Об утверждении перечня жизненно необходимых и важнейших лекарственных препаратов, а также перечней лекарственных препаратов для медицинского применения и минимального ассортимента лекарственных препаратов: Распоряжение Правительства Рос. Федерации от 12 октября 2019 № 2406-р (в редакции от 30 марта 2022 г.) // Электронный фонд правовых и нормативно технических документов [сайт]. URL: https://docs.cntd.ru/document/563469457
7. Государственная фармакопея Российской Федерации / МЗ РФ. XIV изд. Т.1. Москва, 2018. 1814 с.

УДК 658.5
ГРНТИ 59.13

Решение современных проблем в оснащении аналитических лабораторий

Ахметов М. Ф., Зобнина О. Н.

Филиал ООО «Мелитэк», г. Екатеринбург, Россия, e-mai: marat.akhmetov@melytec.ru

Аннотация: Современные политические условия предъявляют особенные требования к оснащению аналитических лабораторий. Вновь приобретаемое оборудование, кроме самого факта возможности поставки при сохранении высоких метрологических характеристик, должно быть обеспечено гарантийным и постгарантийным обслуживанием и поставками расходных материалов на протяжении всего срока эксплуатации. Даже кажущийся относительно не дорогим, в сравнении с ранее закупаемым, прибор может оказаться напрасно потраченными деньгами.

Ключевые слова: физико-химические методы анализа, Спектральные методы анализа, материаловедение, аналитическое оборудование.

Компания Мелитэк является крупнейшим поставщиком исследовательского оборудования и сервисных услуг. Основным направлением деятельности является комплексное решение задач производственных и исследовательских организаций в области материаловедения, химического и фазового анализа, а также физико-механических испытаний.

Современные проблемы оснащения аналитических лабораторий потребовали заменить ряд традиционных поставщиков. Новые производители должны были отвечать ряду требований. Кроме очевидных пожеланий, связанных с экспортными процедурами и техническими характеристиками, необходимо было найти поставщиков с достаточным объемом производства. Серийное производство позволяет надеяться на стабильно высокое качество оборудования, небольшие сроки производства и ритмичные поставки в течение года.

Особым требованием к производителям было наличие собственного центра разработки новых приборов, оригинальные конструкторские решения и патентная чистота. Всё перечисленное гарантирует достаточно высокий уровень техники и возможность реализации современных методик анализа.

Со всеми претендентами были проведены либо онлайн встречи, либо визиты наших специалистов с целью проверки и подтверждения наличия и технического уровня производства, сервисной службы и методической поддержки. В ходе этих встреч было протестировано максимально возможное количество приборов каждого производителя, в результате выявлены реальные метрологические характеристики, особенности эксплуатации и обслуживания.

Компанией Мелитэк было исследовано большое количество производителей Израиля, Индии, Китая и ряда стран Юго-Восточной Азии. Опираясь на вышеизложенные принципы, был отобран ряд компаний, которые производят приборы, действительно высокого уровня, зачастую не хуже ведущих мировых производителей. Это компании **Metal Power (Индия)** – искровые оптико-эмиссионные спектрометры, **Xenemetrix (Израиль)** – рентгенофлуоресцентные спектрометры и оборудование для пробоподготовки, **Tongda (Китай)** – рентгеновские дифрактометры и ряд других китайских компаний – производителей спектрального оборудования, элементных анализаторов и приборов для термического анализа.

ООО «Мелитэк» имеет большой опыт в решении вопросов аналитического сопровождения разработки новых материалов, технологического контроля и контроля качества при производстве современных изделий.

УДК 543.08:669.785
ГРНТИ 90.29.27:90.03.21

Выпуск стандартных образцов материалов на основе титана и меди

Ахметова Е. А., Степановских В. В., Эндеберя Т. С., Щукина М. Ю., Бодров В. В.

ЗАО «Институт стандартных образцов», г. Екатеринбург, Россия, e-mail: analitik@icrm-ekb.ru

Аннотация: ЗАО «ИСО» впервые выпущены стандартные образцы массовой доли водорода, кислорода, азота в материалах на основе титана (в виде цилиндров) и массовой доли кислорода и серы в меди (в виде прутков).
Для характеризации газообразующих элементов применены методы восстановительного плавления в токе инертного газа, вакуум-нагрева с масс-спектроскопией, высокочастотного сжигания в индукционной печи в токе кислорода. Для градуировки анализаторов использованы СО, а также вещества постоянного стехиометрического состава.

Ключевые слова: титан, медь, стандартный образец, газообразующий элемент, методы плавления и сжигания, градуировка, вещество постоянного стехиометрического состава

Метрологический контроль содержания газообразующих элементов (водорода, кислорода, азота, серы) в цветных металлах является актуальной проблемой. Выбор подходящих стандартных образцов утвержденного типа (ГСО) на отечественном рынке не слишком велик, поэтому важность и значение вопроса очевидны [1].

Разработка ГСО цветных металлов является новым направлением в деятельности ЗАО «ИСО». Выпущены стандартные образцы ИСО 1-1, ИСО 1-2 (ГСО 11777-2021) массовой доли водорода, кислорода, азота в материалах на основе титана и ИСО 8-1 (ГСО 11870-2022) массовой доли кислорода и серы в меди.

Стандартные образцы на титановой основе приготовлены из проволоки марок 2В и ВТ1-00 производства АО «Чепецкий механический завод» в виде цилиндров диаметром 2,5 мм, высотой (5-6) мм. Масса одного цилиндра около 0,1 г. Готовый материал стандартного образца меди М00 (производитель АО «Уралэлектромедь») представлен в виде прутков диаметром 3 мм, длиной (80-90) мм.

Проведенное оценивание внутри- и межэкземплярной однородности материалов показало удовлетворительные результаты. Значение стандартной неопределенности от неоднородности материала учитывали при оценке расширенной неопределенности аттестованных значений СО.

Наименьшая представительная проба для меди–0,5 г, для титана–1 цилиндр массой 0,1 г.

Установление значений аттестуемых характеристик проводилось путем межлабораторного эксперимента в соответствии с требованиями ГОСТ 8.532-2002 [2] при участии аккредитованных лабораторий отечественных предприятий и научных учреждений, а также лабораторий Германии и Польши. Для характеризации газообразующих элементов в СО использованы методы восстановительного плавления в токе инертного газа (водород, кислород, азот), вакуум-нагрева с масс-спектрометрией (водород) и высокочастотного сжигания в токе кислорода (сера).

Для градуировки анализаторов использованы стандартные образцы (в том числе зарубежных производителей), а также вещества постоянного стехиометрического состава: азотнокислый калий [3] и сернокислый натрий [4].

В таблице 1 приведены аттестованные значения массовой доли элементов A и расширенная неопределенность аттестованных значений $U_{0,95(A)}$, % для ГСО материалов на основе титана и меди.

Таблица 1. Аттестованные характеристики ГСО материалов на основе титана и меди

ГСО (индекс)	**ГСО 11777-2021 (ИСО 1-1)**		**ГСО 11777-2021 (ИСО 1-2)**		**ГСО 11870-2022 (ИСО 8-1)**	
Материал/элемент	**Титановый сплав типа 2В**		**Титан типа ВТ1-00**		**Медь типа М00**	
	А, %	*$U_{0,95}(A)$ %*	*А, %*	*А, %*	*А, %*	*А, %*
водород	0,0007	0,0001	0,0070	0,0007	–	–
кислород	0,096	0,006	0,081	0,003	0,021	0,001
азот	0,005	0,001	0,0037	0,0007	–	–
сера	–	–	–	–	0,00035	0,00006

Подготовку проб для определения кислорода в титановых материалах осуществляли в соответствии с ASTM E1409-13 [5] и ISO 22963-2008 [6]. Соответствующие рекомендации приведены в Приложении 1 к Паспорту сертифицированного стандартного образца (ИСО 1-1 и ИСО 1-2). Подготовку проб для анализа кислорода в меди проводили по ГОСТ 13938.13-93 [7] и ASTM E2575-19 [8].

ЛИТЕРАТУРА

1. Григорович К.В. Новые возможности современных методов определения газообразующих примесей в металлах // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2007. Т.73, № 1. С. 23-34. EDN: HZGLYB.
2. ГОСТ 8.532-2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержание и порядок проведения работ. М.: ИПК Издательство стандартов. 2003, 9 с.
3. Федорова С.Ф., Шахова Ю.Н., Эндеберя Т.С. К вопросу о применении стандартного раствора азотнокислого калия для градуировки газоанализатора ТС-436 при определении кислорода в стали // Стандартные образцы. 2012. № 4. С. 64-69. EDN: PYFWML.
4. Федорова С.Ф., Эндеберя Т.С. Применение стандартного раствора серы при дифференциальной аттестации ГСО состава сплавов на никелевой основе инструментальными методами // Аналитика и контроль. 2004.Т.8, № 1. С. 11–13. EDN: KPZFIL.
5. ASTM E1409-13 Standard test method for determination of oxygen and nitrogen in titanium and titanium alloys by inert gas fusion. ASTM international, United States. 7 p.
6. ISO 22963:2008 Titanium and titanium alloys — Determination of oxygen — Infrared method after fusion under inert gas.
7. ГОСТ 13938.13-93 Медь. Методы определения кислорода. Минск: ИПК Издательство стандартов. 1995, 21 с.
8. ASTM E2575-19 Standard Test Method for Determination of Oxygen in Copper and Copper Alloys by Inert Gas Fusion. ASTM international, United States. 4 p.

УДК 006.82
ГРНТИ 90.03.19

Основные проблемы применения стандартных образцов при поверке средств измерений

Балабина А. А.

ФБУ «Государственный региональный центр стандартизации, метрологии и испытаний в Челябинской области», г. Челябинск, Россия, e-mail: a.balabina@chelcsm.ru

Аннотация: ФБУ «Челябинский ЦСМ» при проведении поверки и калибровки средств измерений (СИ) использует различные стандартные образцы (СО) состава и свойств веществ. За годы практической работы выявлен ряд проблем применения и приобретения СО. В докладе обозначены основные проблемы применения СО в процессе поверки и калибровки СИ, и предложены возможные пути их решения.

Ключевые слова: стандартный образец, поверка, качество, информационный фонд

При применении СО в качестве основных средств поверки выявлены следующие проблемы.

1. Государственные стандартные образцы снятые производства.

ГСО 6081-91, ГСО 7197-95, ГСО 7309-96, ГСО 8202-2002, ГСО 6082-91 и другие [1] больше не выпускаются. Для некоторых СО существуют аналоги с требуемыми характеристиками: Supelco производит стандарт таллия, также существует СОП 11-15 малатиона в ацетоне [2, 3]. Согласно приказу Минпромторга РФ от 31.07.2020 № 2510, СО, используемые при поверке, должны быть утвержденного типа и соответствовать требованиям методик поверки (МП) [4, 5]. Таким образом, МП невозможно выполнить в полном объеме из-за отсутствия СО утвержденного типа. Исправить сложившуюся ситуацию можно разработкой новых СО, либо внесением изменений в действующие МП.

2. Выбор аналогичных СО с характеристиками не хуже указанных в МП.

На примере ГСО 2495-91П. Согласно МП, можно выбрать другой СО с метрологическими характеристиками не хуже указанного. Однако, ни в паспорте, ни в описании типа не указана зависимость погрешности от значения концентрации, поэтому выбрать другой СО с требуемой точностью невозможно [6, 7, 8]. Одним из путей решения данной проблемы является указание в МП диапазона концентраций и погрешностей, либо обязательная оценка взаимозаменяемости СО разработчиками МП.

3. Несоответствие СО заявленным метрологическим характеристикам.

На примере ГСО 10023-2011. Опыт проведения поверки СИ медицинского назначения в ФБУ «Челябинский ЦСМ» выявил проблемы, возникающие при проведении поверки анализаторов мочи моделей и производителей, приведенных в таблице 1.

Таблица 1. Анализаторы мочи, при поверке которых возникают трудности с СО

Модель анализатора мочи	**Производитель**
UroMetr 120, UroMetr 720	Standard Diagnostics, Inc. (Корея)
Rochen Alba U500	Acon Biotech (Hangzhou) Co., Ltd. (Китай)
UriLit 150, UriLit 500C	Urit Medical Electronic (Group) Co., Ltd. (Китай)
Combilyzer 13	Human GmbH (Германия)

Согласно полученным результатам, плотность – единственный показатель, результаты измерения которого в процессе поверки удовлетворяют требованиям МП. Для сравнения правильности определения показателей были выбраны контрольные материалы производителей «Human GmbH», «Urit Medical Electronic», «Acon Biotech», «Bio-RAD». Результаты определения всех показателей контрольных материалов были в пределах допуска.

Необходимо проведение дальнейших исследований для выявления причин возникновения данной проблемы.

4. Поддельные паспорта СО.

В основном изменение паспорта выражается в исправлении даты выпуска СО с целью продления срока годности. Для решения этой проблемы, возможно, обратится к опыту зарубежных производителей СО, которые наносят штрих код, содержащий информацию об образце. Для простоты проверки подлинности необходимо создать федеральный информационный фонд выпущенных СО. На каждый экземпляр СО предлагается наносить маркировку, которая позволит найти информацию о данном экземпляре СО в информационном фонде.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГСО 6081-91, ГСО 7197-95, ГСО 7309-96, ГСО 8202-2002, ГСО 6082-91, ГСО 10023-2011 // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений [сайт]. 2022. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry (дата обращения 23.07.2022).

2. Продукция Supelco (Германия) : официальный сайт представителей фирмы. 2022. URL: https://chimmed.ru (дата обращения 23.07.2022).

3. Каталог ООО «ОРМЕТ» : официальный сайт поставщиков стандартных образцов и реактивов. 2022. URL: http://ormet.ru/catalog/info/0607039 (дата обращения 23.07.2022).

4. Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверки: Приказ Министерства промышленности и торговли РФ от 31.07.2020 г. № 2510 // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. Дата опубликование: 23.11.2020. Номер опубликования: 0001202011230010.

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

6. Паспорт стандартного образца утвержденного типа ГСО 4165-91П, 2489-91П/2497-91П / ЗАО «Институт стандартных образцов», Екатеринбург, 2014.

7. Паспорт стандартного образца утвержденного типа ГСО 10504-2014 / ЗАО «Институт стандартных образцов», Екатеринбург, 2013.

8. Анализаторы портативные Delta Element DE-2000, Delta Classic Plus (DCC-2000, DCC-2000-C, DCC-2000-CC), Delta Professional (DPO-2000, DPO-2000-C, DPO-2000-CC), Delta Premium (DP-2000, DP-2000-C, DP-2000-CC). Методика поверки / Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений». Москва, 2015.

УДК 543.08
ГРНТИ 90.01.00

Метрология химического анализа в науке, образовании и производстве

Барановская В. Б.

ФГБУН « Институт общей и неорганической химии имени Н.С. Курнакова» Российской академии наук, г. Москва, Россия, e-mail: baranovskaya@list.ru

Аннотация: Метрология химического анализа обладает рядом характерных особенностей, требующих особого подхода к методическому и метрологическому обеспечению научных исследований в области аналитической химии. Развитие образовательных программ в области прикладной метрологии необходимо формировать с учетом запросов предприятий реального сектора экономики. Подготовка к аккредитации лабораторий включает ряд метрологических аспектов в соответствии с требованиями как отечественных, так и международных документов.

Ключевые слова: метрология химического анализа, образовательные программы по метрологии, аккредитация химических лабораторий

Метрология химического анализа - область прикладной метрологии, без которой сложно представить разработку новых прогрессивных методов и методик анализа, обеспечение и контроль качества результатов, оценку компетентности аналитических лабораторий и образовательный процесс в этой области. Характерными чертами этого вида метрологии являются: отсутствие физического воплощения единицы величины, моля, косвенный характер получения результатов, многоэтапность процесса, работа с малыми выборками данных и ряд других [1].

В данном докладе будут рассмотрены особенности методического и метрологического обеспечения научных исследований в области аналитической химии. На примере образовательных программ по метрологии аналитического контроля, разработке методик химического анализа и обеспечения качества химического анализа будут показаны методические решения по освоению дисциплин.

Внимание также будет уделено метрологическим аспектам деятельности аналитических лабораторий, аккредитованных в соответствии с требованиями ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий [2]. Наряду с российскими документами будет рассмотрен ряд международных руководств Eurachem, CITAC по актуальным вопросам метрологии химического анализа [3-8].

Отметим, что появление современных подходов в практике метрологического обеспечения химического анализа, гармонизация и противоречивость международных и российских нормативных документов и требований зачастую формируют проблемное восприятие у специалистов. В рамках доклада рассмотрим актуальные тенденции в решении проблем этой области.

ЛИТЕРАТУРА

1. Дворкин В.И. Метрология и обеспечение качества химического анализа. М. : Техносфера, серия Мир химии 2019. 318 с.
2. ГОСТ ISO/IEC 17025–2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: Стандартинформ, 2019. 25 с.
3. Ellison S. L. R, Williams A. (eds.). Eurachem/CITAC guide: Quantifying uncertainty in analytical measurement. 3th ed. 2012. Available from: https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/QUAM2012_P1.pdf (Accessed 09 Jule 2022).
4. Ellison S.L.R.. Williams A. (Eds) Eurachem/CITAC guide: Metrological Traceability in Analytical measurement. . 2th ed. 2019. Available from: https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/ECTRC_2019_EN_P1.pdf (Accessed 09 Jule 2022).
5. Barwick V.J., Prichard E. (Eds), Eurachem Guide: Terminology in analytical measurement – introduction to VIM 3. 2011. Available from: https://www.eurachem.org/index.php/publications/guides/48-gdtam11 (Accessed 09 Jule 2022).

6. Magnusson B., Örnemark U. (eds.) Eurachem Guide: The fitness for purpose of analytical methods – a laboratory guide to method validation and related topics. 2th ed. 2014. Available from: https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/MV_guide_2nd_ed_EN.pdf (Accessed 09 Jule 2022).
7. M.H. Ramsey, S.L.R. Ellison and P Rostron (eds.) Eurachem/EUROLAB/CITAC/Nordtest/AMC Guide: Measurement uncertainty arising from sampling: a guide to methods and approaches. 2th ed., 2019. Available from: https://www.eurachem.org/index.php/publications/guides/musamp (Accessed 09 Jule 2022).
8. Barwick V. Eurachem/CITAC Guide: Guide to quality in analytical chemistry: an aid to accreditation. 3ep ed. 2016. Available from: https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/Eurachem_CITAC_QAC_2016_EN.pdf

УДК 006.91
ГРНТИ 90.01:90.03.03

Реализация потребностей предприятия в межлабораторных сличительных испытаниях посредством аккредитованных провайдеров

Белов А. В.

ФБУ «Государственный региональный центр стандартизации, метрологии и испытаний в Ростовской области», г. Ростов-на-Дону, Россия, e-mail: belov85@inbox.ru

Аннотация: В докладе представлена информация о межлабораторных сличительных испытаниях (МСИ) и их разновидностях. Отмечена важность и необходимость участия в МСИ при оценке компетентности лабораторий (центров). Рассматриваются требования «Политики Росаккредитации в отношении проверки квалификации путем проведения межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний».

Ключевые слова: межлабораторные сличительные испытания, оценка компетентности, метрология, обеспечение единства измерений, количественный химический анализ, провайдер, федеральная служба по аккредитации, стандартный образец

Межлабораторные сличительные испытания (МСИ) представляют собой организацию, проведение и оценивание испытаний (измерений, исследований) одинаковых или схожих элементов двумя или более лабораториями в соответствии с заранее установленными критериями.

Более десяти лет ФБУ «Ростовский ЦСМ» является Провайдером межлабораторных сличительных испытаний (МСИ) в области пищевых продуктов, продовольственного сырья, объектов окружающей среды, металлов и сплавов, нанообъектов и наноматериалов. В 2015 году стал первым Провайдером межлабораторных сличительных испытаний [1], успешно прошедшим процедуру аккредитации в национальной системе аккредитации, в соответствии с требованиями Критериев аккредитации (Приказ Минэкономразвития РФ от 30.05.2014 г. № 326) и получившим аттестат аккредитации № RA.RU.10РД01 от 04.09.2015 г., позволяющий организовывать и проводить межлабораторные сличения как в области количественного химического анализа (КХА), так и в области обеспечения единства измерений (поверка/калибровка СИ).

Межлабораторные сличительные испытания организуются с целью:

- оптимизации процедур аккредитации или подтверждения компетентности аккредитованных (аккредитуемых) лабораторий путем использования результатов, получаемых при проведении МСИ;
- оценки характеристик метода испытаний, а также межлабораторной аттестации методики испытаний (измерений);
- оценки характеристики стандартного образца, а также межлабораторной аттестации образца для контроля;
- соответствия политики федеральной службы по аккредитации в отношении проверки квалификации путем проведения МСИ.

В качестве образца для контроля (ОК) при проведении сличений по обеспечению единства измерений является средство измерения (СИ), которое должно иметь действующее свидетельство о поверке (сертификат калибровки), быть стабильным (сохранять свои метрологические характеристики на протяжении всего периода испытаний). При проведении сличений по количественному химическому анализу, в качестве ОК выступают образцы, имеющие ранг ГСО (государственный стандартный образец), СОП (стандартный образец предприятия), а также образцы, специально создаваемые для проведения межлабораторных сличений, которые должны быть стабильными и однородными.

В соответствии с «Политикой Росаккредитации в отношении проверки квалификации путем проведения межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний» [2] участие аккредитованных лабораторий в МСИ является обязательным. Лаборатория должна не реже одного раза в год принимать участие в программах МСИ. Аккредитованная лаборатория в течение пяти лет с момента принятия решения об аккредитации, должна принять участие в МСИ по всем методам испытаний, включенным в область аккредитации.

На сегодняшний день, Федеральной службой по аккредитации и Национальным институтом аккредитации создана платформа программ проверки квалификации лаборатории, которая позволяет лаборатории (организации) указать необходимую информацию о сличениях (образцах) и получить данные об аккредитованных провайдерах, готовых провести интересующие МСИ.

В постоянной актуализации информации на данной платформе заинтересованы как провайдеры, так и лаборатории. На данный момент существует несколько областей в испытаниях, потребность в которых у лабораторий увеличивается, а провайдеров, готовых организовать такие сличения нет. Это связано со спецификой деятельности лабораторий (радиационная, ядерная, медицинская, пищевая), а как следствие, с трудностью изготовления (приобретения) образца для контроля (ОК) или с невозможностью обеспечения его однородности и стабильности.

Участие в межлабораторных сличительных испытаниях – это серьезная и ответственная процедура, по результатам которой выдается заключение о качестве выполненных испытаний (измерений). От ошибок никто не застрахован, и участник может иногда получить неудовлетворительный результат внешнего контроля. Только лишь проведя грамотную работу над ошибками, выявив причины неудовлетворительного результата можно понять, что необходимо сделать для улучшения качества услуг, тем самым соответствовать высоким требованиям как российских, так и международных стандартов.

Чтобы оставаться конкурентоспособным и вести успешную экономическую деятельность – необходимо регулярно подтверждать качество оказываемых услуг. С практической точки зрения, участие в межлабораторных сличительных испытаниях является универсальным способом продемонстрировать техническую компетентность организации. Организации, регулярно принимающие участие в межлабораторных сличениях, показывающие высокое качество выполнения работ вызывают доверие у потребителя, который, как известно, всегда выбирает проверенных, надежных и качественно оказывающих услуги поставщиков.

ЛИТЕРАТУРА

1. Белов А.В. Межлабораторные сличения – путь к доверию качества услуг // Национальные приоритеты. 2016. № 1-2 (108-109). С. 52–54.

2. Политика Росаккредитации в отношении проверки квалификации путем проведения межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний, версия 02. утв. 02.04.2021. Федеральная служба по аккредитации. 2021. 10 с.

УДК 543.423.1
ГРНТИ 90.03.00

Аттестация стандартных образцов методом АЭС-ИСП с градуировкой по отношениям концентраций

Бухбиндер Г. Л.[1], Маланчик М. В.[1], Каримова Т. А.[2], Качин С. В.[2]

[1] ООО «Сибирские Аналитические Системы», г. Красноярск, Россия

[2] ФГАОУ ВО «Сибирский федеральный университет», г. Красноярск, Россия

Аннотация: Анализ стандартных образцов металлов, геологических и технических материалов методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП) позволяет существенно улучшить точность аттестованных характеристик стандартных образцов. Основными причинами такого улучшения, по сравнению с другими вариантами градуировки являются: исключение из суммарной погрешности анализа погрешности калибровки мерной посуды, погрешности взвешивания навесок анализируемых материалов, более точное измерение больших интенсивностей элемента основы; более высокая точность измерения отношения интенсивностей по сравнению с измерением абсолютных интенсивностей. Построение градуировочных графиков обычным способом или с использованием внутреннего стандарта является использованием одномерного пространства, в то время как система градуировочных графиков по отношениям концентраций создает 2-мерное пространство и становится еще одним фактором улучшения точности. Производителям стандартных образцов при аттестации массовых долей матричных компонентов необходимо использовать основной принцип градуировки по отношениям концентраций: сумма массовых долей определяемых компонентов не может быть больше 100%. Это позволит избежать появления свидетельств на стандартные образцы, в которых сумма аттестованных массовых долей (и плюсовых погрешностей аттестованных значений) существенно больше 100%.

Ключевые слова: стандартные образцы металлов, геологических и технических материалов, АЭС-ИСП, градуировка по отношениям концентраций

Применение градуировки по отношениям концентраций позволяет существенно повысить точность метода АЭС-ИСП при анализе металлов и сплавов, геологических и технических материалов. Такой вариант градуировки можно использовать всегда, когда, получается, связать все компоненты, присутствующие в образце уравнением:

$$C_{осн} + C_1 + C_2 + \ldots + C_n = 100\%,$$

где – $C_{осн}$ – матричный компонент образца, C_1, C_2,…, C_n – остальные компоненты, присутствующие в образце.

Такой подход позволяет получить результаты анализа с минимальной погрешностью, на уровне 0,1% отн., в отдельных случаях она находится на уровне 0,003% отн. [1, с. 339-354]. Сравнение градуировочных зависимостей, построенных обычным способом, способом с добавлением внутреннего стандарта и способом по отношениям концентраций показало значительное, в 3-4 раза, улучшение метрологических характеристик градуировки по отношениям концентраций [2].

Метод АЭС-ИСП обеспечивает максимальную точность при использовании градуировки по отношениям концентраций по сравнению с другими методами анализа, например, атомно-эмиссионной спектрометрией с искровым возбуждением спектра или рентгенофлуоресцентной спектрометрией. Это происходит благодаря следующим преимуществам: значительно более низкому уровню матричных влияний и линейности градуировочных порядков в пределах 4-6 порядков величины. Кроме того, градуировка АЭС-ИСП спектрометра не зависит от наличия стандартных образцов для градуировки. Соответствующие образцы могут быть легко смоделированы. Это избавляет метод от переноса возможных ошибок предыдущих стандартных образцов на новые образцы.

Производители стандартных образцов при их аттестации должны использовать главный принцип способа градуировки по отношениям концентраций – сумма аттестованных

значений массовых долей определяемых компонентов не должна превышать 100%. Это позволит исключить появления стандартных образцов, в которых это правило не соблюдается. Например, СОП 0276-2015, в котором указаны следующие аттестованные характеристики: массовая доля палладия – 96,98±0,08% и массовая доля вольфрама – 3,00±0,01%. Минимальное содержание вольфрама в этом образце - 2,99%. Поэтому содержание палладия не может быть более 97,01%, и содержание палладия в СОП 0276-2015 должно быть указано с меньшей погрешностью 96,98%±0,03%, несмотря на методики, которые были использованы при его аттестации.

ЛИТЕРАТУРА

1. Аналитический контроль благородных металлов: Коллективная монография под ред. Карпова Ю.А., Барановской В.Б., Житенко Л.П. М.: Техносфера, 2019. 400 с.

2. Каримова Т.А., Бухбиндер Г.Л. Анализ геологических материалов методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой с градуировкой в относительных концентрациях // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2019. Т. 85. №6. С. 25–29. https://doi.org/10.26896/1028-6861-2019-85-6-24-29

УДК 53.082.63
ГРНТИ 90.29.25

Разработка стандартных образцов однослойных и двухслойных покрытий для метрологического обеспечения в области измерения поверхностной плотности и толщины покрытий

Васильев А. С., Казанцев В. В., Тюрнина А. Е., Шипицына М. В.

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: kazantsev@uniim.ru

Аннотация: исследование проведено в целях расширения метрологического обеспечения средств измерения поверхностной плотности и толщины покрытий

Ключевые слова: стандартные образцы, поверхностная плотность покрытий, толщина покрытий

В последние годы наблюдается активный рост количества типов средств измерения (СИ) поверхностной плотности, толщины и химического состава покрытий, основанных на применении рентгенофлуоресцентного метода, который обладает рядом преимуществ (универсальный, экспрессный, неразрушающий), но является относительным и требует градуировки соответствующих анализаторов и толщиномеров. Возникла необходимость в метрологическом обеспечении этих СИ для использования в области обеспечения единства измерений (поверка, калибровка, испытания в целях утверждения типа СИ) [1]. Особенно остро эта проблема стала для многокомпонентных и многослойных покрытий [2,3,4].

С этой целью в УНИИМ – филиале ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» были проведены исследования и разработан математический аппарат для передачи единицы поверхностной плотности покрытий [5,6], который позволил разработать и испытать широкую номенклатуру стандартных образцов (СО) поверхностной плотности и толщины покрытий, включая многокомпонентные и многослойные покрытия.

В 2018-2021 годах были утверждены 64 новых типов СО поверхностной плотности и толщины покрытий (СОТП), в том числе: 26 типов СОТП однослойных покрытий, 16 типов СОТП двухслойных покрытий [7], 18 типов СО-имитаторов покрытия на металле, 4 типа СОТП двухкомпонентного покрытия.

Разработанные СО химического состава, поверхностной плотности и толщины олово-висмутового покрытия на меди позволили решить проблему метрологического обеспечения измерений покрытия из сплава олово-висмут, которое активно применяется на практике.

Разработанные СО поверхностной плотности и толщины металлических покрытий (золотого, серебряного оловянного, никелевого, цинкового, кадмиевого), в том числе в двухслойном варианте на различных основаниях, позволили разработать и аттестовать методику измерений [8] толщины указанных покрытий и обеспечить контроль точности измерений по данной методике.

Разработанные имитаторы покрытия на металле (фольги, которые можно нанести на произвольное основание для имитации покрытия) позволяют моделировать различные виды покрытий при отсутствии соответствующих СО.

В настоящее время с помощью установки, реализующей метод гидростатического взвешивания, проводятся научно-исследовательские работы по изучению зависимости плотности материала покрытия от способа его нанесения и других факторов, которые позволят создавать СО, имеющие в качестве одной из метрологических характеристик плотность материала покрытия.

ЛИТЕРАТУРА

1. Казанцев В.В., Васильев А.С. Состояние и перспективы развития метрологического обеспечения и стандартизации в области НК покрытий радиационными методами // В мире неразрушающего контроля. 2017. Т. 20. № 1. С. 30.

2. Казанцев В.В., Васильев А.С. Исследование методов и средств создания многопараметрических стандартных образцов состава и свойств покрытий // Стандартные образцы. 2014. № 1. С. 42.

3. Казанцев В.В., Васильев А.С. О многопараметрических стандартных образцах для метрологического обеспечения в области контроля параметров покрытий // Стандартные образцы. 2018. Т. 14.№ 3–4. С. 9. https://doi.org/10.20915/2077-1177-2018-14-3-4-9-15

4. Казанцев В.В., Васильев А.С. Вопросы прослеживаемости и воспроизведения массовой доли компонентов при разработке и испытаниях стандартных образцов многокомпонентных покрытий // Стандартные образцы в измерениях и технологиях: сб. труд. Часть «Ru». III Междунар. науч. конф., Екатеринбург, 14-18 сентября 2015 г. / Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии [и др.]. Екатеринбург: УНИИМ, 2015. С. 45.

5. Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ № 2017614801 от 27.04.2017 г. «Программа обработки результатов измерений для ГЭТ 168-2015».

6. Алгоритмы расчета при воспроизведении и передаче единиц поверхностной плотности и массовой доли элементов в многокомпонентных покрытиях с применением Государственного первичного эталона ГЭТ 168-2015, Математическая, статистическая и компьютерная поддержка качества измерений (MSCSMQ 2018), Санкт-Петербург, 2018.

7. Казанцев В.В., Васильев А.С. Разработка нового поколения стандартных образцов для метрологического обеспечения измерений поверхностной плотности и толщины покрытий // Стандартные образцы в измерениях и технологиях: сб. труд. Часть «Ru». IV Междунар. науч. конф., 1–3 декабря 2020 года, г. Санкт – Петербург, г. Пушкин, Россия: УНИИМ – ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», 2020. С. 52–53.

8. Методика измерений. Определение толщины покрытий из металлов и сплавов на основе золота, серебра, олова, никеля, цинка, кадмия рентгенофлуоресцентным методом (М 2.0013-2021). Свидетельство № 221.0037/RA.RU.311866/2021.

УДК 577.1:53.089.68
ГРНТИ 90.29:90.27.39

Разработка стандартных образцов массовой концентрации токсикантов в крови

Вихрова С. В.[1], Рутенберг О. Л.[1], Питерских И. А.[1], Петухов А. Е.[2], Баринская Т. О.[2]

[1] ФГБУ «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы», г. Москва, Россия, e-mail: svikhrova@vniims.ru

[2] ГБУЗ «Московский научно-практический центр наркологии Департамента здравоохранения города Москвы», г. Москва, Россия

Современные методики измерений, предназначенные для определения содержания токсикантов (этанола, ацетона, метанола, пропанола-2 и пропанола-1) в биологических объектах, базируются на использовании стандартных образцов состава указанных компонентов, которые необходимы для градуировки хроматографов, контроля стабильности градуировочной характеристики и контроля показателей точности методики. Стандартные образцы (СО) состава водных растворов токсикантов позволяют достоверно определять их содержание не только в воде, но и в моче, представляющей собой раствор органических и неорганических веществ, плотность которого близка к плотности воды. Это допущение не всегда справедливо для крови. Кровь – не раствор компонентов в жидкой фазе, это ткань, имеющая в своем составе множество видов клеток и межклеточную жидкость, гораздо более вязкую, чем моча или водный раствор. Летучие компоненты концентрируются лишь в водной фазе крови (как в межклеточной жидкости, так и внутриклеточной среде), которая составляет примерно 80% массы крови. Все это может исказить отклик детектора при анализе крови по сравнению с результатом анализа водного раствора той же концентрации. Это явление хорошо известно под названием «эффект матрицы». Этот эффект проявляется в различной степени в зависимости от физико-химической природы аналитических процессов. Так, широко используемый прямой парофазный метод газовой хроматографии требует разведения крови в 10 – 11 раз. Такой гемолитический шок разрушает мембраны клеток и превращает ткань в раствор компонентов. С другой стороны, разведение снижает чувствительность метода, что особенно нежелательно при определении уровня эндогенных летучих компонентов помимо этанола.

Поэтому при разработке любой методики необходимо исследовать «матричный эффект» и найти способы его снижения или устранения. Один из вариантов - градуировка хроматографов с использованием стандартных образцов на основе той же матрицы, которая служит объектом анализа, например, крови. В Федеральном информационном фонде в настоящее время такие стандартные образцы не зарегистрированы.

В настоящем докладе представлены результаты разработки стандартных образцов массовой концентрации токсикантов в крови - комплект ЭТ (ЭТ-400, ЭТ-300, ЭТ-200, ЭТ-100, ЭТ-50, ЭТ-30) с номинальным значением массовой концентрации этанола от 300 до 4000 мг/дм^3. В качестве исходного материала для изготовления СО использовали набор образцов (RM) фирмы Medidrug ALC VB, приготовленных из человеческой крови с добавлением этанола, метанола, пропанола-2 и ацетона. Массовая концентрация токсикантов в исходных образцах (RM) рассчитана как среднее значение результатов измерений, выполненных независимыми аккредитованными лабораториями по газохроматографическим методикам в соответствии с руководящими документами немецкой медицинской ассоциации по обеспечению качества (RiliBÄK) и руководящими документами по определению концентрации алкоголя в крови для судебно-медицинских целей GTFCh (Society of Toxicological and Forensic Chemistry)

Характеризацию – установление метрологических характеристик СО – провели с применением ГСО состава растворов компонентов, аттестованные значения которых (массовые концентрации) близки содержанию соответствующих компонентов RM. Процедуру выполнили с использованием одной методики измерений в одной лаборатории в соответствии с ГОСТ 8.315-2019. Для измерений значения аттестуемых характеристик был использован метод парофазной хроматографии. Исследования выполнили на трех газовых хроматографах, укомплектованных двумя пламенно-ионизационными детекторами и двумя капиллярными колонками, имеющими разную полярность жидкой фазы. В состав каждого хроматографа входил также автоматический парофазный пробоотборник (автосамплер), позволяющий нагревать пробу с целью статической парофазной экстракции летучих компонентов. В результате проведенных исследований установлены метрологические характеристики стандартных образцов массовой концентрации токсикантов в крови комплект ЭТ (ЭТ-400, ЭТ-300, ЭТ-200, ЭТ-100, ЭТ-50, ЭТ-30) и подготовлен комплект документов для утверждения типа.

УДК 006.9:53.089.68:621.318.2
ГРНТИ 90.27.34: 90.29.00

Стандартные образцы как средство метрологического обеспечения контроля качества магнитотвердых материалов

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

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: volegovaea@uniim.ru

Аннотация: в докладе рассматриваются вопросы метрологического обеспечения средств измерений магнитных свойств магнитотвердых материалов – гистерезисграфов с замкнутой магнитной цепью, посредством применения стандартных образцов утвержденного типа.

Ключевые слова: стандартные образцы, магнитотвердые материалы, остаточная индукция, коэрцитивная сила, максимальное энергетическое произведение, государственный первичный эталон

Магнитотвердые материалы (МТМ) и изделия из них – постоянные магниты (ПМ) – представляют собой источники магнитного поля, не требующие постоянного подвода энергии. Применяются в изделиях, в которых происходит превращение механической энергии в электрическую, создаются определенные конфигурации магнитных полей и др. [1,2]. МТМ характеризуются широкой петлей магнитного гистерезиса. Количество запасенной магнитной энергии пропорционально максимальному энергетическому произведению $(BH)_{max}$. Эта величина является одной из основных при определении марки постоянных магнитов.

Для контроля качества ферромагнитных материалов по ГОСТ 17809 [3], ГОСТ 24063 [4], ГОСТ 24897 [5], ГОСТ 21559 [6], ГОСТ Р 52956 [7] необходимо проводить измерения магнитных гистерезисных свойств магнитов в замкнутой магнитной цепи. Поверка магнитоизмерительных установок такого типа до недавнего времени осуществлялась поэлементной проверкой блоков, входящих в состав. Такая поверка не могла в полной мере позволить определить корректность полученных результатов ввиду неполной информации от производителя о способе изготовления измерительных преобразователей и др. Для контроля точности измерений магнитных характеристик в связи с указанными сложностями необходимы стандартные образцы (СО) утвержденного типа, разработка которых стала возможна после совершенствования эталона ГЭТ 198-2017 [8].

В 2018 году проведены испытания восьми новых типов СО магнитных свойств МТМ на основе сплавов SmCo и NdFeB (ГСО 11148-2018/ГСО 11151-2018 [9] и ГСО 11059-2018/ГСО 11062-2018) [10]. СО используются при проведении испытаний в целях утверждения типа, поверки гистерезисграфов, аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений. Прослеживаемость аттестованных значений к единице магнитных величин реализуется посредством прямых измерений на ГЭТ 198-2017 [11].

Для обеспечения высокой точности измерений во всем диапазоне измерений характеристик постоянных магнитов необходимы СО магнитных свойств различных типов магнитных материалов. В настоящее время УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» выполняет работу по испытаниям в целях утверждения типа СО магнитных свойств МТМ на основе сплава ЮНДК, что позволит дальнейшее совершенствование системы метрологического обеспечения в области измерений свойств МТМ.

Ввиду эксплуатации ПМ в переменных магнитных полях, это приводит к возникновению вихревых токов в ПМ и элементах магнитных систем с электрической проводимостью и разогреву этих элементов в соответствии с законом Джоуля-Ленца [12]. Изменение температуры приводит к изменению магнитных свойств ПМ как в связи с изменением фундаментальных констант [13], так и с влиянием тепловых флуктуаций [14,15].

Для разработки устройств, работающих при повышенных температурах, необходимо знание предельных петель магнитного гистерезиса ПМ в широком диапазоне температур, что требует дальнейшего совершенствования ГЭТ 198-2017.

ЛИТЕРАТУРА

1. Permanent magnet applications / Coey J.M.D. [et al.] // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2002. Vol. 248. Issue 3. P. 441-456. https://doi.org/10.1016/S0304-8853(02)00335-9
2. Король В.И., Ланкин И.М., Ланкин М.В. Применение постоянных магнитов в разных отраслях // Вестник молодежной науки России. 2020. № 5.
3. ГОСТ 17809-72 Материалы магнитотвердые литые. Марки. М. : Издательство стандартов, 2001. С. 5.
4. ГОСТ 24063-80 Ферриты магнитотвердые. Марки и основные параметры. М. : Издательство стандартов, 1986. С. 12.
5. ГОСТ 24897-81 Материалы магнитотвердые деформируемые. Марки. М. : Издательство стандартов, 1981. С. 9.
6. ГОСТ 21559-76 Материалы магнитотвердые спеченные. Марки. М. : Издательство стандартов, 1976. С. 16.
7. ГОСТ Р 52956-2008 Материалы магнитотвердые спеченные на основе сплава неодим-железо-бор. Классификация. Основные параметры. М. : Стандартинформ, 2008. С. 7.
8. Волегова Е. А., Малыгин М. А., Маслова Т. И., Волегов А. С. Государственный первичный эталон единиц мощности магнитных потерь, магнитной индукции постоянного магнитного поля в диапазоне от 0,1 до 2,5 Тл и магнитного потока в диапазоне от $1 \cdot 10^{-5}$ до $3 \cdot 10^{-2}$ Вб ГЭТ 198-2017 // Измерительная техника. 2018. № 3. С. 7–10. https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2018-3-7-10
9. ГСО 11148-2018/ГСО 11151-2018 Стандартные образцы магнитных свойств магнитотвердых материалов на основе сплава SmCo (набор МС SmCo) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2018. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/493144 (дата обращения: 28.07.2022).
10. ГСО 11059-2018/ГСО 11062-2018 Стандартные образцы магнитных свойств магнитотвердых материалов на основе сплава NdFeB (набор МС NdFeB) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2022. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1395632 (дата обращения: 26.07.2022).
11. Разработка стандартных образцов магнитных свойств магнитотвердых материалов на основе сплава NdFeB / Е.А. Волегова [и др.] // Стандартные образцы. 2019. Т. 15. № 1. С. 21–27. https://doi.org/10.20915/2077-1177-2019-15-1-21-27
12. Сивухин Д.В. Общий курс физики: учеб. пособие для вузов. В 5 т. Т. 3. Электричество. М.: Физматлит, 2009. 656 с.
13. Кудреватых Н.В., Волегов А.С. Магнетизм редкоземельных металлов и их интерметаллических соединений: учеб. пособие. Екатеринбург: Издательство Уральского университета, 2015. 198 с.
14. Magnetic viscosity of L10 structured Mn-Ga and Mn-Al alloys / Volegov A.S. [et al.] // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2017, pp. 750–756. https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2017.06.087
15. Effect of intergrain exchange interaction on magnetic viscosity of nanocrystalline isotropic NdFeB magnets / Volegova E.A. [et al.] // Journal of Physics: Conference Series. 2019. https://doi:10.1088/1742-6596/1389/1/012121

УДК 006.9:53.089.68:537.6
ГРНТИ 90.27.34: 90.29.25

Разработка стандартных образцов объемной доли ферритной фазы в аустенитных и феррито-аустенитных сталях

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

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: volegovaea@uniim.ru

Аннотация: в докладе представлены результаты разработки стандартных образцов объемной доли ферритной фазы в аустенитных и феррито-аустенитных сталях, предназначенных для метрологического обеспечения средств контроля качества сталей данного вида.

Ключевые слова: феррит, ферромагнитная фаза, объемная доля, намагниченность насыщения, контроль

В сталях аустенитных хромоникелевых коррозионностойких и сварочных материалах одним из значимых показателей качества является объемная доля ферритной фазы (содержание ферритной фазы). Ферритная фаза (дельта-феррит, феррит) – это мелкодисперсная фаза, возникающая при кристаллизации из жидкого состояния хромоникелевых аустенитных и феррито-аустенитных сталей, имеет объемно-центрированную кубическую кристаллическую решетку, обладает ниже точки Кюри (около 650 °С) ферромагнитными свойствами [1]. Феррит существенно влияет на механические свойства сталей этих классов и может оказывать как благоприятное влияние, предотвращая появление горячих трещин, так и отрицательное, охрупчивая сварочный материал при высоких температурах. Сварочные материалы из аустенитных сталей, как правило, должны иметь содержание ферритной фазы в пределах от 2 до 10 %, что позволяет предотвращать появление горячих трещин и минимизировать охрупчивание сварных швов при высокой температуре. Поэтому необходимо проводить контроль содержания ферритной фазы (объемной доли ферритной фазы) как в основном металле изделий из сталей хромоникелевых коррозионностойких, так и в металле сварных швов [2,3].

Контроль содержания ферритной фазы в аустенитных и феррито-аустенитных сталях в нашей стране в основном осуществляется с помощью магнитного метода, основанного на том, что в хромоникелевых сталях аустенитная фаза парамагнитна, а ферритная фаза является ферромагнетиком.

Контроль содержания феррита, как правило, проводится ферритометрами двух типов: объемным с проходным измерительным преобразователем и локальным с накладным измерительным преобразователем [4,5]. Поскольку ферритометры измеряют содержание ферритной фазы косвенным методом, необходимо проводить градуировку средств измерений, для чего в свою очередь, необходимы стандартные образцы, аттестованным значением которых является объемная дола ферритной фазы, измеренная методом магнитного насыщения в замкнутой магнитной цепи. Поверка ферритометров в соответствии с ГОСТ 8.518 осуществляется посредством стандартных образцов объемной доли (содержания) ферритной фазы [6].

В результате проделанной работы утверждены три новых типа стандартных образцов объемной доли ферритной фазы в аустенитных и феррито-аустенитных сталях ГСО 11836-2021 [7], ГСО 11837-2021 [8], ГСО 11838-2021 [9], аттестованных в диапазоне от 0,3 до 25,0 %, аттестованные значения которых установлены с относительной расширенной неопределенность 3 % при коэффициенте охвата k=2. Установление аттестованных значений проведено с использованием аттестованной методики измерений намагниченности насыщения образцов магнитных материалов магнитоиндукциионным методом. СО предназначены для

аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений объемной доли ферритной фазы в аустенитных и феррито-аустенитных сталях. Также СО могут применяться для калибровки и испытаний средств измерений в целях утверждения типа при соответствии СО установленным требованиям.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ Р 53686-2009 (ИСО 8249:2000) Сварка. Определение содержания ферритной фазы в металле сварного шва аустенитных и двухфазных феррито-аустенитных хромоникелевых коррозионностойких сталей. М. : Стандартинформ, 2011. С. 33.
2. Энтин С.Д. Магнитный метод и приборы для количественного определения феррита в сталях аустенитного класса // Труды ЦНИИТМАШ. 1964. № 41. С. 49–53.
3. Меринов П.В. и др. Методы количественного определения содержания феррита в сварных швах хромоникелевых сталей // Сварочное производство. 1977. № 3. С. 49–50.
4. ГОСТ 11878-66 Сталь аустенитная. Методы определения содержания ферритной фазы в прутках. М. : Издательство стандартов, 1991. С. 10.
5. ГОСТ 26364-90 Ферритометры для сталей аустенитного класса. Общие технические условия. М. : Стандартинформ, 2011. С. 9.
6. ГОСТ 8.518-2010 ГСИ. Ферритометры для сталей аустенитного класса. Методика поверки. М. : Стандартинформ, 2011. С. 9.
7. ГСО 11836-2021 Стандартные образцы объемной доли ферритной фазы в аустенитных и феррито-аустенитных сталях (комплект СФФ-5) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2022. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1395631 (дата обращения: 26.07.2022).
8. ГСО 11837-2021 Стандартные образцы объемной доли ферритной фазы в аустенитных и феррито-аустенитных сталях (комплект СФФ-7) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2022. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1395632 (дата обращения: 26.07.2022).
9. ГСО 11838-2021 Стандартные образцы объемной доли ферритной фазы в аустенитных и феррито-аустенитных сталях (комплект СФФ-П) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2022. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1395633 (дата обращения: 26.07.2022).

УДК 620.11:616-006
ГРНТИ 90.29.27:76.29.49

Перспективы разработки стандартных образцов ДНК для лабораторной диагностики онкологических заболеваний

Вонский М. С., Рунов А. Л., Горячая Т. С., Курчакова Е. В.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия, ORCID 0000-0003-4061-7411, e-mail: m.s.vonsky@vniim.ru

Аннотация: Онкологические заболевания являются основной причиной смертности в мире. Возникновение онкопатологий связано с изменениями генетического аппарата злокачественных клеток. Исследования ДНК позволяют выявить генетические предпосылки к развитию рака, диагностировать рак на ранней стадии, определять стратегию и осуществлять мониторинг лечения. Рассмотрены подходы к разработке стандартных образцов ДНК для метрологического обеспечения лабораторной диагностики онкологических заболеваний.

Ключевые слова: стандартные образцы, онкодиагностика, лабораторная медицина, ДНК, последовательность нуклеотидов, число копий последовательности

Онкологические заболевания являются ведущей причиной смертности в мире, отвечая за 16 % от всех смертей [1, 2]. По определению Национального института рака США, рак – это группа заболеваний, характеризующихся неконтролируемым ростом и распространением аномальных клеток [3]. Возникновение раков всегда связано с генетическими изменениями, комплексом мутаций, реализуемых на разных уровнях организации генетического аппарата злокачественно трансформированных клеток [4]. Изучение этих изменений, их роли в этиологии и патогенезе опухолей обеспечило применение результатов онкогенетических исследований в целях диагностики, профилактики и лечения злокачественных новообразований [5]. При этом использование методов количественной полимеразной цепной реакции (кПЦР) позволяет с высокой чувствительностью оценивать наличие мутаций, определяющих генетическую предрасположенность к онкологическим заболеваниям, а также выявлять рак на ранней, потенциально излечимой стадии и определять стратегию лечения, повышая выживаемость и качество жизни [6].

Обеспечение точности измерений в онкологии являются приоритетной задачей для Рабочей группы по анализу нуклеиновых кислот Консультативного комитета по количеству вещества [7]. В пилотных сличениях были исследованы измерительные возможности, обеспечивающие идентификацию мутаций и измерения доли числа копий соответствующих последовательностей. Результаты сличений подтвердили, что применение метода цифровой ПЦР (цПЦР) обеспечивает получение достоверных, прослеживаемых к СИ результатов измерений содержания генетических биомаркеров онкопатологий.

В рамках подготовки к ключевым сличениям CCQM-K176 совместно с Научно-методическим центром по молекулярной медицине Минздрава РФ (НМЦ МЗ РФ) и Институтом цитологии Российской академии наук были проведены измерения отношения числа копий последовательности гена *HER2* и последовательностей генов *RPPH1* и *CEP17* в культурах клеток человека и в клиническом материале биопсий опухолей. Выполненные с использованием цПЦР измерения клинических образцов позволили уточнить результаты, полученные в НМЦ МЗ РФ с использованием метода мультиплексной амплификации лигированных зондов (MLPA) [8]. Пять клеточных линий из Российской коллекции клеточных культур охарактеризованы по отношению числа копий последовательностей соответствующих генов, выявлена клеточная линия с выраженной амплификацией гена *HER2*. Полученные результаты позволят использовать культуры клеток человека для создания стандартных образцов для метрологического обеспечения измерений отношения числа копий последовательностей генов в онкогенетических исследованиях.

ЛИТЕРАТУРА

1. Global Cancer Statistics 2020: GLOBOCAN Estimates of incidence and mortality worldwide for 36 cancers in 185 countries / H. Sung [et al.] // CA Cancer J Clin. 2021. no 71. P. 209-249. https://doi.org/10.3322/caac.21660
2. World Health Organisation. URL: https://www.who.int/news-room/fact-sheets/detail/cancer
3. National Cancer Institute. URL: https://www.cancer.gov/about-cancer/understanding/what-is-cancer
4. Loeb K. R., Loeb L.A. Significance of multiple mutations in cancer // Carcinogenesis. 2000. Vol. 21. no 3. P. 379–385. https://doi.org/10.1093/carcin/21.3.379
5. Berger M.F., Mardis E.R. The emerging clinical relevance of genomics in cancer medicine // Nat Rev Clin Oncol. Vol. 15, no 6. P. 353-365. https://doi.org/10.1038/s41571-018-0002-6
6. Bernard P.S., Wittwer C.T. Real-Time PCR Technology for Cancer Diagnostics // Clin. Chem. Vol. 48, no 8. P. 1178–1185. https://doi.org/10.1093/clinchem/48.8.1178
7. Metrological framework to support accurate, reliable, and reproducible nucleic acid measurements / M. Milavec [et al.] // Anal Bioanal Chem. Vol. 414. no 2. P. 791–806 (2022). https://doi.org/10.1007/s00216-021-03712-x
8. Use of the MLPA Assay in the Molecular Diagnosis of Gene Copy Number Alterations in Human Genetic Diseases / L. Stuppia [et al.] // Int J Mol Sci. 2012.vol.13. no 3. P.3245-3276. https://doi.org/10.3390/ijms1303324

УДК 543.06
ГРНТИ 90.27.31

Разработка высокоточной методики измерений массовой доли меди, цинка в сыворотке крови методом изотопного разбавления и масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой

Востроknутова Е. В., Табатчикова Т. Н., Лебедева Е. Л., Мигаль П. В., Собина Е. П., Собина А. В.

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева», г. Екатеринбург, Россия, e-mail: uniim@uniim.ru

Аннотация: Описаны результаты разработки методики измерений массовой доли меди и цинка в лиофилизированной сыворотке крови с использованием метода масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой с изотопным разбавлением. Разработанная методика может применяться для установления метрологических характеристик стандартных образцов состава сыворотки крови, контроля правильности результатов измерений, полученных с использованием других методик (методов) измерений аналогичных величин, выполнения высокоточных измерений массовых долей меди и цинка в сыворотке крови в спорных ситуациях.

Ключевые слова: сыворотка крови, метод масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой, метод изотопного разбавления

Метрологическое обеспечение измерений в медицинской лабораторной диагностике неоспоримо важно: контроль содержания микроэлементов в организме человека проводят при диагностике интоксикаций и профессиональных болезней, для оценки баланса этих элементов в организме, для выявления недостатка или избытка микроэлементов, вызывающих патологические состояния и/или свидетельствующих о возможных заболеваниях.

Объектом исследований являлась лиофилизированная сыворотка крови. Как показали исследования, оптимальным методом растворения сыворотки крови является разложение в концентрированной азотной кислоте. Измерения проводили на масс-спектрометре с индуктивно-связанной плазмой Nexion 2000 фирмы PerkinElmer.

Предварительный масс-спектрометрический анализ Total Quant показал, что основными матричными элементами сыворотки крови являются Na, Mg, P, S, K, Ca. Исследования влияния матричных элементов на аналиты в различных режимах масс-спектрометра привели к выводу, что оптимальным режимом измерений растворов проб сыворотки крови является режим динамической реакционной ячейки (DRC). Коэффициент разбавления пробы сыворотки крови должен составлять не менее 400, чтобы не вызвать возможные интерференции матричных элементов на аналиты.

В основе разработанной методики измерений массовой доли меди и цинка лежит метод изотопного разбавления, признанный Консультативным Комитетом по Количеству Вещества (CCQM) потенциально первичным [1].

Для определения массовой доли меди измеряли изотопное отношение Cu^{65}/Cu^{63}, для определения массовой доли цинка измеряли изотопные отношения Zn^{66}/Zn^{64}, Zn^{67}/Zn^{64}, Zn^{68}/Zn^{64}, Zn^{70}/Zn^{64} в растворе исследуемой пробы, пробы с добавкой и растворе добавки с последующим вычислением. Эффект дискриминации масс был устранен введением корректирующих коэффициентов, установленных при измерении указанных изотопных отношений в стандартных образцах с известным изотопным составом.

Разработанная методика аттестована в УНИИМ – филиале ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева». Оценку показателей повторяемости и внутрилабораторной прецизионности проводили с использованием результатов измерений массовой доли меди и цинка в образцах сыворотки крови производства АО «Вектор-Бест», сыворотки крови производства ООО «БиолоТ» с массовыми долями меди и цинка в диапазоне от $1 \cdot 10^{-6}$ % до

$1 \cdot 10^{-3}$ % в соответствии с алгоритмами, изложенными в РМГ 61-2010 [3]. Показатели прецизионности методики в форме стандартной неопределённости типа А результатов измерений в условиях повторяемости и внутрилабораторной прецизионности рассчитали в соответствии с РМГ 61-2010 [3]. Стандартная неопределенность типа В получена в соответствии с положениями ГОСТ 34100.3-2017/ISO/IEC Guide 98-3:2008 [4].

Разработанная высокоточная методика планируется к утверждению в качестве первичной референтной методики измерений.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ellison S.L.R., Williams A. (Eds). Eurachem/CITAC guide: Quantifying uncertainty in analytical measurement, third edition. 2012. URL: https://www.eurachem.org/index.php/publications/guides/quam

2. Commission on isotopic abundances and atomic weight of International Union of pure and applied chemistry (CIAAW of IUPAC). URL: http://www.ciaaw.org/atomic-masses.htm (дата обращения: 22.04.2022).

3. РМГ 61–2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки. М.: Стандартинформ, 2012. 61 с.

4. ГОСТ 34100.3-2017/ISO/IEC Guide 98-3:2008 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения. М.: Стандартинформ, 2018. 112 с.

УДК 006.82
ГРНТИ 90.29.25

Применение протеомного анализа в идентификации стандартного образца панкреатина

Гегечкори В. И.[1], Шатилина А. А.[1], Левко А. А.[2], Шестаков В. Н.[2]

[1] ФГАОУ ВО Первый Московский государственный медицинский университет имени И. М. Сеченова Министерства здравоохранения Российской Федерации, г. Москва, Россия

[2] ФБУ «Государственный институт лекарственных средств и надлежащих практик» Министерства промышленности и торговли Российской Федерации, г. Москва, Россия, e-mail: vgegechkori@gmail.com

Аннотация: При осуществлении разработки СО панкреатина был проведен протеомный анализ, который позволил провести идентификацию исследуемых образцов. Протеомный анализ выполнялся методом хроматомасс-спектрометрии после предварительного фракционирования белков, содержащихся в испытуемых образцах, посредством электрофореза в полиакриламидном геле и последующим ферментативным гидролизом индивидуальных белков непосредственно в геле.

Ключевые слова: протеомный анализ, стандартный образец, панкреатин, ВЭЖХ-МС, электрофорез

Заболевания органов пищеварения - частые явления отклонения нормального физиологического состояния организма [1]. Одним из таких заболеваний является ферментативная недостаточность поджелудочной железы, при которой снижается образование или активность панкреатических ферментов, что ведет к нарушению процессов расщепления и всасывания питательных веществ в кишечнике, и, как итог, провоцирует ряд заболеваний других систем организма [2].

Заместительная энзимотерапия играет ключевую роль при лечении ферментативной недостаточности [3]. Одним из наиболее востребованных лекарственных средств (ЛС) при терапии дефицита ферментов поджелудочной железы является панкреатин. Это натуральное вещество животного происхождения, чаще содержимое поджелудочной железы свиней, помогает расщеплять белки, жиры и углеводы [4].

Применение данного препарата нормализует процессы пищеварения и улучшает общее функциональное состояние желудочно-кишечного тракта [5].

Все препараты, в том числе и препараты панкреатина, подлежат контролю качества, чтобы гарантировать обращение эффективных и безопасных ЛС на фармацевтическом рынке [6]. Современные подходы к контролю качества ЛС осуществляются с применением высокочувствительных анализов с использованием стандартных образцов (СО).

Цель настоящего исследования состояла в проведении идентификации разрабатываемого СО панкреатина с применением протеомного анализа.

Протеомный анализ заключается в идентификации совокупных индивидуальных белков исследуемых образцов. Предварительно подготовленные образцы подвергались электрофоретическому разделению в полиакриламидном геле с последующим проявлением белковых пятен в геле. Анализ полученных электрофореграмм позволил установить участки геля, содержащие индивидуальные белковые пятна, и провести ферментативный гидролиз (трипсинолиз) индивидуальных белков непосредственно в геле с последующей идентификацией аминокислотных последовательностей фрагментов индивидуальных белков масс-спектрометрией (МС) комбинированной с высокоэффективной жидкостной хроматографией (ВЭЖХ). Полученные спектры анализировали с использованием базы данных Национального центра биотехнологической информации (NCBI), содержащей информацию о теоретически возможных пептидах белков. Выявление большого количества конкретных пептидов свидетельствует о наличии определенного белка в образце [7, 8].

В результате проведенного протеомного анализа исследованных образцов панкреатина были идентифицированы аминокислотные последовательности пептидных фрагментов,

соответствующих следующим панкреатическим белкам свиного происхождения: α-амилаза, α-амилаза-подобный белок, пролипаза, α-трипсин, химотрипсиноген С, химотрипсиноген 2 изоформа Х2, химотрипсиноген 2-подобный белок, химотрипсин-подобная протеаза CTRL-1, прокарбоксипептидаза А, прокарбоксипептидаза А1, карбоксипептидаза А5, карбоксипептидаза В, карбоксипептидаза В-подобный белок, эластаза 2, хитиназа.

Таким образом, проведено доказательство структуры исследуемых образцов на соответствие структуре панкреатина с применением протеомного анализа.

ЛИТЕРАТУРА

1. Адаменко Е.И. Роль пробиотиков и энзимов неживотного происхождения в лечении функциональных заболеваний кишечника // Медицинские новости. 2020. №9 (312). С. 19–25.
2. In vitro Comparison of Pancreatic Enzyme Preparations Available in the Indian Market / S. V. Shrikhande [et al.] // Drug design, development and therapy. 2021. no. 15. P. 3835–3843. https://doi.org/10.2147/DDDT.S319949
3. Nanofibrous Formulation of Cyclodextrin Stabilized Lipases for Efficient Pancreatin Replacement Therapies / G. D. Tóth, [et al.] // Pharmaceutics. 2021. no. 13(7) P. 972. https://doi.org/10.3390/pharmaceutics13070972
4. Машковский М.Д. Лекарственные средства. М.: Новая волна, 2020. 1216 с.
5. Видаль. Справочник лекарственных средств. [Электронный ресурс]. URL: https://www.vidal.ru/drugs/pancreatin (дата обращения 25.07.2022)
6. Об обращении лекарственных средств: Федер. закон Рос. Федерации от 12 апреля 2010 г. № 61-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 24 марта 2010 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 31 марта 2010 г.
7. Государственная фармакопея Российской Федерации XIV изд. [Электронный ресурс]. URL: https://femb.ru/record/pharmacopea14 (дата обращения 25.07.2022)
8. Протеомика как фундаментальный инструмент доклинического скрининга, верификации анализов и оценки применяемой терапии / Сучков С.В. [и др.] // Вестник РАМН. 2013. № 68(1). С. 65–71.

УДК 006.82
ГРНТИ 90.29.25

Создание стандартных образцов утверждённого типа для примесей активных фармацевтических субстанций

Гегечкори В. И.[1], Шульга Н. А. [1], Князев А. М.[2], Чадова Н. Н.[3], Шестаков В. Н.[3]

[1] ФГАОУ ВО Первый Московский государственный медицинский университет имени И. М. Сеченова Министерства здравоохранения Российской Федерации,, г. Москва, Россия

[2] ФБУ «Государственный институт лекарственных средств и надлежащих практик» Министерства промышленности и торговли Российской Федерации, г. Москва, Россия

[3] ФБУ «Государственный институт лекарственных средств и надлежащих практик» Министерства промышленности и торговли Российской Федерации, г. Москва, Россия, e-mail: vgegechkori@gmail.com

Аннотация: Определение примесей лекарственных средств (ЛС) является неотъемлемой частью обеспечения качества, эффективности и безопасности ЛС в фармацевтическом анализе. Примеси ЛС могут иметь различное происхождение и природу, поэтому не всегда возможно точно оценить присутствие или количество примеси без использования стандартных образцов.

Ключевые слова: стандартный образец, примесь, инозин, гуанозин, гипоксантин

Инозин широко применяют в комплексном лечении перенесенного инфаркта миокарда, ишемической болезни сердца. Механизм антиаритмического действия выяснен не до конца, но препарат до сих пор широко применяется, из чего следует необходимость обеспечения качества и безопасности данного ЛС. Одним из подходов к этой задаче является разработка и производство стандартных образцов (СО) примесей инозина. Примеси не только снижают эффективность ЛС, но и при его употреблении могут вызывать негативное воздействие на организм человека. Важно контролировать содержание примесей в ЛС с помощью СО состава аналогичных примесей. В Государственной Фармакопее 14 издания регламентируется определение примесей гипоксантина и гуанозина [1,2].

СО примесей могут содержать как специально синтезированные примеси, так и очищенные или выделенные примеси из фармацевтической субстанции. Если примесь не удается синтезировать или очистить, то используются СО вещества, обогащенные данной примесью.

Целью данной работы является описание подходов к разработке СО примесей инозина.

При разработке СО эталонным правилом является использование нескольких независимых друг от друга физико-химических методов анализа. Такие методы как спектроскопия в инфракрасной (ИК) области, спектроскопия ядерного магнитного резонанса (ЯМР-спектроскопия) и масс-спектрометрия являются обязательными и независимыми методами, совместное использование которых позволяет точно охарактеризовать исследуемый образец, определить структуру примеси [3,4].

ИК-спектроскопия широко используется для идентификации веществ и позволяет достоверно определять их структуру. В основе метода лежит взаимодействие ИК-излучения с веществом, при этом происходит возбуждение внутримолекулярных и межмолекулярных колебательных движений. Полосы поглощения ИК-спектра соответствуют функциональным группам, входящим в состав вещества [5,6].

Метод ЯМР-спектроскопии основан на избирательном поглощении веществом электромагнитного излучения, обусловленным переориентацией магнитных моментов атомных ядер, находящихся в постоянном магнитном поле. К преимуществам данного метода можно отнести следующие особенности:

1. Метод является абсолютным как для качественного, так и для количественного определения,

2. Неразрушающий метод анализа,

3. Простота пробоподготовки

4. Не требует большого количества вещества.

Сочетание ^{1}H и ^{13}C спектров гипоксантина и гуанозина позволяет надежно идентифицировать структуру вещества [7].

Масс-спектрометрия – высокочувствительный аналитический метод, способный обнаруживать примеси в пикограммовых количествах. Масс-спектры позволяют получить информацию о точных молекулярных массах и определяемых из нее брутто-формулах отдельных искомых соединений. В анализе гипоксантина и гуанозина метод масс-спектрометрии позволяет установить точную молекулярную массу вещества и подтвердить соответствие образца брутто-формулам примесей [8].

Использование нескольких методов физико-химического анализа позволяет однозначно идентифицировать и охарактеризовать исследуемые вещества, поэтому такой подход должен быть использован при разработке СО примесей инозина и включен в нормативную документацию.

ЛИТЕРАТУРА

1. Государственная фармакопея Российской Федерации XIV изд. [сайт]. 2018. URL: https://femb.ru/record/pharmacopea14 (дата обращения 10.07.2022).

2. Машковский М.Д. Лекарственные средства. М.: Новая волна, 2020. 1216 с.

3. ГОСТ ISO Guide 33–2019 Стандартные образцы. Надлежащая практика применения стандартных образцов. М.: Стандартинформ, 2019.

4. ISO/TR10989:2009: Reference materials – Guidance on, and keywords used for, RM categorization // ISO [website]. URL: https://www.iso.org/standard/46526.html (дата обращения: 12.01.2021)

5. Гордецов А.С. Инфракрасная спектроскопия биологических жидкостей и тканей // Современные технологии в медицине. 2010. № 1. С. 84–98.

6. R spectra of guanine and hypoxanthine isolated molecules / G.G. Sheina [et al.] // Journal of Molecular Structure. 1987. Vol. 158. P. 275–292.

7. Использование метода ЯМР-спектроскопии в фармакопейном анализе / С.В. Моисеев [и др.] // Ведомости Научного центра экспертизы средств медицинского применения. 2016. № 2. С. 53–57.

8. Хромато-масс-спектрометрия: использование для идентификации лекарственных субстанций и примесей / А.А. Кутин [и др.] // Ведомости Научного центра экспертизы средств медицинского применения. 2013. № 2. С. 12–14.

УДК 662.613.1: 691.335
ГРНТИ 90.29.25

Актуальные вопросы методического обеспечения контроля состава отходов переработки и сжигания углей

Голынец О. С.[1], Медведевских М. Ю.[2], Эпштейн С. А.[2], Кочеткова Е. М.[2]

[1]Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И.Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: lab241@uniim.ru

[2] ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва, Россия

Аннотация: Работа посвящена анализу и сбору информации о показателях качества и безопасности отходов переработки и сжигания углей с целью разработки стандартных образцов. Выявлена проблема применения разной терминологии при установлении химического состава золы. Для установления показателя массовая доля органического углерода разработана методика измерений.

Ключевые слова: отходы переработки и сжигания углей, золошлаковые отходы, стандартные образцы состава отходов, продуктов обогащения, переработки и сжигания углей, органический углерод

Золошлаковые отходы (ЗШО) образуются в результате производства электроэнергии на угольных электростанциях. От сжигания одной тонны угля получают от 10% до 45 % ЗШО. Количество накопленных отходов, возникших при генерации тепла и электроэнергии посредством сжигания твёрдого топлива, неуклонно растёт. Так по прогнозам экспертов Интер РАО ЕЭС к 2030 году их количество может достигнуть 2 млрд. тонн.[1]

Золошлаковые отвалы занимают огромные площади и приводят к отчуждению и загрязнению почв. Они также негативно воздействуют на окружающую среду, представляют опасность как для растительного и животного мира, так и для здоровья населения [4]. Загрязнение происходит как путем вымывания из отвалов токсичных элементов грунтовыми и талыми водами, так и посредством пыления ЗШО в отвалах [2, 4, 12].

Кроме того, содержание, реконструкция и утилизация, а также строительство новых золошлаковых отвалов, требуют больших капиталовложений. Это в свою очередь приводит к увеличению эксплуатационных расходов при производстве энергии из углей и твердого топлива, а, следовательно, к повышению ее себестоимости. Поэтому актуальными становятся вопросы не просто хранения, но и рационального использования ЗШО.

Мировая практика показывает, что ЗШО могут с успехом применяться не только для заполнения шахт и рекультивации земель, но также и в строительной промышленности. Так на рис.1 показаны области применения летучей золы летучей золы при производстве строительных и шахтных работ [11], общий объем использования составил 20 млн т летучей золы. Таким образом, ЗШО представляет собой ценное сырье техногенного происхождения.

Рис. 1. Использование летучей золы при производстве строительных материалов и проведении шахтных работ в Европе (общий объем использования – 20,0 млн т.)

К настоящему времени в России накоплен некоторый опыт использования ЗШО. К отраслям экономики, где возможно перспективное использование ЗШО отнесены строительная отрасль, автомобильная, металлургическая,

химическая, электротехническая промышленности, а также сельское хозяйство и природоохранные мероприятия [3-5].

В то же время для активного вовлечения ЗШО в хозяйственный оборот в том числе с получением материалов на их основе и вторичной продукции необходимо:

- создать комплекс нормативных правовых актов для перевода ЗШО в золошлаковые материалы, который будет включать в том числе исчерпывающий перечень показателей их безопасности при использовании, а также разработать методики оценки этих показателей;

- проводить четкую политику, которая бы стимулировала энергетиков отгружать золошлаки на переработку вместо складирования их на отвалах, а потенциальных потребителей золошлаков - использовать их в различных направлениях взамен природного сырья [6].

Это возможно, в рамках комплексного плана утилизации отходов угольных электростанций и котельных [14], а возможно в рамках политики наилучших доступных технологий (НДТ) [15].

Ввиду большого разнообразия твёрдого топлива, условий его сжигания, а также разных способов и методов их улавливания, ЗШО различаются по физическим и химическим свойствам, а также по гранулометрическому составу. Одним из принципиальных показателей, определяющих потенциальное применение ЗШО является содержание несгоревшего углерода. В то же время, методики определения данного показателя до сих пор не получили должного метрологического обеспечения. Например, потребители ЗШО периодически дискутируют по вопросу влияния несгоревшего углерода на качество золошлаков, применяемых в строительных технологиях [8-10]. Отсутствует однозначная трактовка этого показателя и применяемая в связи с этим терминология. Например, встречаются такие термины, относящиеся к несгоревшему углероду, как «постоянный недожог», «потеря при прокаливании» [13], «углистый остаток» [7,8]. Кроме того, в России не выпускаются стандартные образцы состава ЗШО с аттестованным значением массовой доли общего углерода.

Усилиями специалистов ФГАОУ ВО НИТУ «МИСиС» и УНИИМ- филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» разработана методика измерения определения массовой доли общего углерода в отходах и продуктах обогащения, переработки и сжигания углей, которая в настоящее время проходит аттестацию. В соответствии с разработанной методикой определение массовой доли общего углерода производят гравиметрическим методом с предварительной деминерализацией пробы соляной кислотой и последующим ее прокаливанием при температуре 815 С до постоянной массы.

Запланирована разработка стандартного образца с аттестованным значением массовой доли общего углерода в отходах и продуктах обогащения, переработки и сжигания углей. Предполагаемое назначение разрабатываемого стандартного образца – обеспечение контроля точности методик результатов измерений массовой доли общего углерода в отходах и продуктах обогащения, переработки и сжигания углей.

Обеспечение контроля точности методик определения несгоревшего углерода в ЗШО с использованием стандартного образца позволит максимально эффективно использовать это ценное сырье во многих областях промышленности. Кроме того, использование золошлаковых отходов в будущем должно способствовать росту перспективных технологий, бизнеса, инициатив научных исследований, улучшению экологической ситуации.

Работа выполнена в рамках Программы стратегического академического лидерства «Приоритет-2030».

ЛИТЕРАТУРА:

1. Сиротюк В.В., Троян Т.П. Влияние углистых остатков на качество золошлаков, применяемых для строительных технологиий // Научный рецензируемый журнал Вестник СибАДИ. 2017. Т. 6. № 58. С. 119–125. https://doi.org/10.26518/2071-7296-2017-6(58)-119-125

2. Бакулин Ю.И., Черепанов А.А. Золото и платина в золошлаковых отходах ТЭЦ г. Хабаровска // Руды и металлы. 2002. № 3. С. 60–67.

3. Исследование возможностей комплексной переработки отходов предприятий энергетики Приморского края / Е.И. Шамрай [и др.] // Современные наукоемкие технологии. 2017. № 3. С. 68–75.

4. Черенцова А.А., Олесик С.М. Оценка золошлаковых отходов как источник загрязнения окружающей среды и как источник вторичного сырья // Горный информационный - аналитический бюллетень. 2013. № 3. С. 230–243.

5. Варданян М.А. Золошлаковые отходы как вторичные материальные ресурсы // Труды Братского государственного университета. Серия: Естественные и инженерные науки - развитию регионов. 2006. Т. 1. С. 12–17.

6. Путилов В.Я., Путилова И.В., Маликова Е.А. Основные барьеры на пути эффективного решения проблемы обращения с золошлаками энергетики // Вестник Московского энергетического института. Вестник МЭИ. 2013. № 1. С. 16–23.

7. Сергеев А.М. Использование в строительстве отходов энергетической промышленности. Киев : Будівельник, 1986. 133 с.

8. Бабачёв Г.Н. Золы и шлаки в производстве строительных материалов. Киев : Будівельник, 1987. 120 с.

9. Использование в бетонах зол ТЭС, содержащих несгоревшие частицы топлива / В.М. Казанский [и др.] // Энергетического строительство. 1990. № 9. С. 35–37.

10. Сиротюк В.В., Троян Т.П. Влияние углистых остатков на качество золошлаков, применяемых для строительных технологий // Вестник Сибирского государственного автомобильно-дорожного университета. 2017. № 6(58). С. 119–125.

11. Фоерборн Х.Й. Угольная зола в Европе - юридические и технические требования по применению // Золошлаки ТЭС: удаление, транспорт, переработка, складирование: Материалы III Международного научно-практического семинара, Москва, 22–23 апреля 2010 года. Москва: Издательский дом МЭИ, 2010. С. 22–28.

12. Бурминский Н.И. Комплексное укрепление песков цементом с добавкой золы-уноса //Сб. науч. тр. Местные материалы в дорожном строительстве юга РСФСР. Ростов – на Дону. 1972. С.59–66.

13. Об утверждении методики исчисления размера вреда, причинённого атмосферному воздуху как компоненту природной среды: Приказ Минприроды от 28 января 2021 № 59 // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. Дата опубликования: 05.02.2021. Номер опубликования: 0001202102050023.

14. ГОСТ 11022-95 Топливо твердое минеральное. М.: Стандартинформ, 2006. 8 с.

15. Об утверждении комплексного плана по повышению объемов утилизации золошлаковых отходов V класса опасности: Распоряжение Правительства России от 15 июня №1557-р // Правительство России [сайт]. URL: http://government.ru/docs/all/141543/

16. ИТС 37-2017 Информационно-технический справочник по наилучшим доступным технологиям. Добыча и обогащение угля // Электронный фонд правовых и нормативно-технических документов [сайт]. URL: https://docs.cntd.ru/document/556173717

УДК 681.2: 006.91-027-21
ГРНТИ 90.29.25

О возможности создания стандартных образцов прионов в биологическом материале человека и животных

Гребенникова Т. В.[1], Кулябина Т. В.[2], Кулябина Е. В.[2]

[1] ФГБУ «Национальный исследовательский центр эпидемиологии и микробиологии имени почётного академика Н.Ф. Гамалеи» Минздрава России, г. Москва, Россия, e-mail: t_grebennikova@mail.ru

[2] ФГБУ «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы», г. Москва, Россия

Аннотация: В докладе рассмотрены основные проблемы, возникающие при диагностике прионных болезней человека и животных. Определена актуальность создания отечественной тест-системы для определения прионных болезней человека и животных. Сформулирована задача создания и стандартизации методов диагностики прионных инфекций.

Ключевые слова: прионная болезнь, прионный белок, прионная инфекция, стандартный образец прионов, тест-система диагностическая, методика измерений прионов, прижизненная диагностика прионной болезни, достоверность диагностики прионной болезни

Прионные болезни, также известные как трансмиссивные губкообразные энцефалопатии (ТГЭ) – это нейродегенеративные инфекционные заболевания, принципиально отличающиеся от заболеваний, вызываемых вирусами, бактериями, грибками или простейшими, отсутствием ДНК или РНК патогена [1]. Причиной ТГЭ человека и животных является изменение формы клеточного белка PrP, в нормальном виде присутствующего в организме. В результате изменения третичной и четвертичной структуры этот неинфекционный клеточный белок превращается в инфекционный прион PrP^d [2].

Накопление прионов в организме вызывает тяжелейшие заболевания центральной нервной системы человека и домашних животных, например, губчатая энцефалопатия крупного рогатого скота, у человека болезнь Крейтцфельдта-Якоба и др., заканчивающиеся летальным исходом для животных и людей [3]. Лечения для таких заболеваний не найдено.

Инфицирование происходит при употреблении в пищу мяса больных животных, при употреблении фармацевтических препаратов с компонентами животного происхождения, при трансплантации роговицы глаза или твердой мозговой оболочки, не прошедшей должный контроль [4]. Выявление прионов осложняется следующими факторами: длительный инкубационный период от 1,5 до 20 лет до проявления клинических симптомов; бессимптомность протекания болезни; низкая концентрация прионов в доступных для тестирования физиологических жидкостях человека и животных; высокая резистентность прионов к высоким и низким температурам, к воздействию спиртов, кислот, протеолитических ферментов и других агентов [5].

При этом в мире существует всего 5 тест-систем для диагностики содержания прионов в биологических пробах, и среди них ни одной отечественного производства [6].

Приказ Министерства промышленности и торговли РФ от 14 июня 2013 г. № 916 «Об утверждении Правил организации производства и контроля качества лекарственных средств», гласит, что «…биологические фармацевтические субстанции и лекарственные препараты должны соответствовать требованиям нормативных правовых актов Российской Федерации в отношении уменьшения риска передачи возбудителя губчатой энцефалопатии животных и латентных вирусов через лекарственные препараты для медицинского применения и для применения в ветеринарии...» [7].

Актуальность создания тест-системы на содержание возбудителя губчатой энцефалопатии для осуществления контроля лекарственных средств, производящихся из

сырья животного происхождения, таким образом становится очевидной. А развитие новых технологий невозможно без оценки достоверности измерений.

Проблема идентификации и количественного измерения содержания прионных белков в биологическом материале человека и животных комплексная и находится на стыке метрологии, медицины, ветеринарии и биотехнологии. А значит и решения должны быть найдены соответствующие.

Для стандартизации методов диагностики и обеспечения единства измерений при обнаружении и определении содержания устойчивых инфекционных белков (прионов) в биологических материалах человека и животных целесообразно применение аттестованной референтной методики измерений и государственных стандартных образцов утверждённого типа [8].

Научный и технический потенциал и опыт успешного сотрудничества ФГБУ ВНИИМС» и ФГБУ «НИЦЭМ им. Н.Ф. Гамалеи» позволяют реализовать возможность создания государственного стандартного образца прионов в биологическом материале человека и животных.

ЛИТЕРАТУРА

1. Шкундина И.С., Тер-Аванесян М.Д. Прионы // Успехи биологической химии. 2006. Т. 46. С. 3–42.
2. Novel proteinaceous infection particles cause scrapie / Prusiner S.B. [et al.] // Science. 1982. No. 216(4542). P. 136–44. https://doi.org/10.1126/SCIENCE.6801762
3. Прижизненная диагностика прионных болезней / С.Л. Кальнов [и др.] // Вопросы вирусологии. 2020. Т. 65. № 6. С. 326–334. https://doi.org/10.36233/0507-4088-2020-65-6-3
4. Анисимов А.Н., Васильевых М.В. Прионы в нейродегенеративных заболеваниях // Научно-практические исследования. 2020. №. 1.1 (24). С. 17–28.
5. Кальнов С.Л., Покидышев А.Н., Клименко С.М. Конформационная пластичность рекомбинантного белка приона крупного рогатого скота / В.Б. Григорьев [и др.] // Доклады академии наук. 2010. Т. 430. № 3. С. 409–411.
6. Красочко П.А., Ламан А.М. Губкообразная энцефалопатия крупного рогатого скота – этиология и современные методы диагностики // Животноводство и ветеринарная медицина. 2018. № 4(31). С. 71–77.
7. Об утверждении правил надлежащей производственной практики: Приказ Министерства промышленности и торговли Рос. Федерации от 14 июня 2013 г. № 916 // Официальный интернет-портал правовой информации http://www.pravo.gov.ru. Дата опубликования 15.12.2015, Номер опубликования: 0001201512150001.
8. Кулябина Е.В., Кулябина Т.В. Применение государственных стандартных образцов и тестовых смесей для поверки и калибровки средств измерений, используемых в биологических исследованиях // Измерительная техника. 2013. № 12. С. 50–51. https://doi.org/10.1007/s11018-014-0395-2

УДК 006.91:539.14 + 664:539.1.047:539.1.04 + 621.039.83
ГРНТИ 58.35.03

Стандартные образцы поглощённой дозы в процессах радиационной обработки медицинских изделий, сельскохозяйственной и пищевой продукции

Громов А. А., Жанжора А. П., Тенишев В. П., Коваленко О. И.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений», г.п. Менделеево, Московская область, Россия, e-mail: gromov_a@vniifnri.ru

Аннотация: Показано, что радиационный технологический процесс требует валидации, которая связана с необходимостью измерений поглощенных доз, получаемых продукцией при её обработке, с требуемой точностью. Для этих целей применяются государственные стандартные образцы поглощенной дозы, разработанные и выпускаемые ФГУП «ВНИИФТРИ». Метрологические характеристики стандартных образцов обеспечивают требуемое качество измерений в радиационных технологических процессах

Ключевые слова: государственный стандартный образец, поглощенная доза, радиационная стерилизация, радиационная обработка, валидация, ионизирующее излучение

Радиационная стерилизация медицинских изделий и радиационная обработка пищевой и сельскохозяйственной продукции [1-5] являются промышленными технологическими процессами, которые предполагают обработку продукции ионизирующим излучением с применением специализированных радиационно-технологических установок, в качестве которых в основном используются ускорители электронов.

Любой радиационный технологический процесс является специальным, результаты которого не представляется возможным проверить в полной степени с использованием методов неразрушающих испытаний продукции. Поэтому такой процесс подлежит валидации, которая представляет собой документированную процедуру получения, регистрации и интерпретации результатов, необходимую для подтверждения того, что на выходе процесса будет получена продукция, соответствующая заранее определённым техническим требованиям.

Мерой радиационного воздействия, характеризующей эффективность взаимодействия ионизирующего излучения с веществом, является поглощенная доза. Поглощенная доза в облучаемых объектах должна быть определена необходимой точностью (не более (10-12) %, а для отдельных случаев – (7-10) % при доверительной вероятности 0,95). Для обеспечения достоверности таких измерений требуются дозиметры, не вносящие искажения в поле ионизирующего излучения, т.е. по химическому составу и эффективному атомному номеру близкие к облучаемым объектам. Этим требованиям отвечают различные типы химических дозиметров [6-10] разового применения (жидкостных, газообразных, твердотельных), в основе действия которых лежат те или иные радиационные нарушения, обусловленные передачей энергии ионизирующего излучения дозиметрической системе.

Для обеспечения дозиметрического контроля радиационных процессов в ФГУП «ВНИИФТРИ» разработаны и выпускаются соответствующие стандартные образцы утвержденного типа (ГСО). Основные метрологические характеристики ГСО [11-15] представлены в табл.1.

Внедрение современных измерительных технологий в промышленные радиационные процессы способствует обеспечению безопасности выпускаемой продукции, необходимого уровня роста производства, решению экологических проблем, а также повышению качества метрологического обеспечения таких важных сфер деятельности как здравоохранение и производство сельскохозяйственной и пищевой продукции.

Таблица 1. Основные метрологические характеристики ГСО

Характеристики	**Тип ГСО**				
	СО ПД(Ф)Р-5/50	**СО ПД(Ф)Э-5/50**	**СО ПД(Ф)Р-30/200**	**СО ПД(Э)-1/10**	**СО ПД (ДТС)-0,05/10**
Диапазон поглощенных доз, кГр	5 - 50	5 - 150	30 - 200	1 - 10	0,05 - 10
Диапазон мощностей поглощенных доз, Гр/с	10^{-1} - 10^{5}	10^{-1} - 10^{5}	10^{-1} - 10^{5}	10^{-1} - 10^{5}	10^{-3} - 10^{3}
Диапазон энергии излучения, МэВ					
для фотонного излучения	0,66; 1,25	0,66; 1,25	0,66; 1,25	0,66; 1,25	0,66; 1,25
для электронного излучения	0,3 - 10	0,3 - 10	0,3 - 10	0,3 - 10	-
Границы допускаемых значений относительной погрешности аттестации при Р= 0,95, %	7	3	7	7	5 (50-500 Гр) 7 (1-10 кГр)
Относительная погрешность измерения поглощенной дозы при Р=0,95, не более, %	12	7	15	15	10 (50-500 Гр) 15 (1-10 кГр)

ЛИТЕРАТУРА

1. Громов А.А., Жанжора А.П., Коваленко О.И. Вопросы обеспечения эффективности дозиметрических измерений при проведении радиационной обработки пищевой продукции // Альманах современной метрологии. 2020. № 2(22). С.171–184.

2. Коваленко О.И., Тенишев В.П. Средства измерений для контроля поглощенной дозы при радиационной обработке пищевой и сельскохозяйственной продукции // Ядерно-физические исследования и технологии в сельском хозяйстве: сб. докл. Междунар. науч.-практич. конф., Обнинск, 16-18 сентября 2020 г. Екатеринбург: С. 335–337.

3. Громов А.А., Жанжора А.П., Коваленко О.И. Безопасность медицинских изделий однократного применения категории «Стерильно» // Менеджмент качества в медицине. 2020. № 4. С. 109–113.

4. Громов А.А., Жанжора А.П., Коваленко О.И. Применение стандартных образцов поглощенной дозы при валидации процессов радиационной стерилизации медицинских изделий и радиационной обработки пищевой продукции // Эталоны. Стандартные образцы. 2021. Т. 17. № 4. С. 23–32. https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-4-23-32

5. Generalova V.V., Gromov A.A., Kovalenko O.I. Ensuring uniformity of measurements of absorbed doses of intensive photon and electron radiation in radiation technologies // Journal of applied mathematics and physics. 2015. Vol.3. no.8. P. 942–946.

6. Цветовой визуальный индикатор поглощенной дозы ионизирующего излучения и способ его изготовления: пат. 2225625 РФ; заявл. 11.02.2002; опубл. 10.03.2004.

7. Correction to: Spectral, Dosimetric, and Metrological Characteristics of Radiochromic Radiation-Sensitive Compositions / V.P. Tenishev [et al.] // Measurement Techniques. 2021. Vol. 63. no. 10, P. 848. https://doi.org/10.1007/s11018-021-01863-y

8. Тенишев В.П. Спектрально-дозиметрические свойства радиохромных (пленочных) многослойных структур // Метрология физико-химических измерений: сб. докл. V Международной научно-технической конференции, 14-16 сентября 2021 г., Менделеево: ФГУП «ВНИИФТРИ», С.209–210.

9. Tenishev V.P., Emelyanenko I.A. Radiation-Sensitive Film Compositions for Measuring Absorbed Doses Within the 100–1000 Gy Range // Reference materials in measurement and technology. 2020. P. 131–139. https://doi.org/10.1007/978-3-030-32534-3_13

10. Тенишев В.П. Спектральные, дозиметрические и метрологические характеристики радиохромных радиационно-чувствительных композиций // Измерительная техника. № 8. 2020. С. 59–65. https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2020-8-59-65

11. ГСО 9447-2009 Стандартный образец поглощенной дозы фотонного излучения (силикатное стекло с добавкой никеля) СО ПД(ДТС)-0,05/10 // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/390738 (дата обращения: 22.07.2022).

12. ГСО 7865-2000 Стандартный образец поглощенной дозы фотонного и электронного излучений (сополимер с феназиновым красителем) (МСО №1735:2011) СО ПД(Ф)Р-5/50 // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/392119 (дата обращения: 22.07.2022).
13. ГСО 7903-2001 Стандартный образец поглощенной дозы фотонного и электронного излучений (сополимер с феназиновым красителем) СО ПД(Ф)Р-30/200 // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/392083 (дата обращения: 22.07.2022).
14. ГСО 7904-2001 Стандартный образец поглощенной дозы фотонного и электронного излучений (сополимер с феназиновым красителем) (МСО №1757:2012) СО ПД(Ф)Э-5/50 // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/392082 (дата обращения: 22.07.2022).
15. ГСО 8916-2007 Стандартный образец поглощенной дозы фотонного и электронного излучений (сополимер с 4-диэтиламиноазобензоловым красителем) СО ПД(Э)-1/10 // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/391269 (дата обращения: 22.07.2022).

УДК 543.422.7
ГРНТИ 90.29.25

Проблемы метрологического обеспечения коагулометрического анализа

Грязских Н. Ю., Иванов А. В., Полунина Е. П.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений»,
г. Москва, Россия, e-mail: vniiofi@vniiofi.ru

Аннотация: проведен анализ применяемых средств измерений для оценки состояния системы гемостаза человека, а также применяемые методы их поверки и выявлена потребность в разработке стандартного образца концентрации фибриногена по методу Клаусса для оптимизации проведения поверки коагулометров оптических

Ключевые слова: оптическая плотность, факторы коагуляции, стандартные образцы

Поддержание равновесия между свертывающими и противосвертывающими процессами в крови (системы гемостаза) – необходимое условие существования нашего организма. Причин нарушения процессов гемостаза может быть множество, как и последствий такого нарушения, которые ведут к тяжелым заболеваниям.

Поэтому крайне важно точное определение причин нарушения свертываемости крови. Для чего прибегают к коагулометрическому анализу с использованием коагулометров, который позволяет определить основные факторы гемостаза (как правило, основные скрининговые тесты и факторы свертывания).

Работа любого коагулометра основывается на способе регистрации времени образования фибринового сгустка после запуска процесса свертывания в исследуемой пробе - механическом или оптическом.

Основным средством поверки механических коагулометров является секундомер механического типа СОСпр-2б-2-010 ТУ25-1894.003. Однако, высокую долю погрешности при таком виде поверки вносит скорость реакции поверителя.

С развитием автоматизации более часто применяются анализаторы коагулометрические автоматические, принцип действия которых основан на измерении оптической плотности пробы. Для проведения поверки таких коагулометров и обеспечения прослеживаемости результатов измерений оптической плотности к ГЭТ 206-2016 применяются комплекты мер оптической плотности КМОП-Н, КМОП-Н-Р. Однако, зачастую поверка по оптической плотности требует присутствия сервисного инженера, в связи со сложностью приборов, и отсутствием у пользователей сервисных программ для выхода в режим измерения оптической плотности.

Таким образом, для полной оценки метрологических характеристик коагулометров необходима разработка стандартных образцов в области коагулометрического анализа.

В Объединенном комитете по прослеживаемости в лабораторной медицине JCTLM зарегистрирован только один референтный стандартный образец фактора коагуляции (ERM-AD149), в Российской Федерации аналогичные стандартные образцы отсутствуют.

В связи с отсутствием референтных методик измерений, как в Российской Федерации, так и за рубежом при аттестации стандартных образцов факторов коагуляции можно использовать методики измерений, рекомендуемые Министерством Здравоохранения РФ в общей фармакопейной статье (Определение активности факторов ОФС.1.8.2.0003.15). Данная статья описывает хромогенные методы исследований, т.е. методы основанные на определении изменения оптической плотности пробы на длине волны 405, 450 или 620 (630) нм при добавлении различных реагентов, которые реализуются в большинстве современных анализаторов.

В настоящее время во ФГУП «ВНИИОФИ» ведутся работы по разработке стандартного образца концентрации фибриногена по методу Клаусса.

Одной из проблем при разработке стандартных образцов в области коагулометрии является выбор сырья для их производства. Для создания образцов высокой точности необходимо проведение совместных работ государственных метрологических институтов и отечественных изготовителей контрольных образцов и калибраторов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Биохимический практикум: пособие для самостоятельной аудиторной работы студентов, обучающихся по специальностям 060101-Лечебное дело, 060103-Педиатрия Часть 2. / Ф.Х. Камилов [и др.] // Уфа: Изд-во ГБОУ ВПО БГМУ Минздрава России, 2014. 99 с.

2. Безруков А.В. Кутепов М.В. Пособие для врачей-лаборантов. Как правильно провести коагулометрический анализ? // ООО ЭМКО [сайт]. URL: https://www.emco.ru/site_files/docs/articles/Kak-Pravilno-Provesti-Koagulologicheskiy-Analiz-2010.pdf (дата обращения: 19.07.2022).

3. Лабораторные методы исследования системы свертывания крови: методические рекомендации АТГПСС им. А.Шмидта-Б.А.Кудряшова. Второе издание.2011 год / И.Н. Бокарев [и др.] // WEB-медицина [сайт]. URL: https://webmed.irkutsk.ru/doc/pdf/henlab.pdf (дата обращения: 19.07.2022)

4. Золовкина А.Г., Мамаев А.Н., Момот А.П. Определение концентрации фибриногена в клинической практике // Поликлиника. 2012. № 4-3. С. 16–17.

5. Определение активности факторов свертывания крови человека: Общая фармокопейная статья ОФС.1.8.2.0003.18: прията Фармакопейный комитет Минздрава РФ 31 октября 2018 г. // Государственная фармакопея Российской Федерации. XIV издание. М.: 2018 год

6. ГЭТ 206-2016 Государственный первичный эталон единицы оптической плотности / институт хранитель ФГУП «ВНИИОФИ» // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. 2016. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397894 (дата обращения: 29.07.2022).

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

8. Об утверждении перечня измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений: Постановление Правительства Рос. Федерации от 16 ноября 2020 г. № 1847 // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. Дата опубликования: 23.11.2020. Номер опубликования: 0001202011230047.

УДК 543.06
ГРНТИ 90.29.25

Разработка стандартного образца состава тилозина тартрата

Гуляева А. Ю., Акмаев Э. Р., Муравьева В. Б., Хрущев А. Ю., Соболева Н. И., Бондаренко В. О., Колячкина С. В.

ФГБУ «Всероссийский государственный Центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов», г. Москва, Россия, e-mail: a.gulyaeva@vgnki.ru

Аннотация: авторами работы изложены основные принципы процедуры установления метрологических характеристик стандартного образца состава тилозина тартрата утвержденного типа. Стандартный образец предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений и может использоваться для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений.

Ключевые слова: тилозин, стандартный образец, лекарственный препарат для ветеринарного применения, безопасность пищевой продукции, Таможенный союз

Тилозин – антибиотик из группы макролидов, широко используемый для лечения заболеваний бактериальной этиологии у животных. По данным из реестров лекарственных препаратов для ветеринарного применения стран Таможенного союза зарегистрировано более 92 препаратов, содержащих в своем составе тилозин [1,2,3]. В то же время, нарушение ветеринарных требований по их применению может приводить к накоплению остаточных количеств тилозина в продуктах животного происхождения, что представляет риск для человека при употреблении данной продукции в пищу [4]. Согласно требованиям [5] мониторингу ветеринарной безопасности на содержание остатков тилозина подлежит мясо и субпродукты всех видов продуктивных животных, для выполнения которого необходимо проведение точных измерений, в том числе с использованием стандартных образцов (СО) с установленными метрологическими характеристиками и отвечающих требованиям [6].

Поэтому целью нашей работы было разработать СО состава тилозина татрата утвержденного типа.

Для приготовления материала СО использовали высокоочищенную субстанцию тилозина тартрата. Подтверждение подлинности субстанции тилозина тартрата проводили с использованием метода ИК-спектроскопии в среднем диапазоне (рис. 1) и метода ВЭЖХ. Для исследуемой субстанции установлен R = 0.962, что свидетельствует о ее идентичности по строению и химическому составу референсному спектру (R>0.95) [7].

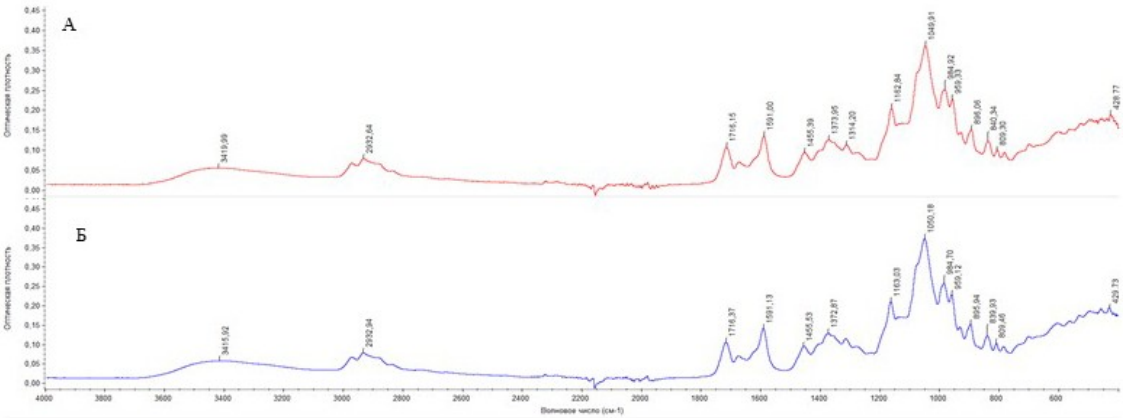


Рис. 1. ИК спектры референсного спектра тилозина тартрата (А) и материала стандартного образца состава тилозина тартрата (Б)

В ходе подтверждения подлинности методом ВЭЖХ установлено, что время удерживания и форма основных пиков материала стандартного образца совпадают по времени удерживания и форме основных пиков основы для сравнения.

Для установления метрологических характеристик СО проводили определение аттестованного значения (АЗ) СО и оценивание стандартной неопределенности от способа определения АЗ, исследование однородности и стабильности материала СО с использованием аттестованной в соответствии с [8,9] методики измерений массовой доли тилозина (МУ А-1/065).

Оценку АЗ и неопределенности аттестованного значения СО проводили в соответствии с [10].

Так как материал СО является дисперсным материалом, исследование однородности выполняли путем многократных измерений АЗ в нескольких пробах, отобранных случайным образом от всего объема материала СО. Обработку полученных результатов проводили в соответствии с [10].

Для изучения стабильности материала СО использовали способ изохронного исследования стабильности методом «ускоренного старения». Для определения долговременной и кратковременной стабильности рассчитанное количество необходимых экземпляров СО закладывали при пониженных и повышенных температурах. Обработку полученных результатов проводили в соответствии с положениями [11]. Срок годности СО установлен 4 года.

По результатам проведенной работы был утвержден СО состава тилозина тартрата под номером ГСО 11632-2020, предназначенный для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли тилозина в лекарственных средствах, в продуктах питания и продовольственном сырье.

ЛИТЕРАТУРА

1. Государственный реестр лекарственных средств для ветеринарного применения // Реестры лекарственных средств и кормовых добавок : официальный сайт. URL: https://galen.vetrf.ru/#/registry/pharm/registry?page=1 (по состоянию на 15 июля 2022).
2. Ветеринарные препараты // vetsnab.info : официальный сайт. URL: https://vetsnab.info/veterinarnye-preparaty/ (по состоянию на 15 июля 2022).
3. Государственный реестр ветеринарных препаратов и кормовых добавок (по состоянию на 01 мая 2022 года).
4. Макаров Д. А., Комаров А. А., Селимов Р. Н. Обеспечение химической безопасности пищевой продукции в Российской Федерации // Контроль качества продукции. 2017. № 5. С. 21–26.
5. ТР ТС 034/2013 О безопасности мяса и мясной продукции. Принят решением Совета Евразийской экономической комиссии от 9 октября 2013 г. № 68.
6. Об обеспечении единства измерений: Федер. закон Рос. Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 11 июня 2008 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 18 июня 2008 г. (в редакции от 11 июня 2021 г. № 170-ФЗ) // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. URL: http://pravo.gov.ru/proxy/ips/?docbody=&firstDoc=1&lastDoc=1&nd=102122832.
7. Стандартные образцы антибактерильных веществ утвержденного типа: принцип разработки / А.Ю. Гуляева [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2020. Т. 16. № 4. С. 27–38. https://doi.org/10.20915/2687-0886-2020-16-4-27-38
8. Об утверждении Порядка аттестации первичных референтных методик (методов) измерений, референтных методик (методов) измерений и методик (методов) измерений и их применение: Приказ Министерства промышленности и торговли Рос. Федерации от 15 декабря 2015 № 4091 // Национальная система аккредитации [сайт]. URL: https://fsa.gov.ru/documents/11872/
9. ГОСТ Р 8.563-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений. М.: Стандартинформ, 2010.
10. РМГ 93–2015 ГСИ. Государственная система обеспечения единства измерений. Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов. М.: Стандартинформ, 2016. 27 с.
11. ГОСТ ISO Guide 35–2015 Стандартные образцы – Общие и статистические принципы сертификации (аттестации). М.: Стандартинформ, 2016. 61 с.

УДК 532.133
ГРНТИ 90.03.00

Температурная зависимость вязкости – важнейшая характеристика нефти и нефтепродуктов

Демьянов А. А., Неклюдова А. А., Сулаберидзе В. Ш.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия, e-mail: A.A.Demyanov@vniim.ru

Аннотация: В работе представлены основные методы оценки температурной зависимости вязкости и приведены ограничения по их применению. В основу рассматриваемых методов положены уравнения Вальтера, Фогеля и др. Рассмотрены основные нормативные документы, регламентирующие оценку влияния температуры на вязкость различных жидкостей и их смесей. Приведены результаты исследований, полученные ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в данной области.

Ключевые слова: вискозиметрия, жидкости, реология, температурная зависимость, эталон

Вязкость жидких сред – в частности углеводородов и их смесей играет важную роль в технологической практике, поскольку этот параметр используют в расчетах коэффициентов теплопередачи, перепада давления, других гидравлических свойств, например при расчетах мощностей насосов, применяемых для перекачки нефти и нефтепродуктов по магистральным трубопроводам, а также различных реологических и трибологических оценок [1,2].

Само по себе значение вязкости не дает никакой существенной информации, если неизвестно значение температуры, при котором оно было определено. Ведь именно температура является наиболее важным параметром, влияющим на изменение вязкости жидких сред [3].

Поскольку до сих пор нет точного уравнения, которое бы описывало такой параметр, как вязкость, следует это учитывать, а изучение зависимости вязкости жидкости от температуры в большинстве случаев производить именно экспериментальным путем.

В настоящее время существует большое количество публикаций на эту тему, но важно то, что все средства измерений применяемые при таких исследованиях прослеживаются к принятому во всем мире опорному значению вязкости воды, которое установленному в стандарте ISO 3666. Кроме того, в данном документе приведены коэффициенты, определяющие зависимость вязкости воды от температуры и давления.

Температурная зависимость вязкости носит криволинейный характер, присущий данной жидкости, поэтому на практике важно иметь возможность небольшим числом опытных определений дать представление о вязкости при различных температурах.

В 2017 году ООО «НИИ Транснефть» провел сравнительный анализ уравнений Рейнольдса-Филонова, Вальтера, Фогеля-Фульчера-Таммана и др., применяемых для расчета кинематической вязкости нефти в магистральном нефтепроводе по температуре.

Полученные результаты исследования опубликованы в журнале [4].

Что же касается нефтепродуктов, то, как известно их получают компаундированием базовых компонентов. При этом возникает необходимость определения вязкости полученной смеси по вязкости исходных компонентов. Однако, вязкость – неаддитивный параметр, поэтому для ее определения широко применяют номограммы ASTM и Молина-Гуревича.

Для характеризации и оценки соответствия нефтяных смазочных масел применяют такой показатель, как индекс вязкости, так как именно он характеризует пологость вязкостно-температурной кривой в координатах вязкость-температура. Метод определения индекса вязкости описан в ГОСТ 25371-2018.

При проведении высокоточных измерений, или при проведении поверки или калибровки средств измерений применяют различные, но обязательно стабильные и однородные стандартные образцы (градуировочные жидкости (компараторы)). В 2019 году

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» завершил работы по актуализации международного документа по законодательной метрологии OIML D 33.

К тому же, в 2019 году начаты исследования различных видов функций, с помощью которых можно описывать температурную зависимость вязкости материалов градуировочных жидкостей (компараторов) и стандартных образцов, производства ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», и применять их для аппроксимации. На основе полученных данных за этот период установлено, что наиболее точные значения можно получить при аппроксимации экспоненциальной и полиномиальной функциями [5].

ЛИТЕРАТУРА

1. Байков И.Р., Жданова Т.Г., Черняев В.Д. Оптимизация режимов работы центробежных насосов магистральных нефтепроводов // Нефтяная газовая промышленность. 1994. № 1. С. 4–5.

2. Влияние неравномерности перекачки на расход электроэнергии / Е.В. Вязунов [и др.] // Нефтяная промышленность. Сер. Транспорт и хранение нефти и нефтепродуктов. 1974. № 10. С. 10–12.

3. Кусаков М.М. Методы определения физико-химических характеристик нефтяных продуктов. М.-Л.: ОНТИ НКТП СССР, 1936.743 с.

4. Исследование методов расчета кинематической вязкости нефти в магистральном нефтепроводе / О.В. Аралов [и др.] // Наука и технологии трубопроводного транспорта нефти и нефтепродуктов. 2017. Т. 7. № 5. С. 97–105.

5. Неклюдова А.А. Совершенствование метрологического обеспечения измерений вязкости жидких сред в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С: дис. канд. тех. наук: 05.11.01: защищена 29.11.2019 / Неклюдова Анастасия Александровна. СПб., 2019. 179 с.

УДК 006.82:543.51
ГРНТИ 90.29.25

Стандартные образцы состава иридия

Домбровская М. А., Лисиенко Д. Г., Кубрина Е. Д.

ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», г. Екатеринбург, Россия, e-mail: m.a.dombrovskaia@urfu.ru

Аннотация: изготовление и установление метрологических характеристик стандартных образцов состава иридия (набор СОИр-23), оценивание неоднородности, стабильности материалов, сравнение с ранее выпущенным комплектом СО состава иридия (ГСО 10284-2013).

Ключевые слова: стандартные образцы состава иридия, синтез, однородность, стабильность, метрологические характеристики

В Аналитическом испытательном центре – Российской арбитражной лаборатории по испытаниям материалов ядерной энергетики (АИЦ-РАЛ) УрФУ по заказу АО «Екатеринбургский завод по обработке цветных металлов» («ЕЗ ОЦМ») завершены работы по выпуску и испытаниям стандартных образцов (СО) состава иридия (набор СОИр-23), предназначенных для градуировки аппаратуры в атомно-эмиссионном анализе всех марок металла в компактном (по ГОСТ 13099-2006) и порошковом (по ГОСТ 12338-81) состояниях, аттестации и контроля точности методик измерений состава иридия. При изготовлении СО реализована технология, позволившая установить метрологические характеристики образцов по расчетно-экспериментальной процедуре в соответствии с МИ 1992-98, аналогичная реализованным ранее при выпуске ГСО 7292-97 и ГСО 10284-2013. Набор из 6-ти образцов приготовлен последовательным разбавлением образца с максимальным содержанием аттестуемых элементов (СО-1) матрицей и смешением с дополнительным порциями материалов, содержащих индивидуальные группы элементов. Основой СО служил порошковый иридий, изготовленный ОАО «Красцветмет». В число аттестуемых элементов в СО-1 включены Al, Au, Cu, Fe, Ni, Pd, Pt, Rh, Si, в СО-2 - Ag, Ba, Mg, Os, Pb, Ru, Sn и Ti, в СО-3 - As, Bi, Cd, Co, Cr и Zn. Объединение примесей в группы выполнено с учетом диапазонов контролируемых содержаний и позволило оптимизировать суммарную загруженность примесями материалов образцов.

Все элементы, за исключением Os, Rh, Ru и Si, введены в основу заданной крупности в виде азотнокислых или царсководочных растворов металлов или устойчивых молекулярных форм. После внесения растворов материалы подвергли термической обработке в токе водорода и измельчили. Седиментацией получены микроразмерные порошки оксида кремния, осмия, родия и рутения, которые ввели в материалы на стадии усреднения.

Испытания СО набора включили оценивание однородности распределения аттестуемых элементов и установление их содержания в основе, сличение с ГСО 10284-2013 для подтверждения прослеживаемости. Для установления однородности в ходе разгрузки равномерно по высоте смесителя отбирали по 10 проб каждого образца. Аттестуемые элементы определяли масс-спектральным методом на спектрометре NexION-350 в растворе выщелачивания из навески СО, формирующей аналитический сигнал. Относительные стандартные отклонения химической неоднородности распределения аттестуемых элементов в образцах набора на уровне представительной навески учтены при расчете погрешности СО, не зависят от способа введения элемента.

Содержание примесей в матричном материале установлено по аттестованным методикам в лаборатории «Ансертэко» при НИТУ «МИСиС», Центральной аналитической лаборатории «ЕЗ ОЦМ» и лаборатории спектрального анализа АИЦ-РАЛ. Методом ускоренного старения в ходе выдержки материалов при 200^0 С подтверждена стабильность состава образцов в течение 370 лет, что позволяет назначить срок годности экземпляра 50 лет.

В ходе сличения набора СОИр-23 и комплекта СОИ-23 подтверждена их удовлетворительная согласованность и взаимозаменяемость при использовании. Прослеживаемость аттестованных значений СО к единицам массы реализована использованием поверенных средств измерений, аттестованных методик измерений и испытаниями на Государственном первичном эталоне ГЭТ 176-2019 методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Массовая доля элементов рассчитана относительно суммы масс аттестуемых элементов и иридия; наименьшая представительная масса образца при анализе - 300 мг.

УДК 006.05
ГРНТИ 90.01.11

Прослеживаемость средств измерений при использовании стандартных образцов

Дубинчик А. Г., Свистунов И. Н.

ФБУ «Ростест-Москва», г. Москва, Россия, e-mail: AnnaGD@rostest.ru

Аннотация: В данной работе рассматривается прослеживаемость стандартных образцов утвержденного типа в действующих нормативных документах, используемых для испытаний в целях утверждения типа средств измерений, а также поверки средств измерений с целью выявления возможных противоречий.

Ключевые слова: метрология, эталон, стандартный образец утвержденного типа, метрологическая прослеживаемость, физико-химический состав вещества.

Развитие прогресса требует все большей точности от используемых средств измерений, что в свою очередь, ведет к необходимости актуализации действующих нормативных документов, в частности, при прослеживаемости стандартных образцов утвержденного типа к государственным первичным эталонам или первичным референтным методикам.

При испытаниях в целях утверждения типа средств измерений в соответствии с п. 26д Приложения № 1 к [1] требуется подтвердить обеспечение прослеживаемости средства измерений при поверке.

В соответствии с Приложением № 3 к [2] в методике поверки указывается прослеживаемость эталонов и средств измерений, применяемых при поверке, к государственным первичным эталонам единиц величин или первичным референтным методикам измерений.

Для средств измерений физико-химического состава и свойств веществ, а также для средств измерений медицинского назначения, применяемых в том числе, для определения содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах в качестве средств поверки преимущественно применяются стандартные образцы утвержденного типа.

В описаниях типа стандартного образца информация о прослеживаемости в соответствии с п. 16 Приложения № 1 к [1] не является обязательной. Таким образом, до получения паспорта на стандартный образец невозможно определить соответствие стандартного образца требованиям методики поверки в части прослеживаемости.

При изготовлении стандартных образцов используются различные методы приготовления и аттестации. Наиболее часто встречающийся метод приготовления образцов состава водных растворов ионов – объемно-весовой метод приготовления. В этом случае стандартные образцы прослеживаются к государственному первичному эталону единицы массы ГЭТ 3. Однако, в соответствии с [3], анализаторы химического состава должны прослеживаться к государственному первичному эталону ГЭТ 217, либо, в соответствии с [4], должны прослеживаться к ГЭТ 176.

При определении аттестованного значения стандартных образцов способом межлабораторного эксперимента определение прослеживаемости к государственному первичному эталону затруднено, особенно в том случае, если средства измерений, на которых проводился эксперимент, были поверены с помощью стандартных образцов, при характеризации которых, в свою очередь, также применялся межлабораторный эксперимент.

Таким образом, указание в разрабатываемых методиках поверки прослеживаемости при применении стандартных образцов может привести к возникновению проблем при поверке средств измерений в ближайшее время.

Чтобы избежать возникновения подобных проблем, предлагается предусмотреть в [1] обязательное указание в описании типа стандартного образца информации о его

прослеживаемости, а в разрабатываемых методиках поверки, где стандартные образцы утвержденного типа являются единственными средствами поверки, отменить требование указывать прослеживаемость к ГЭТ (так как в [2] нет обязательного требования по прослеживаемости стандартных образцов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Об утверждении порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, порядка утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений, внесения изменений в сведения о них, порядка выдачи сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, формы сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений и порядка их нанесения: Приказ Министерства промышленности и торговли Рос. Федерации от 28 августа 2020 г. № 2905 // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. Дата опубликования: 23.11.2020. Номер опубликования: 0001202011230062.

2. Об утверждении порядка установления и изменения интервала между поверками средств измерений, порядка установления, отмены методик поверки и внесения изменений в них, требований к методикам поверки средств измерений: Приказ Министерства промышленности и торговли Рос. Федерации от 28 августа 2020 г. № 2907 // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. Дата опубликования: 26.10.2020. Номер опубликования: 0001202010260016.

3. Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в водных растворах: Приказ Федерального агенства по техническому регулированию и метрологии от 01 ноября 2019 г. № 2605 // Росстандарт [сайт]. URL: https://www.rst.gov.ru/portal/gost/home/activity/documents/orders#/order/126284

4. Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах (ФГУП "ВНИИМ им. Д.И.Менделеева"): Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148 // Росстандарт [сайт]. URL: https://www.rst.gov.ru/portal/gost/home/activity/documents/orders#/order/226406

УДК 543.421
ГРНТИ 90.29.25

Разработка универсального палладиевого модификатора для атомно-абсорбционной спектрометрии с электротермической атомизацией

Ермакова Я. И., Зябликов Д. Н., Иванов А. В., Зябликова И. Н.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений», г. Москва, Россия, e-mail: vniiofi@vniiofi.ru

Аннотация: проведен анализ рынка и выявлена потребность в разработке универсального палладиевого модификатора с концентрацией 10 г/л для атомно-абсорбционного анализа с электротермической атомизацией, в связи с остановкой поставок реагентов зарубежного производства.

Ключевые слова: стандартный образец, ионы металлов, палладий, модификатор, атомно-абсорбционная спектрометрия, электротермическая атомизация

Сейчас в атомно-абсорбционной спектрометрии с электротермической атомизацией (ЭТА-ААС) общепризнанно, что применение химических модификаторов является одним из наиболее эффективных методов устранения матричных помех. В рекомендациях IUPAC (Международный союз по чистой и прикладной химии) сказано [1], что: «для влияния должным образом на процессы, происходящие в атомизаторе, туда могут быть добавлены реагенты, называемые химическими модификаторами. Они помогают сохранить аналит до более высоких температур во время стадии пиролиза, устранить нежелательные загрязнения или улучшить атомизацию другим способом».

Применение химической модификации сейчас распространилось, кроме ЭТА-ААС, на атомно-эмиссионную спектрометрию и масс-спектрометрию с индуктивно связанной плазмой (ИСП-АЭС и ИСП-МС, соответственно) в варианте электротермического испарения проб (ЭТИ).

Химические модификаторы, добавляемые в достаточно большом количестве к рабочему газу, реальным пробам и образцам для градуировки, а также при внедрении в поверхность атомизатора, оказывают многостороннее и пока не полностью понятное воздействие на все компоненты системы электротермического атомизатора (аналит, матрица пробы и сопутствующие компоненты, материал поверхности атомизатора, газовая среда). Влияние химических модификаторов существенно изменяет ряд операционных и метрологических характеристик анализа: температуры стадий пиролиза, атомизации и очистки ($T_{пир.}$, $T_{ат}$ и $T_{оч}$, соответственно); сходимость, воспроизводимость и правильность результатов анализа; значения характеристических масс; пределы обнаружения элементов (ПО); продолжительность температурно-временной программы атомизации; «время жизни» атомизатора; долговременную стабильность измерений («чувствительность к дрейфу») и др.

В качестве модификаторов применяют ряд элементов, но именно палладий с концентрацией 10 г/л на данный момент считается универсальным модификатором. Его можно приготовить в лабораторных условиях самостоятельно, но достаточно сложно обеспечить необходимую чистоту реагентов. Поэтому данный модификатор доступен на рынке уже в готовом виде. Из известных авторам производителей данного модификатора является компания Merck Германия.

На данный момент поставки в Россию реагентов приостановлены, поэтому появилась острая необходимость в импортозамещении. ФГУП ВНИИОФИ начал работу по разработке универсального палладиевого модификатора с концентрацией 10 г/л.

ЛИТЕРАТУРА

1. Tsalev D.L., SIaveikova V.I. Chemical modification in electrothermal atomic absorption spectrometry // Advances in atomic spectroscopy. V. IV. / Ed. J. Sheddon. Greenwich, Connecticut: JAI Press Inc, 1998. P. 27-150.
2. Tsalev D.L., SIaveikova V.I., Mandjukov P.B. Chemical modification in graphite-furnace atomic absorption spectrometry // Spectrochimica acta rev. 1990. V. 13. №. 3. P. 225–274.
3. Tsalev D.L., SIaveikova V.I., Mandjukov P.B. Searching for new approaches to matrix modification in electrothermal atomic absorption spectrometry // Colloodenseewerk perkin-elmer GmbH. Uberlingen, 1989. P. 177–205.
4. Schlemmer G., Wel B. Palladium and magnesium nitrates, a more universal modifier for graphite furnace atomic absorption spectrometry // Spectrochimica acta. Part B. 1986. V.41, № 11. P.1157–1165.
5. Применение модификаторов матрицы при определении микропримесей в сложных объектах методом электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии / Н.Ф. Бейзель [и др.] //Журнал аналитической химии. 1993. Т. 48, № 8. С. 1254–1278.
6. Пупышев А.А. Практический курс атомно-абсорбционного анализа: курс лекций. ГОУ ВПО УГТУ-УПИ. Екатеринбург, 2003. 442 с.
7. Volynsky A.B. Investigation of the mechanisms of the action of chemical modifiers for electrothermal atomic absorption spectrometry: what for and how? // Spectrochimica acta. Part B. 1998. V. 53. P. 139–149.
8. Волынский А.Б. Химические модификаторы в современной электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии // Журнал аналитической химии. 2003. Т. 58, № 10. С. 101–1032.
9. Preatomization behavior of palladium in electrothermal atomic-absorption spectrometry / V.I. SIaveykova [et al.] // Spectrochimica acta. Part B. 1997. V. 52. P. 1259–1267.
10. Uggerud H.T., Lund W. Modifier effects from palladium and iridium in the determination of arsenic and antimony using electrothermal vaporisation inductively coupled plasma mass spectrometry // Spectrochimica acta. Part B. 1999. V.54. P. 1625–1636.

УДК 006.91:620.11
ГРНТИ 90.29.25:90.03.19

О разработке стандартного образца удельной энергии сгорания додекана (ДН-ВНИИМ)

Заречнова А. А., Корчагина Е. Н., Мишина К. А.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия, e-mail: a.a.zarechnova@vniim.ru

Аннотация: описаны этапы разработки стандартного образца удельной энергии сгорания додекана (ДН-ВНИИМ). Приведены результаты по измерению удельной энергии сгорания додекана на рабочих калориметрах и результаты пилотных сличений в рамках КООМЕТ, тема № 623/RU-a/2014. Проведены испытания в целях утверждения типа стандартного образца удельной энергии сгорания додекана в лаборатории калориметрии на Государственном первичном эталоне единиц энергии сгорания, удельной энергии сгорания и объемной энергии сгорания ГЭТ 16-2018.

Ключевые слова: удельная энергия сгорания, стандартный образец свойства, додекан, калориметрическая бомба, прямой калориметрический метод, аттестованное значение, расширенная неопределенность

Жидкий додекан предложен в нормативных документах в качестве вспомогательного вещества для обеспечения полноты сгорания низкокалорийного минерального топлива [1], биотоплива [2] и твердых бытовых отходов [3] в калориметрической бомбе. Поскольку ни в одном из вышеприведенных документов не указана его удельная энергия сгорания (УЭС), возникает необходимость разработки стандартного образца (СО) с установленным значением.

Додекан характеризуется высоким значением УЭС, в связи с чем, перспективен также для применения в лабораториях нефтехимической отрасли в качестве образца для внутрилабораторного контроля и при проведении испытаний новых типов бомбовых калориметров в целях утверждения типа, обеспечивая верхний диапазон удельной энергии сгорания.

Лаборатория калориметрии провела обширный комплекс исследований додекана, рассматривая его в качестве кандидата-стандартного образца удельной энергии сгорания. Первоначально были проведены измерения УЭС додекана на рабочих калориметрах [4], проанализированы результаты аналогичных измерений, проведенные метрологическим институтом PTB (Германия) [5]. Были организованы двусторонние международные сличения в рамках КООМЕТ, тема № 623/RU-a/2014 [6]. Анализ полученных данных показал высокую воспроизводимость результатов измерений, однородность образца и стабильность его энергии сгорания.

С целью выяснения методологических особенностей сжигания додекана в лаборатории проводились измерения его удельной энергии сгорания в калориметрической бомбе с использованием тиглей из различных материалов (металл, кварц, платина). Исследование показало, что наиболее полное сгорания образца происходит в металлическом тигле, что подтверждается более высоким значением его УЭС.

Были проведены исследования однородности и стабильности аттестуемой характеристики, оценен бюджет неопределенности. Цикл исследований додекана завершился установлением аттестованного значения удельной энергии сгорания в лаборатории калориметрии прямым калориметрическим методом на Государственном первичном эталоне единиц энергии сгорания, удельной энергии сгорания и объемной энергии сгорания ГЭТ 16 [7,8,9] . Результаты представлены в Табл. 1.

На текущий момент завершена стадия разработки представленного СО, подготовлен пакет документов.

Таблица 1. Аттестованное значение и неопределенность аттестованного значения стандартного образца

Аттестуемая характеристика	**Аттестованное значение, кДж/кг**	**Допускаемое значение относительной расширенной неопределенности (U) при коэффициенте охвата k = 2 и P = 0,95, %**
Высшая энергия сгорания, Q	47371	± 40

ЛИТЕРАТУРА
1. ГОСТ 147-2013 Топливо твердое минеральное. Определение высшей теплоты сгорания и вычисление низшей теплоты сгорания. М.: Стандартинформ. 2014. 44 с.
2. ГОСТ 33106-2014 (EN 14918:2009) Биотопливо твердое. Определение теплоты сгорания. М.: Стандартинформ. 2014. 49 с.
3. ГОСТ 33108-2014 (EN 15400) Топливо твердое из бытовых отходов. Определение теплоты сгорания. М.: Стандартинформ. 2014. 49 с.
4. Корчагина Е.Н., Прудаев М.Б., Мишина К.А. Новые стандартные образцы для калориметрии сжигания // Стандартные образцы в измерениях и технологиях: сб. труд. II Междунар. науч. конф., Екатеринбург, 14-18 сентября 2015 г. / Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии [и др.]. Екатеринбург: УНИИМ, 2015. С. 156-159.
5. Progress in calorimetric measurements in PTB // European association of national metrology institutes (EURAMET) [сайт]. URL: http://www.euramet.org/index.php?eID=tx_nawsecuredl&u=0&g=0&t=1439 934720&hash=aa13c4df8288d60115ca361c3f9f19af9f3d201&file=uploads/media/3-Euramet_TC-T_TPM_-_2013-04-10_-_PTB_S_Sarge_vf.pdf
6. Результаты сличений национальных эталонов энергии сгорания России и Республики Беларусь / Е.Н. Корчагина [и др.] // Метрология и измерительная техника «Метрология-2016» : сб. труд. X Междунар. науч.-тех. конф., 5-7 октября 2016, Харьков, Украина. 2016. С. 144.
7. ГОСТ 21261-91 Нефтепродукты. Метод определения высшей теплоты сгорания и вычисление низшей теплоты сгорания. М.: Стандартинформ. 1991.
8. ГОСТ ISO Guide 35-2015 Стандартные образцы. Общие и статистические принципы сертификации (аттестации). М.: Стандартинформ. 2014. 65 с.
9. Об утверждении порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, порядка утверждения типа стандартных образцов или средств измерений, внесения изменений в сведения о них, порядка выдачи сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений и порядка их нанесения: Приказ Минпромторга России от 28 августа 2020 г. № 2905 // Информационно правовой портал Грант.ру [сайт]. URL: https://base.garant.ru/74943857/

УДК 543.632.4, 546.083
ГРНТИ 90.27.31, 90.29.25, 90.03.21

Совершенствование метрологического обеспечения измерений газообразующих элементов в твердых веществах и материалах

Засухин А. С., Собина Е. П., Мигаль П. В.

Уральский научно-исследовательский институт метрологии - филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: 251@uniim.ru

Аннотация: УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» продолжает работу по созданию новых стандартных образцов газообразующих элементов (азот, кислород, водород, углерод, сера) в различных твердых матрицах, аттестованных методами восстановительного плавления и сжигания в токе кислорода

Ключевые слова: газообразующие элементы, метод восстановительного плавления, метод сжигания в токе кислорода, Государственная первичная референтная методика измерений, эталоны сравнения

В настоящее время для проведения анализа газообразующих элементов (азот, кислород, водород, углерод, сера) в металлах и сплавах применяются различные инструментальные методы: это прежде всего методы восстановительного плавления (методы горячей экстракции) в потоке инертного газа (анализ азота, кислорода, водорода) и метод сжигания пробы в токе кислорода (анализ углерода и серы), эмиссионная спектроскопия, спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой, реже активационный анализ на заряженных частицах, масс-спектральный анализ [1]. Каждый из перечисленных методов имеет свои достоинства и недостатки.

Ранее в УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» проведены работы по созданию и аттестации Государственной первичной референтной методики измерений массовой доли газообразующих элементов (N, O, H) в чистых металлах М.УНИИМ 251.5-2019 (далее – ГПРМИ), основанной на методе восстановительного плавления в потоке инертного газа [2]. Ключевой особенностью ГПРМИ является то, что калибровка анализатора газов (N, O, H) осуществляется при помощи стандартных образцов состава искусственных газовых смесей и специального устройства ввода. При этом достигается: 1) возможность варьирования содержания определяемых компонентов в широком диапазоне значений массовой доли при калибровке; 2) чёткая метрологическая прослеживаемость результатов измерений к эталонам единиц величин [3,4]. Результаты измерений массовой доли газообразующих элементов в чистых металлах использованы для разработки ряда эталонов сравнения, входящих в состав ГЭТ 176-2019 [5].

Полученные при разработке ГПРМИ знания и опыт позволили разработать новые типы стандартных образцов:

– ГСО 11021-2018 СО массовой доли водорода в гидриде титана [6];

– ГСО 11575-2020 СО состава титана (Ti NOH СО УНИИМ) [7];

– ГСО 11699-2021/ГСО 11701-2021 СО состава стали (набор СТ-1 СО УНИИМ) [8].

Ведутся работы по адаптации подхода калибровки анализатора газообразующих элементов при помощи СО состава искусственных газовых смесей для анализатора углерода и серы, реализующего метод сжигания пробы в токе кислорода.

ЛИТЕРАТУРА

1. Григорович К.В. Новые возможности современных методов определения газообразующих примесей в металлах // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2007. Т 73. №1. С. 23–34.

2. ФР.ПР1.31.2019.00004 Государственная первичная референтная методика измерений массовой доли газообразующих элементов (N, O, H) в чистых металлах. М.УНИИМ 251.5-2019 / институт хранитель УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» // Федеральный информационный фонд по обеспечению

единства измерений: официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/6/items/1056870 (дата обращения: 29.07.2022).
3. Эндеберя Т.С., Шахова Ю.Н., Загороднова И.Н. Обеспечение прослеживаемости измерений при определении газообразующих элементов в сталях // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2018. Т. 84. № 1 (II). С. 41–45.
4. Design and application of a versatile gas calibration for non-metal determination by carrier gas hot extraction / C. Kramer [et al.] // Anal. Methods, no. 7. 2015. P. 5468-5475.
5. ГЭТ 176 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии / институт хранитель УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/1382712 (дата обращения: 29.07.2022).
6. ГСО 11021-2018 СО массовой доли водорода в гидриде титана // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/389228 (дата обращения: 29.07.2022).
7. ГСО 11575-2020 СО состава титана (Ti NOH СО УНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1381657 (дата обращения: 29.07.2022).
8. ГСО 11699-2021/ГСО 11701-2021 СО состава стали (набор СТ-1 СО УНИИМ) Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1391839 (дата обращения: 29.07.2022).

УДК 006.91:543+544
ГРНТИ 90.29.25:90.29.27

Опыт производства стандартных образцов в АО «Иргиредмет»

Зеленкова А. В., Прокопьева С. В., Максимчук Е. В.

АО «Иркутский научно-исследовательский институт благородных и редких металлов и алмазов»,
г. Иркутск, Россия, e-mail: av@irgiredmet.ru; analytic@irgiredmet.ru; evm@irgiredmet.ru

Аннотация: Кратко изложен накопленный опыт в разработке и выпуске стандартных образцов различного состава в АО «Иргиредмет». Приведены особенности разработки, оценки метрологических характеристик и продления сроков годности образцов. В качестве примера приведена информация о выпуске стандартных образцов состава руды золотокварцевой СОП 254 (NZHL20-0) ÷ СОП 260 (NZHL20-6), аттестованных по содержанию Au, Ag, $As_{общ.}$, $As_{сульфид.}$, $S_{общ.}$, $S_{сульфид.}$, $C_{общ.}$, $C_{орг.}$.

Ключевые слова: стандартные образцы состава, аттестация, метрологические характеристики, межлабораторный эксперимент, руда, продукты переработки руды, золото, серебро

Имея с 1976 г. традиции выпуска разнообразных по составу стандартных образцов (далее – СО), в том числе более 390 единиц СО состава золотосодержащих и иных руд и продуктов их переработки, АО «Иргиредмет» разработал и поддерживает систему менеджмента согласно требованиям [1]. Испытательные лаборатории добывающей промышленности широко используют данные СО для демонстрации своей компетентности (п. 7.7 [2]) и для обеспечения метрологической прослеживаемости (п. 6.5 [2,3]).

Аттестованные значения метрологических характеристик в выпускаемых СО устанавливают на основе межлабораторной аттестации по[4,5], по аттестованной методике измерений в одной лаборатории по [5], или по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления по [5]. Для установления метрологической прослеживаемости разработанные в институте СО утвержденных типов проходят испытание на Государственном вторичном эталоне единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации металлов в жидких и твердых веществах и материалах ГВЭТ 196-1-2012.

В 2021 г. согласно [6] продлены сроки годности для СО состава угля активированного ГСО 10783-2016 (ЗАУ-1) ÷ ГСО 10785-2016 (ЗАУ-3) и смолы ионообменной ГСО 10786-2016 (ЗИС-1) ÷ ГСО 10788/2016 (ЗИС-3). Накопленный опыт в оценке стабильности СО состава руд и продуктов их переработки и др. показывает, что приводимый ранее в технической документации на СО, установленный по умолчанию срок годности в пять лет, может быть продлен как минимум до 10-15 лет. Работы в данном направлении будут продолжены.

В 2022 г. выполняются работы по продлению срока действия утверждения типа состава СО раствора ионов драгоценных металлов: золота ЗлР (ГСО 8429-2003, МСО 0623:2004, КООМЕТ 0038-2005-RU), серебра СрР (ГСО 8430-2003, МСО 0624:2004, КООМЕТ 0039-2005-RU), платины (IV) ПлР (ГСО 8431-2003, МСО 0625:2004, КООМЕТ 0040-2005-RU), палладия (II) ПдР (ГСО 8432-2003, МСО 0626:2004, КООМЕТ 0041-2005-RU). В техническую документацию планируется внести изменения с целью соответствия современным нормативным требованиям к обеспечению метрологической прослеживаемости.

Одними из интересных стандартных образцов, выпущенных за последние пять лет, являются стандартные образцы состава руды золотокварцевой СОП 254 (NZHL20-0) ÷ СОП 260 (NZHL20-6). В Табл. 1 представлены аттестованные метрологические характеристики данных СО:

Таблица 1. Метрологические характеристики (массовая доля, %; *млн-1)
СОП 254 (NZHL20-0) ÷ СОП 260 (NZHL20-6)

Компонент	**Аттестованное значение, границы абсолютной погрешности аттестованного значения ±Δ, при доверительной вероятности 0,95**						
	NZHL20-0	**NZHL20-1**	**NZHL20-2**	**NZHL20-3**	**NZHL20-4**	**NZHL20-5**	**NZHL20-6**
Au*	0,023±0,004	0,41±0,02	1,12±0,02	3,52±0,05	6,1±0,1	9,2±0,2	44,2±0,6
Ag*	0,20±0,02	2,45±0,05	8,3±0,2	271±4	17,3±0,3	48,4±1,4	160±4
$As_{общ.}$	0,0088±0,0004	0,177±0,004	0,58±0,02	1,14±0,04	1,50±0,03	1,44±0,02	1,47±0,02
$As_{сульф.}$	0,0059±0,0004	0,156±0,006	0,52±0,02	1,03±0,01	1,38±0,02	1,34±0,02	1,40±0,01
$S_{общ.}$	0,222±0,005	2,14±0,03	2,24±0,03	2,27±0,03	2,34±0,02	1,80±0,02	1,76±0,02
$S_{сульф.}$	0,194±0,012	1,98±0,04	2,09±0,03	2,10±0,03	2,19±0,02	1,73±0,03	1,68±0,03
$C_{общ.}$	2,79±0,04	2,23±0,03	2,02±0,02	1,09±0,03	1,56±0,03	1,52±0,02	1,15±0,02
$C_{орг.}$	1,56±0,03	1,51±0,03	1,39±0,02	0,92±0,02	1,13±0,02	1,03±0,02	0,76±0,01

Образцы СОП 254 (NZHL20-0) ÷ СОП 260 (NZHL20-6) внесены в Отраслевой реестр, допущенных (рекомендованных) к применению при лабораторно-аналитическом обеспечении ГРР на ТПИ как стандартные образцы предприятия [7], прошли метрологическую экспертизу в ФГБУ «ВИМС». По результатам мониторинга информации, представленной в [7] и ФГИС «Аршин» [8], образцы с аттестованными значениями массовой доли фазового мышьяка в руде на территории РФ были выпущены впервые, поэтому уникальны. СО позволят в течение нескольких лет организации-заказчику обеспечить достоверность контроля процесса добычи и переработки руды.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ Р ИСО 17034-2021 Общие требования к компетентности производителей стандартных образцов. М.: ФГБУ РСТ, 2021. 28 с.
2. ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: Стандартинформ, 2019. 25 с.
3. СМ № 04.1-9.0011. Версия 03. Декабрь 2020 г. Политика Росаккредитации по метрологической прослеживаемости результатов измерений // Росаккредитация [сайт]. https://fsa.gov.ru/documents/7503/
4. ГОСТ 8.532-2002 Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержания и порядок работ. М.: Стандартинформ, 2008. 12 с.
5. РМГ 93-2015 Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов. М.: Стандартинформ, 2016. 32 с.
6. Р 50.2.031-2003 Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Методика оценивания характеристики стабильности. М.: ИПК Издательство стандартов, 2004. 12 с.
7. Отраслевой реестр стандартных образцов, допущенных (рекомендованных) к применению при лабораторно-аналитическом обеспечении ГРР на ТПИ (1 квартала 2022 г.) // ФГБУ «ВИМС» [сайт]. https://vims-geo.ru/ru/activity/mimo/otraslevye_reestri/otraslevoj-reestr-standartnyh-obrazcov/
8. Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. Утвержденные типы стандартных образцов // ФГИС АРШИН [сайт]. https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19

УДК 006.91:543+544
ГРНТИ 90.29.25:90.29.27

Разработка и применение порошкообразных стандартных образцов массовой доли общей ртути в пищевой продукции

Зырянова И. Н.[1], Владимирова Е. В.[2], Рыжов В. В.[2]

[1] Уральский научно-исследовательский институт – филиал ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им Д.И.Менделеева, г. Екатеринбург, Россия, e-mail: metron@uniim.ru

[2] ООО «Научно-производственное объединение «Метрология», г. Казань, Россия, e-mail: npometrologia@mail.ru

Аннотация: Создан и аттестован матричный стандартный образец массовой доли общей ртути в пищевых продуктах. Проведены все необходимые для создания стандартного образца процедуры: создание материала СО, аттестация методики измерений, оценка метрологических характеристик стандартного образца.

Ключевые слова: стандартный образец, ртуть, пищевая продукция, атомно-абсорбционная спектрометрия

Стандартные образцы являются общепризнанным и зачастую единственным средством обеспечения метрологической прослеживаемости результатов измерений в области физико-химических измерений. Для контроля правильности результатов измерений желательно использование матричных стандартных образцов, в которых основа максимально приближена к природным объектам. Природные матрицы пищевых продуктов, загрязненные токсичными соединениям (на уровне или превышающем уровень ПДК. регламентированных нормативными документами), найти проблематично. Чаще всего при создании «матричных» стандартных образцов используют метод добавок токсичного соединения в природный объект (например, добавка раствора ионов свинца в коровье молоко). Данный способ вполне приемлем, но имеет существенные минусы. Добавка компонента в объект в некоторых случаях может не в полной мере отражать правильность пробоподготовки и проведения измерений по сравнению с природной матрицей, когда загрязняющее вещество естественными природными процессами внедрено в основу. В настоящей работе показаны искусственные возможности создания загрязненных матричных объектов в природных условиях.

В полевых условиях на почвах, загрязненных ртутными соединениями, выращены виды сельскохозяйственной продукции (плодоовощные и зерновые культуры) с содержанием ртути многократно превышающим ПДК, значения которых указаны в [1]. Аналогично на почвах, незагрязненных ртутными соединениями, выращены виды «чистой» сельскохозяйственной продукции. После снятия урожая продукция высушена до воздушно-сухого состояния с последующим измельчением до порошкообразного состояния. Далее приготовлен материал стандартного образца (СО): загрязненная ртутью и «чистая» сельскохозяйственная продукция одного вида смешаны в определенной пропорции для получения аттестованного значения массовой доли общей ртути в смеси в диапазоне аттестованных значений (от 0,5 до 2,0) ПДК (для воздушно-сухого состояния порошкообразной пробы). Технология приготовления СО массовой доли общей ртути в порошках фруктов, овощей и зерновых культурах описана в работе [2].

Ряд пищевых продуктов не выращивается в полевых условиях, например, мясо и мясопродукты, молоко и молочные продукты, мукомольно-крупяные и хлебобулочные изделия, рыба и нерыбные продукты промысла и продукция, вырабатываемая из них. Продукты приобретены в торговой сети, высушены до воздушно-сухого состояния и измельчены до порошкообразного состояния. Материал СО получен смешением в определенной пропорции с СО массовой доли общей ртути в порошках фруктов и овощей (СО Hg-ПОП) ГСО 11464-2019 или СО массовой доли общей ртути в порошках зерновых культур с учетом влажности индивидуальных видов пищевой продукции. Технология приготовления

материала СО массовой доли общей ртути в порошках указанных пищевых продуктов описана в работе [3].

Оценка стабильности и срока годности экземпляра СО проведена в соответствии с требованиями [4]. Исследования показали, что материал, подготовленный данным способом [2,3], стабилен в течение срока годности экземпляра СО, составляющего 2 года.

Оценка однородности СО проведена в соответствии с требованиями [5]. Значения погрешности от неоднородности включены в расчет погрешности аттестованного значения СО.

Оценка метрологических характеристик СО массовой доли общей ртути проведена по аттестованной методике измерений ФР.1.31.2019.35357 [7] в соответствии с [6].

Определение массовой доли общей ртути в пробах пищевой продукции осуществляли методом атомно-абсорбционной спектрометрии в модификации «метод холодного пара». В качестве средства измерений использовали анализатор ртути «Юлия-5К». Для анализа порошкообразных проб пищевой продукции использовали приставку «Термо» к анализатору ртути «Юлия-5К» с кюветой, содержащей золотосодержащий сорбент. Используя уникальную способность ртути образовывать твердые сплавы (амальгаму) с золотом, удалось выделить пары ртути из потока продуктов сгорания пробы при её термической деструкции и провести их анализ; а продукты сгорания пробы (без паров ртути) направить в окружающую среду, минуя аналитическую ячейку анализатора ртути. Таким образом устранено влияние матрицы пробы пищевой продукции на результаты измерений [8].

На данный момент в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений в разделе «Утвержденные типы стандартных образцов» зарегистрирован СО массовой доли общей ртути в порошках фруктов и овощей (СО Hg-ПОП) ГСО 11464-2019.

В течение десяти последних лет ООО «НПО «Метрология» создано более 600 стандартных образцов предприятия (СОП), которые могут быть основой для разработки стандартных образцов утвержденного типа [8].

Одним из применений созданных СО является контроль точности результатов измерений при атомно-абсорбционных измерениях массовой доли общей ртути в пищевых продукта, проводимых на анализаторах ртути типа «Юлия-5К».

ЛИТЕРАТУРА

1. ТР ТС 021/2011 О безопасности пищевой продукции. Утвержден Решением Комиссии Таможенного союза от 9 декабря 2011 года № 880 // Информационно правовой портал Грант.ру : официальный сайт. URL: https://docs.cntd.ru/document/902320560

2. Способ изготовления стандартного образца массовой доли тяжелых металлов в сельскохозяйственной продукции: пат. 2731696 РФ; заявл. 18.03.2020; опубл.09.08.2020.

3. Способ изготовления стандартного образца массовой доли тяжелых металлов в пищевых продуктах: пат. 2753971 РФ; заявл. 18.03.2020; опубл.09.08.2020.

4. Р 50.2.031-2003 Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Методика оценивания характеристики стабильности. М.: ИПК Издательство стандартов. 2003. 12 с.

5. ГОСТ 8.531-2002 Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности. М.: ИПК Издательство стандартов. 2002. 12 с.

6. РМГ 93-2015 Государственная система обеспечения единства измерений. Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов. М.: Стандартинформ, 2014. 34 с.

7. ФР.1.31.2019.35357 Методика измерений массовой доли общей ртути в почвах, пищевых продуктах и продовольственном сырье атомно-абсорбционным методом // // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений [сайт]. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/16/items/852052

8. Способ определения массовой доли общей ртути в пищевой продукции с использованием единого для группы однородной пищевой продукции стандартного образца: пат. 2773309 РФ; заявл. 18.06.2021; опубл. 06.01.2022.

РМГ 57-2013 Образцы для контроля точности результатов испытаний пищевой продукции. Общие положения. М.: ИПК Издательство стандартов. 2004. 8 с.

УДК 006.91:543.551.4
ГРНТИ 90.29.25:90.29.27

Разработка методики воспроизведения единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации висмута (III) в металлическом висмуте и его растворах методом кулонометрии с контролируемым потенциалом

Зыскин В. М., Собина А. В.

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И.Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: zyskinvm@uniim.ru

Аннотация: Приведены результаты исследований по разработке методики воспроизведения единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации висмута (III) в металлическом висмуте и его растворах методом кулонометрии с контролируемым потенциалом на Государственном первичном эталоне единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019. Результаты работ могут быть использованы для производства стандартного образца (СО) состава висмута высокой чистоты и/или СО состава растворов ионов висмута (III) с прямой прослеживаемостью к ГЭТ 176-2019 для фармакопеи, металлургической и атомной промышленности.

Ключевые слова: ГЭТ 176, кулонометрия с контролируемым потенциалом, стандартный образец, висмут, прослеживаемость, стандартная неопределенность

Висмут и его соединения находят широкое применение в металлургической, химической и атомной промышленности, ядерной физике, в медицине и фармакопее. Сплавы висмута с кадмием, свинцом, цинком позволяют получить вещества с температурой плавления ниже 100 °С. Соединения висмута идут на получения магнитоэлектрических, высокотемпературных сегнетоэлектрических, термоэлектрических, сверхпроводящих материалов. Сплавы висмута с марганцем, хромом, индием или европием используются для производства высококачественных мощных и долговечных постоянных магнитов. Соединения с галлием, йодом, германием востребованы как детекторы ионизирующего излучения в приборах для компьютерной томографии, ядерной физики, геологии. В медицине соединения висмута входят в состав препаратов, применяющихся для лечения желудочно-кишечного тракта, онкологических заболеваний; антисептиков, ранозаживляющих средств; контрастного вещества для рентгеноскопии. Препараты, содержащие органические соединения висмута, относятся к числу немногих средств, эффективных против бактерии Helicobacter pylori, вызывающей язвенную болезнь желудка и двенадцатиперстной кишки.

Однако, несмотря на столь широкое применение висмута, в реестре стандартных образцов (СО) Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений (ФИФ ОЕИ) практически отсутствуют СО состава металлического висмута, аттестованные по массовой доле основного компонента: у СО состава висмута марок Ви 00 – Ви 2 (ГСО 2732-83 – ГСО 2735-83) истек срок годности, а СО с метрологической прослеживаемостью представлены двумя образцами состава растворов ионов висмута (III) с аттестованным значением массовой концентрации 1 мг/см^3 и с границами допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (при P=0,95). Учитывая тот факт, что в медицинских препаратах содержание висмута в пересчете на сухое вещество может составлять 51 % (субгаллат висмута) и даже 72 % (субнитрат висмута), разработка СО состава висмута и/или его соединений, аттестованных по массовой доле основного компонента и обладающих свойством метрологической прослеживаемости, представляется актуальной задачей.

В 2021-22 годах в УНИИМ – филиале ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» были проведены исследования неопределённости воспроизведения единиц массовой доли висмута в висмуте высокой чистоты и массовой концентрации висмута (III) (10 г/дм^3 и 1 г/дм^3) в растворах нитрата висмута на эталонной установке [1], реализующей метод кулонометрии с

контролируемым потенциалом в составе Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019, с целью последующей разработки и выпуска СО состава висмута высокой чистоты и состава растворов ионов висмута (III).

Раствор висмута (III) с концентрацией 10 г/дм^3 был приготовлен гравиметрическим способом, путем растворения навески металлического висмута высокой чистоты в азотной кислоте особой чистоты по ГОСТ 11125-84, дополнительно очищенной перегонкой на вакуумной установке для низкокипящей перегонки кислот. Содержание примесных элементов в азотной кислоте контролировали методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ICP-MS).

Раствор с концентрацией 1 г/дм^3 был приготовлен кратным разбавлением. Взвешивание навески висмута для растворения, а также аликвот приготовленных растворов проводили с учетом поправок на выталкивающую силу воздуха с использованием компаратора массы CCE-66 («Sartorius», Германия), класс точности I (специальный), дискретность отсчёта 0,000001 г. Измерение плотности полученных растворов висмута проводили с использованием анализатора плотности жидкостей DMA 4500M.

Массовые концентрации полученных растворов были рассчитаны по процедуре приготовления, а затем измерены на ГЭТ 176-2019.

В основе метода измерения висмута лежат реакции электрохимического восстановления ионов Bi^{3+} до Bi^0 на платиновой сетке при потенциале минус 150 мВ и электрохимического окисления Bi^0 до Bi^{3+} при потенциале +200 мВ в среде 0,25 М азотной кислоты.

Результаты измерений массовой доли висмута и концентраций приготовленных растворов приведены в табл.1.

Таблица 1. Результаты измерений массовой доли висмута в висмуте высокой чистоты и массовой концентрации висмута в растворах ионов висмута (III) с номинальной концентрацией 10 г/дм^3 и 1 г/дм^3, полученные на ГЭТ 176-2019 методом кулонометрии с контролируемым потенциалом

Номер пробы	**Висмут высокой чистоты, A = 99,95 %**	**Раствор ионов висмута (III), $C_{рас.}$= 10,002 г/дм^3**	**Раствор ионов висмута (III), $C_{рас.}$= 0,10062 г/дм^3**
	Массовая доля висмута, A, %	**Массовая концентрация висмута, C, г/дм^3**	
1	99,970	9,9907	1,0098
2	99,961	9,9963	1,0105
3	99,953	10,0088	1,0056
4	99,949	9,9944	1,0105
5	99,965	10,0036	1,0027
6	99,947	9,9880	1,0076
7	99,943	10,0072	1,0085
Среднее значение, $\overline{A}$, %	**99,955**	-	-
Среднее значение, $\overline{C}$, г/дм^3	-	**9,9984**	**1,0079**
Относительная стандартная неопределённость типа А, %	0,0038	0,031	0,108
Относительная стандартная неопределённость типа В, %	0,0063	0,006	0,006
Относительная суммарная стандартная неопределён-ность, %	0,0073	0,032	0,108
Относительная расширенная неопределённость (k = 2), %	0,015	0,06	0,22

Относительную стандартную неопределенность типа А измерения единиц массовой концентрации компонента оценивали как относительное среднее квадратическое отклонение результата измерений по 7 независимым измерениям. Относительную стандартную неопределенность типа В оценивали как композицию составляющих неопределенности, обусловленных взвешиванием пробы, измерением количества электричества, затраченного в процессе электролиза, определением коэффициента завершенности электрохимической реакции, молекулярной массы, константы Фарадея [2]. Также были уточнены составляющие неопределенности, связанные с электролитической ячейкой: влияние кислорода, примесей электролита, диффузии электролита в электролитические ключи.

По результатам исследований была разработана и утверждена Методика воспроизведения единицы массовой доли висмута в металлическом висмуте и массовой (молярной) концентрации висмута в растворах его солей методом кулонометрии с контролируемым потенциалом на ГЭТ 176 (МВ-26-ГЭТ-176-2021).

Проведенные исследования показали, что разработанная методика с использованием эталонной кулонометрической установки с контролируемым потенциалом в составе ГЭТ 176-2019 обеспечивает воспроизведение единицы массовой доли висмута в висмуте металлическом с относительной расширенной неопределенностью 0,015 %, массовой концентрации висмута (III) в растворах висмута в диапазоне от 1,00 до 10,00 г/дм^3 с относительной расширенной неопределенностью (0,06 – 0,22) %. Использование разработанной методики позволит реализовать выпуск СО состава растворов ионов висмута (III) в диапазоне от 1,00 до 10,00 г/дм^3 с относительной расширенной неопределенностью с учетом составляющих от неоднородности и нестабильности на уровне (0,2 – 0,4) %, обладающих прямой метрологической прослеживаемостью аттестованных значений СО к первичному эталону ГЭТ 176-2019.

ЛИТЕРАТУРА

1. Создание эталонной установки на основе кулонометрии с контролируемым потенциалом в рамках совершенствования Государственного первичного эталона ГЭТ 176 и ее измерительные возможности / В.М. Зыскин [и др.] // Стандартные образцы. 2016. № 2. С.44–54.

2. ГОСТ Р 54500.3–2011 / Руководство ИСО МЭК 98-3:2008 Неопределенность измерения. Ч. 3 Руководство по выражению неопределенности измерения. М.: Стандартинформ. 2012. 100 с.

УДК 543.612.2
ГРНТИ 90.29.00

Государственные стандартные образцы лантана, ниобия, неодима

Зябликов Д. Н., Зябликова И. Н., Ермакова Я. И., Иванов А. В.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений»,
г. Москва, Россия, e-mail: Zyablikov@vniiofi.ru

Аннотация: Коллективом ФГУП «ВНИИОФИ» была проведена работа по разработке государственных стандартных образцов лантана, неодима, ниобия, имеющих прослеживаемость к государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов ГЭТ 196-2015.

Ключевые слова: государственный стандартный образец, лантан, неодим, ниобий, государственный первичный эталон, редкоземельный элемент

Редкоземельные элементы занимают прочную позицию одного из важных ресурсов для множества высокотехнологичных процессов. Они широко применяются в стекольной промышленности, в виде оксидов и других соединений входящих в состав стёкол специального назначения, пропускающих инфракрасные лучи и поглощающих ультрафиолетовые лучи, кислотно и жаростойких стёкол. Большое значение получили редкоземельные элементы и их соединения в химической промышленности, например, в производстве пигментов, лаков и красок, в нефтяной промышленности как катализаторы. Монокристаллические соединения редкоземельных элементов применяют для создания лазерных и других оптически активных и нелинейных элементов в оптоэлектронике, а так же в производстве некоторых взрывчатых веществ, специальных сталей и сплавов.

По всему миру потребность в редкоземельных элементах с каждым годом увеличивается, так как растет число производств, изготавливающих высокотехнологичную продукцию, объемы производства также растут. Поэтому, необходимо уделять больше внимания известным методам определения содержания редкоземельных элементов [8].

В настоящее время в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ФГИС «АРШИН») [6,7] отсутствуют сведения о государственных стандартных образцах [1,2] лантана, неодима, ниобия утвержденного типа.

Для удовлетворения спроса на стандартные образцы лантана, неодима, ниобия коллективом ФГУП «ВНИИОФИ» ведутся работы по разработке и производству стандартных образцов утвержденных типов [3,4] данных редкоземельных элементов.

Разрабатываемые стандартные образцы имеют прослеживаемость к государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов ГЭТ 196-2015 [5].

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ 8.315-2019 Стандартные образцы материалов (веществ). Основные положения. М.: Стандартинформ, 2019.
2. ГОСТ 32934-2014 Стандартные образцы. Термины и определения, используемые в области стандартных образцов. М.: Стандартинформ, 2014.
3. ГОСТ Р ИСО 17034–2021 Общие требования к компетентности производителей стандартных образцов. М.: Российский институт стандартизации, 2021.
4. ГОСТ ISO/IEC 17025–2019 Межгосударственный стандарт. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: Стандартинформ, 2021.
5. ГЭТ 196-2015 Государственный первичный эталон единицы массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов / институт хранитель ФГУП ВНИИОФИ // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства

измерений : официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397882 (дата обращения: 27.07.2022).
6. Об обеспечении единства измерений: Федер. закон Рос. Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 11 июня 2008 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 18 июня 2008 г. (в редакции от 11 июня 2021 г. № 170-ФЗ) // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. URL: http://pravo.gov.ru/proxy/ips/?docbody=&firstDoc=1&lastDoc=1&nd=102122832.
7. Об утверждении перечня измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений: Постановление Правительства Рос. Федерации от 16 ноября 2020 г. № 1847 // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. Дата опубликования: 23.11.2020. Номер опубликования: 0001202011230047.
8. Шаевич А.Б. Стандартные образцы для аналитических целей. М.: Химия, 1987.

УДК 006.91:620.11
ГРНТИ 90.29.25

Перспективы разработки стандартных образцов температуры плавления органических веществ

Казарцев Я. В., Корчагина Е. Н.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева», г. С.-Петербург, Россия, e-mail: Y.V.Kazartsev@vniim.ru

Аннотация: решается задача разработки стандартных образцов температуры плавления органических веществ отечественного производства. Приводится описание эталонного комплекса, предназначенного для измерений температуры плавления и степени чистоты органических веществ – кандидатов на роль СО – в диапазоне от +40 до +250 ºС. Рассматривается проблема рассогласования результатов измерений температуры плавления, получаемых различными методами, и предлагается способ её решения.

Ключевые слова: плавление, температура плавления, анализаторы температуры плавления, меры температуры, стандартные образцы температуры плавления

Область измерений температуры плавления чистых органических веществ включает широкий перечень лабораторного оборудования, производителями которого выступают известные зарубежные изготовители: Mettler Toledo, Buchi Labortechnic и т.д. Выпускаемые анализаторы температуры плавления отличаются высокой производительностью и степенью автоматизации процесса измерений, за счет чего получают широкое распространение в сфере медицины, биологии, производства парфюмерно-косметической продукции.

Метрологическое обеспечение таких анализаторов на текущий момент включает ряд стандартных образцов на основе чистых органических веществ – бензофенона, бензойной кислоты и кофеина, а также ряд импортных СО, исходными веществами для которых являются чистые химические вещества зарубежного производства. В настоящее время остро стоит вопрос об импортозамещении данных СО метрологическими средствами отечественного производства, не уступающими им по своим метрологическим характеристикам.

Для разработки отечественных СО во ВНИИМ им. Д.И. Менделеева создан эталонный комплекс, обеспечивающий возможности измерений температуры плавления и степени чистоты органических веществ в диапазоне от +40 до +250 ºС с использованием методов классической термометрии и криоскопии [1]. Новый эталонный комплекс будет представлен на утверждение в качестве рабочего эталона температуры 2-го разряда в соответствии с новой Государственной поверочной схемой для СИ температуры, предусматривающей передачу единицы мерам температуры на основе органических веществ.

Рассмотрен принцип работы эталонного комплекса, приведена его функциональная схема, указаны основные характеристики и показатели точности. Представлены результаты экспериментальных исследований чистых органических веществ, планируемых к утверждению в качестве мер температуры плавления, и, в перспективе – в качестве многопараметрических стандартных образцов, включающих аттестованные значения температуры плавления и суммарной молярной доли примесей. Рассмотрен принцип обработки результатов измерений.

Обращает на себя внимание проблема рассогласования результатов измерений, получаемых различными методами – методами классической термометрии, криоскопии [2] (в условиях продолжительного термодинамического равновесия между жидкой и твердой фазами вещества при малой скорости нагрева), и методами экспресс-анализа, применяемыми в рабочих СИ – с большой скоростью нагрева образца в капилляре, либо в открытом тигле (методы ДСК), где условия термодинамического равновесия не выполняются.

Факт рассогласования результатов измерений потребовал от авторов проведения межлабораторных сличительных испытаний на образцах чистых органических веществ: бензофенона, бензойной кислоты, янтарной кислоты, антрацена – в дальнейшем – веществ-кандидатов на роль отечественных СО температуры плавления. Участники МСИ используют анализаторы температуры плавления различных производителей. После обработки всех полученных данных может быть принято решение о включении в паспорта разрабатываемых СО дополнительных характеристик измеряемой величины, связанных с режимом работы анализаторов и скоростью нагрева образца.

ЛИТЕРАТУРА

1. О создании эталонного комплекса для разработки мер температуры плавления на основе чистых органических веществ / Е.Н. Корчагина [и др.] // Современные методы и средства исследований теплофизических свойств веществ: сборник трудов V Международной научно-технической конференции, Санкт-Петербург, 23-24 мая 2019 г.: Университет ИТМО. С. 332.

2. Александров Ю.И. Точная криометрия органических веществ. Л.: Химия, 1975. 160 с.

УДК 54.062
ГРНТИ 90.29.25

Разработка стандартного образца массовой доли титана в твердой матрице

Кузнецова М. Ф., Собина А. В., Засухин А. С.

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: kmf@uniim.ru

Аннотация: Разработан стандартный образец (СО) массовой доли титана в твердой матрице, предназначенный для метрологического обеспечения рентгенофлуоресцентного анализа. Аттестованное значение данного СО прослеживается к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии (ГЭТ 176-2019).

Ключевые слова: стандартный образец, рентгенофлуоресцентный анализ, метрологическая прослеживаемость, массовая доля титана

Применение стандартных образцов (СО) с установленной прослеживаемостью - одно из требований к аккредитованным лабораториям, установленных в [1–3]. Разработка СО массовой доли титана в твердой матрице для метрологического обеспечения рентгенофлуоресцентного анализа необходима, поскольку в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ФИФ ОЕИ) отсутствуют такие СО с установленной прослеживаемостью. Однако, применение СО с установленными значениями массовой доли титана регламентировано в ряде методик поверки средств измерений утвержденных типов. Для проведения поверки данных средств измерений применяется СО массовой доли титана в твердой основе, метрологические характеристики которого установлены расчетно-экспериментальным методом. Аттестованные значения разработанного СО установлены на Государственном вторичном эталоне единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации металлов в жидких и твердых веществах и материалах (ГВЭТ 196-1-2012) и прослеживаются к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии (ГЭТ 176-2019) посредством применения эталона сравнения титана высокой чистоты ЭС-1.3-196-005-2016-Ti. Метрологические характеристики ГВЭТ 196-1-2012 описаны ранее [4].

Для обеспечения потребности аккредитованных лабораторий в СО с установленной прослеживаемостью начата разработка линейки СО массовой доли элементов в твердой матрице, аттестованные значения которых прослеживаются к ГЭТ 176-2019. В настоящее время производятся следующие СО:

- СО массовой доли натрия и хлора в твердой матрице (NaCl-ТМ СО УНИИМ) – ГСО 10934-2017;
- СО массовой доли свинца в твердой матрице (Pb-ТМ СО УНИИМ) – ГСО 10991-2017;
- СО массовой доли железа в твердой матрице (Fe-ТМ СО УНИИМ) – ГСО 11036-2018.

Метрологические характеристики данных СО представлены в [5].

Изготовление материала СО массовой доли титана в твердой матрице проводилось методом прессования со связующим (борной кислотой), описанным в [6,7]. Материал СО представляет собой смесь химических реактивов - оксид титана (IV) и борная кислота, спрессованную в виде дисков диаметром (30±1) мм, высотой (4,5±0,5) мм.

Оценка однородности и стабильности материала СО проведена по [8].

Метрологические характеристики СО установлены на ГВЭТ 196-1-2012.

Утвержден тип СО массовой доли титана в твердой матрице (Ti-ТМ СО УНИИМ) и внесен в ФИФ ОЕИ под номером 11791-2021.

Метрологические характеристики СО приведены в таблице 1.

Таблица 1. Метрологические характеристики стандартного образца массовой доли титана в твердой матрице (Ti-ТМ СО УНИИМ)

Наименование аттестуемой характеристики СО	**Интервал допускаемых аттестованных значений СО, %**	**Расширенная относительная неопределённость аттестованного значения U, % (при k=2)**	**Границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО (P = 0,95), δ, %**
Массовая доля титана	0,90 – 1,10	4	±4

На рисунке 1 приведена фотография СО в упаковке.

Применение СО массовой доли элементов в твердой матрице с установленной прослеживаемостью обеспечивает лаборатории надежным инструментом для контроля точности результатов измерений.

В дальнейшем УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» планирует разработать СО массовой доли борной кислоты в твердой матрице, выполняющего функцию фонового образца в рентгенофлуоресцентном анализе и расширять номенклатуру СО массовой доли элементов в твердой матрице.

Рис. 1. Фото стандартного образца массовой доли титана в твердой матрице (Ti-ТМ СО УНИИМ) в упаковке.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: Стандартинформ, 2019.

2. Политика ИЛАК по прослеживаемости результатов измерений (ИЛАК Р10:01/2013) // Национальная система аккредитации [сайт]. URL: https://fsa.gov.ru/documents/9682/

3. Политика Росаккредитации по метрологической прослеживаемости результатов измерений» СМ № 04.01-9.0011 // Национальная система аккредитации [сайт]. URL: https://fsa.gov.ru/documents/7503/

4. Государственный вторичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации металлов в жидких и твердых веществах и материалах / Е.М. Горбунова [и др.] // Измерительная техника. 2013. Т. 56, № 7. С. 743–746.

5. Собина А.В., Зыскин В.М., Шимолин А.Ю. Разработка стандартных образцов массовой доли элементов в твердой матрице для метрологического обеспечения рентгенофлуоресцентного и атомно-эмиссионного анализа / М.Ф. Кузнецова [и др.] // Стандартные образцы в измерениях и технологиях: сб. тез. доклада III Междунар. науч. конф., Екатеринбург, 11-14 сентября 2018 г. / Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии [и др.]. Екатеринбург: УНИИМ, 2018. С. 109–111.

6. Рентгенофлуоресцентный анализ. Применение в заводских лабораториях. Сб. научных трудов: Пер. с нем. / Под ред. Эрхарта Х. М.: Металлургия, 1985, 256 с.

7. Лосев Н.Ф., Смагунова А.Н. Основы рентгеноспектрального флуоресцентного анализа. Химия, 1982. 207 с.

8. Р 50.2.058-2007 Оценивание неопределенностей аттестованных значений стандартных образцов. М.: Стандартинформ, 2008.

УДК 681.2: 006.91-027-21
ГРНТИ 90.29.25

Относительно стандартных образцов вирионоподобных частиц на основе белков, а также стандартных образцов состава и свойств рекомбинантных бакуловирусов

Кулябина Е. В.[1], Кулябина Т. В.[1], Гребенникова Т. В.[2], Мелкова О. Н.[1], Морозова В. В.[1, 3], Морозов В. Ю.[4]

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

[2] ФГБУ «Национальный исследовательский центр эпидемиологии и микробиологии имени Н.Ф. Гамалеи» Минздрава России, г. Москва, Россия

[3] Fresno State University, USA, California, Fresno

[4] АО «Волга», г. Балахна, Россия

Аннотация: Вирионоподобные частицы давно вызывают интерес молекулярных биологов и метрологов. Являясь структурой, напоминающей вирус, вирионопоподобная частица тем не менее не содержит РНК или ДНК, тем самым является безвредной в том смысле, что не может служить источником заражения. Стандартизация свойств таких частиц и методов их создания и контроля характеристик является важной задачей развития биотехнологий и молекулярной биологии.

Ключевые слова: вирионоподобные частицы на основе белков, бакуловирусы, способы экспрессии генов, вакцины, стандартные образцы вирионоподобных частиц, стандартные образцы рекомбинантных бакуловирусов

Вакцины, созданные на основе ослабленных штаммов инфекционных агентов, с одной стороны несомненно обладают высокой протективной эффективностью, однако с другой стороны их применение может вызывать серьезные осложнения, связанные в том числе с возможным риском восстановления вирулентности штаммов вакцин. Происходит это потому, что в вакцине содержится фактически живой инфекционный материал. Именно поэтому применение в качестве антигенов рекомбинантных вирусных белков вирионоподобных частиц находит все большее применение в исследованиях молекулярных биологов [1-3].

Вирионоподобные частицы выполняют роль системы доставки генов или терапевтических средств в клетки. Являясь безвредной для организма человека в то же время такая частица позволяет «подстегнуть» иммунный ответ организма на чуждый ему белок и является основной вакцин сегодняшнего и завтрашнего дня. Вирионоподобные частицы представляют собой разнообразные структуры белков, капсиды большинства из которых имеют формы спирали, цилиндра, икосаэдра [4].

Бакуловирусы представляют собой палочковидные вирусы, являющиеся возбудителями вирусных заболеваний насекомых. Для человека безвредны. Бакуловирусы насекомых способны передавать генетическую информацию клеткам человека и вообще млекопитающих, к тому же бакуловирусы не реплицируются при передаче информации, что дает возможность безопасно их использовать. Изучение процессов сборки вирусных частиц в условиях отсутствия инфекционного агента в виде вируса также возможна с использованием системы бакуловирусной экспрессии (передачи генетической информации). Данный подход все чаще используется при разработке вакцин, создаваемых на основе вирусоподобных частиц [5, 6].

Стандартизация свойств и методов их определения представляет настоящий вызов для метрологов [7]. Так, в материале [8] представлены результаты исследований по разработке стандартного образца (RM) вирусоподобных частиц, прослеживаемого до Международной системы единиц (SI).

В настоящее время создать такой образец уже представляется возможным, так как существуют методы анализа, позволяющие оценить, как чистоту материала, путем определения содержания родственных примесей, воды, остаточных органически растворителей, летучих органических соединений, неорганических примесей, так и оценить неопределенность образца.

Необходимость разработки стандартных образцов подобного типа обусловлена потребностями сегодняшнего дня в сравнении систем доставки вирусоподобных генов. Соответственно также возникает потребность в разработке общепризнанных методов (методик измерений) измерений характеристик образцов.

Так, например, если брать в рассмотрение трискелион (пептид), который собирается в вирусоподобный икосаэдр, о которых сообщалось в другом месте [9], то трискелион синтетически доступен, предсказуемо собирается в вирионоподобные частицы, которые лишены побочных эффектов.

Создание стандартных образцов вирионоподобных частиц на основе белков, а также стандартных образцов состава и свойств рекомбинантных бакуловирусов позволят обеспечить метрологическую прослеживаемость результатов измерений их характеристик, калибровку средств измерений, применяемых в биоанализе [10], обеспечить условия для создания вакцин без побочных эффектов. Исследование вирионоподобных частиц и создание на их основе стандартных образцов позволит обеспечить улучшение системы метрологического обеспечения лабораторной медицины [11].

ЛИТЕРАТУРА

1. Reovirus virion-like particles obtained by recoating infectious subvirion particles with baculovirus-expressed sigma3 protein: an approach for analyzing sigma3 functions during virus entry / J Jané-Valbuena [et al.] // Journal of Virology. Apr. 1999, P. 2963–2973. https://doi.org/10.1128/JVI.73.4.2963-2973.1999

2. Вирусы как объекты и инструменты нанобиотехнологий / Л.В. Урываев [и др.] // Вопросы вирусологии. 2012. № S1. С. 52–65.

3. Синтез и характеристика вирусоподобных частиц ротавируса А (Reoviridae: Sedoreovirinae: Rotavirus: Rotavirus A) человека / С.А. Черепушкин [и др.] // Вопросы вирусологии. 2021. Т.66, № 1. С. 55–64. https://doi.org/10.36233/0507-4088-27

4. Engineering chirally blind protein pseudocapsids into antibacterial persisters / I.E. Kepiro [et al.] // ACS Nano. 2020. Vol. 14. P. 1609−1622. https://doi.org/10.1021/acsnano.9b06814

5. Белжеларская С.Н. Бакуловирусные системы экспрессии рекомбинантных белков в клетках насекомых и млекопитающих // Молекулярная биология. 2011. Т. 45, № 1. С. 142–159.

6. Recombinant VP60 in the form of virion-like particles as a potential vaccine against rabbit hemorrhagic disease virus*/ B. Gromadzka [et al.] // BioMillenium Conference in Gdańsk, October 2005, Poland. Acta biochimica Polonica. 2006. Vol. 53, no. 2. P. 371–376. https://doi.org/10.18388/abp.2006_3351

7. DNA origami inside-out viruses / Jonathan R. Burns [et al.] // ACS Synthetic Biology. 2018. Vol. 17. no. 3. P. 767–773. https://doi.org/10.1021/acssynbio.7b00278

8. An SI-traceable reference material for virus-like particles / A. Briones [et al.] // iScience. 2022. Vol. 25, 104294. https://doi.org/10.1016/j.isci.2022.104294

9. Antimicrobial peptide capsids of de novo design. De Santis, E. [et al.] // Nature communications. 2017. Vol. 8, № 1. 2263. https://doi.org/10.1038/s41467-017-02475-3

10. Кулябина Е.В., Кулябина Т.В. Применение государственных стандартных образцов и тестовых смесей для поверки и калибровки средств измерений, используемых в биологических исследованиях // Измерительная техника. 2013. № 12. С. 50–51. https://doi.org/10.1007/s11018-014-0395-2

11. Кулябина Е.В. К взаимосвязи возможности сохранения человека как биологического вида и уровня метрологического обеспечения лабораторной медицины и биоанализа // Законодательная и прикладная метрология. 2017. № 6 (151). С. 49–51.

УДК 543.423.1
ГРНТИ 29.31.26

Анализ стандартного образца ферросиликомарганца методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой

Лузянина П. А., Попкова Г. Н.

ЗАО «Институт стандартных образцов», г. Екатеринбург, Россия, e-mail: analitik@icrm.ru

Аннотация: Исследованы возможности метода атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой для аттестации алюминия, кальция, титана и бора в стандартном образце ферросиликомарганца.

Ключевые слова: стандартный образец, ферросплавы, атомно-эмиссионный анализ, ферросиликомарганец, способы разложения, условия определения

Ферросплавы широко используются для раскисления и легирования различных сплавов, сталей, чугунов. Однако положительное влияние элементы, входящие в состав ферросплавов, оказывают только при определенных концентрациях. При более низких или высоких содержаниях вводимых элементов может проявляться негативный эффект. Вследствие этого важной аналитической задачей является контроль количественного состава ферросплавов, который можно осуществить благодаря использованию стандартных образцов [1].

Для анализа ферросплавов известны одноэлементные аналитические методы: титриметрия [2], гравиметрия [3], спектрофотомерия [4], потенциометрия [5] и атомно-абсорбционная спектроскопия [6], обладающие значительной продолжительностью и трудоёмкостью.

Целью данной работы была разработка методики определения алюминия, кальция, титана и бора в стандартном образце ферросиликомарганца ИСО Ф23-1 методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП).

Измерения проводили на атомно-эмиссионном спектрометре с индуктивно-связанной плазмой iCAP 6500 DUO (Thermo Scientific, США), снабженном оптической системой Эшелле, радиочастотным генератором, полупроводниковым CID-детектором с термоэлектрическим охлаждением, плазменной горелкой и системой ввода образца с перистальтическим насосом.

Процесс разработки методики включал несколько этапов:

- выбор оптимальных длин волн эмиссионных спектров элементов;
- изучение влияния основных элементов, входящих в состав ферросплава;
- выбор способа подготовки проб для анализа;
- назначение метрологических характеристик методики

На выбранных длинах волн, обладающих наибольшей чувствительностью, проведена оптимизация операционных параметров регистрации спектров. На втором этапе работы были рассмотрены три способа перевода анализируемой пробы СО в раствор.

Первая методика разложения образца предполагала сплавление навески пробы с гидроксидом калия и последующим растворением плава в смеси соляной и фосфорной кислот. Вторая – растворение пробы с использованием азотной, фтористоводородной и хлорной кислот. В основе третьей методики лежит вариант разложения ферросиликомарганца в системе HotBlock [7]. После разложения в полученных растворах проб было определено содержание алюминия, кальция, титана и бора методом АЭС-ИСП. Измерение аналитического сигнала осуществляли на длинах волн наиболее чувствительных и свободных от спектральных наложений. Контроль правильности полученных результатов был произведен с использованием метода добавок.

Проведенные исследования позволили разработать методику одновременного определения изученных элементов в ферросиликомарганце методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой [8].

ЛИТЕРАТУРА

1. Кудрин В. А. Теория и технология производства стали: учебник для вузов. М.: Мир, ООО Издательство АСТ, 2003. 528 с.
2. ГОСТ 14250.1-90 Ферротитан. Метод определения титана. М.: Изд-во стандартов, 1991.14 с.
3. ГОСТ 16591.4-87 (ИСО 4158-78) Силикомарганец. Методы определения кремния. М.: Изд-во стандартов, 1988. 9 с.
4. ГОСТ 16591.5-94 Ферросиликомарганец. Метод определения фосфора. М.: Изд-во стандартов, 1996. 6 с.
5. ГОСТ 16591.3-94 (ИСО 4159-78) Ферросиликомарганец. Методы определения марганца. М.: Изд-во стандартов, 1996. 9 с.
6. Химические и физико-химические методы анализа ферросплавов : Справоч. изд. / В. В. Степин [и др.]. М.: Металлургия, 1991, 282 с.
7. HotBlock. Система для гидролиза. Руководство по эксплуатации. Издание Environmental // ИнПроТех [сайт]. URL: https://enprotech.ru/produktsiyan/obshhelaborotornoe-oborudovanie/environmental-express/sistema-razlozheniya-prob-hotblock/
8. НДИ 01.04.154–2022 Силикокальций. Ферросиликомарганец. Определение массовой доли кальция, алюминия, титана, железа, фосфора, бора. Метод атомно-эмиссионного анализа с индуктивно связанной плазмой.

УДК 53.089.68:543.62:615.07:615.9
ГРНТИ 90.29.25:34.05.25

О разработке стандартных образцов состава биологических сред, содержащих металлы

Малов А. М., Шемаев М. Е., Лапина Н. В.

ФГБУ «Научно-клинический центр токсикологии имени академика С.Н. Голикова», Санкт-Петербург, Россия, e-mail: malexmish@rambler.ru

Аннотация: В ФГБУ НКЦТ им. С.Н. Голикова ФМБА России разработаны и запатентованы унифицированные технологии получения референтных материалов (РМ) состава биологических сред, необходимого состава металлов. Эти РМ предназначены для создания стандартных образцов соответствующих типов, не ограниченных применением того или иного аналитического оборудования.

Ключевые слова: референтные материалы состава биологических сред, металлы

Одной из проблемных областей отечественной метрологии является стандартизация медико-биологических исследований, в частности определение токсичных металлов (ТМ) в биосредах. В развитии этого направления медико-биологической аналитики должны были бы быть облигаторно заинтересованы такие ведомственные структуры и организации как РАН, Минобрнауки, Минюст, ФМБА России, Минздрав, Минпроморг, Минприроды, а также многочисленные коммерческие лабораторные службы. Но «у семи нянек дитя без глазу». Ведомственная разобщенность этих потенциальных потребителей, например, стандартных образцов (СО) состава биологических сред, содержащих ТМ, отсутствие рынка потребления этих продуктов, нормативная зарегулированность процесса аттестации СО вот уже на протяжении десятков лет имеют результатом отсутствие в РФ СО, например, состава крови, мочи, грудного молока и мясопродуктов, содержащих такие ТМ как свинец, ртуть, кадмий, таллий, бериллий и другие неорганические экотоксиканты [1,2].

Между тем ФГБУ НКЦТ им. С.Н. Голикова ФМБА России (бывший ФГБУН ИТ ФМБА РФ) были разработаны и аттестованы несколько типов СО – ГСО 9104-2008, ГСО 9653-2010, ГСО 9940-2011, ГСО 10128-2012, ГСО 10129-2012, ГСО 10236-2013 [3–8]. В этой организации продолжается разработка инновационных технологий изготовления референтных материалов (РМ) состава мочи, содержащих ТМ [9,10]; технологии запатентованы в РФ. Последние годы это направление разработок сосредоточено на изготовлении мультиэлементных РМ состава крови и мочи [11–13].

Многолетний опыт совершенствования технологии создания СО позволил сотрудникам ФГБУ НКЦТ им. С.Н. Голикова ФМБА России отойти от былых упрощенных схем получения РМ путем добавки водорастворимых солей металлов в жидкие биосреды и создания СО, рассчитанных на узкопрофильное дорогостоящее аналитическое оборудование. Во ФГБУ НКЦТ им. С.Н. Голикова ФМБА России разработаны унифицированные и экономичные технологии получения РМ заданных концентрационных значений и широкого спектра металлов. Суть запатентованных способов состоит в дозированном введении в организм животного необходимых металлов с последующим забором от одного и того же животного мочи, крови, мышечной ткани и других биосред, содержащих ТМ. Эти способы предполагают метаболическое, т.е. естественное включение ТМ в те или иные органы, ткани и клеточные структуры живого биообъекта.

Преимущества и инновационность предлагаемого подхода состоит не только в широком концентрационном спектре металлов и используемых биосред, но и в широком выборе возможного аналитического оборудования и соответствующих методов анализа. Невозможность получения аттестованных метрологических характеристик СО, изготовленных

на основе этих технологий, при использовании того или иного метода анализа или оборудования должны исключать их применение, ставить под сомнение их валидность в данной области аналитики.

ЛИТЕРАТУРА:

1. Стандартные материалы в токсикологических исследованиях / А.М. Малов [и др.] // Сборник трудов IV съезд токсикологов России, Москва, 06-08 ноября 2013 г. / Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека и др. М.: Из-во Capital Press, 2013. С. 307–309.
2. Малов А. М., Сибиряков В. К., Глушков Р. К. Методология и практика создания референтных материалов и стандартных образцов состава биологических сред, содержащих токсичные металлы. // Донозология и здоровый образ жизни. 2017. № 1 (20). С. 16–19.
3. Разработка государственного стандартного образца состава ртути, содержащей ртуть / Г.В. Рутковский [и др.] // Актуальные проблемы токсикологии и радиобиологии: тез. докл. Российская научная конференция с международным участием, Санкт-Петербург, 19 - 20 мая 2011 г. СПб: ООО Издательство Фолиант, 2011 С. 73–74.
4. Разработка стандартного образца состава крови, содержащей бериллий / В.К. Сибиряков [и др.] // Медицина экстремальных ситуаций. 2014. № 4. С. 73–75.
5. Сибиряков В.К., Малов А.М., Рутковский Г.В. Разработка стандартного образца состава крови, содержащей бериллий // Актуальные вопросы радиационной медицины и промышленной токсикологии: сб. трудов Научно-практическая конференция, Красноярск, 28-29 марта 2012 г., С. 76–79.
6. Разработка стандартных образцов состава крови, содержащей токсичные металлы: свинец, ртуть, кадмий, бериллий и таллий / В.К. Сибиряков [и др.] // Медицина экстремальных ситуаций. 2017. № 4. С. 80–94.
7. Разработка стандартных образцов состава крови, содержащей токсичные металлы / В.К. Сибиряков [и др.] // Стандартные образцы в измерениях и технологиях: сб. труд. III Всероссийской научно-технической конференции с международным участием, Екатеринбург, 12-17 сентября 2011 г. / Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии [и др.]. Екатеринбург: УНИИМ, 2011. С. 111–112.
8. Совершенствование средств и методов лабораторной диагностика при определении таллия в крови человека / В.К. Сибиряков [и др.] // Medline.ru. Российский биомедицинский журнал. 2014. Т. 15. С. 381–393.
9. Создание референтного материала для изготовления стандартного образца состава мочи, содержащей свинец / А.М. Малов [и др.] // Medline.ru. Российский биомедицинский журнал. 2020. Т. 21. С. 949–965.
10. Малов А.М., Сибиряков В.К., Глушков Р.К., Глухова Р.И., Марченко М.В., Иваненко Н.Б. Опыт разработки референтных материалов для создания стандартных образцов состава мочи, содержащей токсичные металлы / А.М. Малов [и др.] // Medline.ru. Российский биомедицинский журнал. 2017. Т. 18. С. 237–246.
11. Малов А.М., Сибиряков В.К. Стандартные материалы состава биологических сред, содержащих токсичные металлы, теория и практика применения (аналитическая статья) // Медицина экстремальных ситуаций. 2020. Т. 22, № 1. С. 123–129.
12. Способ получения биологического референтного материала для производства стандартных образцов состава жидкой биологической среды и материал, полученный этим способом: пат. 2646161 РФ; Малов А.М., Сибиряков В.К., Глушков Р.К., Иванов М.Б. Заявитель и патентообладатель ФГБУН ИТ ФМБА России. Приоритет изобретения 12.12.2016 г.
13. Малов А.М. Стандартные образцы в медико-биологических исследованиях // Стандартные образцы. 2016. № 3. С. 38–46.

УДК 536.62
ГРНТИ 90.27.32

Перспективы разработки стандартных образцов числа Воббе

Мальгинова Н. А., Корчагина Е. Н., Казарцев Я. В.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И.Менделеева»,
г. Санкт-Петербург, Россия, e-mail: n.a.malginova@vniim.ru

Аннотация: Решается задача разработки стандартных образцов (СО) числа Воббе на основе утвержденных СО объемной энергии сгорания чистых газов и газовых смесей. Рассматриваются различные методы измерений плотности газов. Проводится выбор метода измерений относительной плотности газа для определения числа Воббе. Предлагается методология измерений плотности газов, основанная на модифицированном пикнометрическом методе. Рассматривается возможность реализации метода гидростатического взвешивания.

Ключевые слова: число Воббе, объемная энергия сгорания, относительная плотность газа, методы определения плотности, пикнометрический метод, стандартный образец

Работа по созданию стандартных образцов в области измерений объемной энергии сгорания [1] была начата с утверждения набора стандартных образцов низшей объемной энергии сгорания чистых газов [2] (НОЭС-ВНИИМ) ГСО 11662-2020/ГСО 11665 -2020 (водород, метан, этан и пропан) и продолжена в 2022-м году утверждением набора ГСО 11904-2022/ГСО 11907-2022 [2], изготавливаемого на основе чистых газов и их смесей.

В настоящее время решается задача экспериментального определения числа Воббе, которое является функцией двух величин – теплоты сгорания и плотности газа, и описывается отношением объемной теплоты сгорания газа к квадратному корню его относительной плотности по воздуху.

Проведен анализ методов определения плотности газов: расчетный [3], пикнометрический [4], аэростатический [5], вибрационный [6], ультразвуковой [7], в результате которого для исследований взят за основу пикнометрический метод определения плотности (допускаемая погрешность не превышает 0,004 кг/м^3).

Оценен бюджет неопределенности измерений плотности газов пикнометрическим методом. Оценка показала, что снижение погрешности возможно путем увеличения внутреннего объема пикнометра. Разработана конструкция емкости – имитатора пикнометра увеличенного объема (1 дм^3). Внутренний объём ёмкости был определен заполнением ее этиловым спиртом [8], плотность которого была параллельно измерена в лаборатории госэталонов в области измерений плотности и вязкости жидкости на анализаторе плотности DMA 4200M. Результат измерения плотности жидкости-наполнителя прослеживается к Государственному первичному эталону единицы плотности газов в соответствии с ГПС [9]. Внутренний объем имитатора составил 963,9±1,2 см^3. Проведена оценка бюджета неопределенности измерений плотности газов предлагаемым методом, а также разработан алгоритм модифицированного пикнометрического метода.

Рассматривается возможность реализации метода гидростатического взвешивания ёмкости с газом с целью дальнейшего повышения точности измерений плотности, разработана конструкторская документация и изготовлена новая замкнутая ёмкость (сфера) внутренним объемом 5 дм^3.

Разработка и аттестация стандартных образцов числа Воббе позволит удовлетворить потребности в градуировке и/ или калибровке потоковых газовых калориметров и анализаторов числа Воббе, устанавливаемых на предприятиях в узлах смешения газов и используемых для контроля и регулирования параметров технологических процессов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Мишина К.А., Корчагина Е.Н., Казарцев Я.В. Метрологическое обеспечение газовых калориметров и анализаторов числа Воббе // Эталоны. Стандартные образцы. 2021. Т. 17, № 2. С. 19–32. https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-2-19-32

2. Стандартные образцы утвержденных типов, допущенные к выпуску и применению на территории РФ. Каталог 2022 // Государственная служба стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов [сайт]. URL: https://gsso.ru/catalogue_gsso2022_2.pdf (дата обращения 25.06.2022).

3. ГОСТ 31369-2021 (ISO 6976:2016) Газ природный. Вычисление теплоты сгорания, плотности, относительной плотности и числа Воббе на основе компонентного состава. М.: Российский институт стандартизации, 2021. 52 с.

4. ГОСТ 17310. Газы. Пикнометрический метод определения плотности. Минск: ИПК Издательство стандартов, 2003. 18 с.

5. Фарзане Н.Г., Илясов Л.В. Технологические измерения и приборы. М.: Высшая школа,1989. 456 с.

6. Лопатин С.С., Пфайффер Х. Датчики предельного уровня для жидкостей. Физические принципы работы и возможности вибрационных датчиков // Технические средства автоматизации. 2004, № 12. С. 24–29.

7. Соломичев Р.И., Слонько А.Н. // Оценка физико-химических параметров природного газа акустическим способом // Сфера. Нефть и Газ. 2019. № 4(72). С. 46–51.

8. ГОСТ 5962-2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия. М.: Стандартинформ, 2014. 9 с.

9. ГОСТ 8.024-2002 Государственная поверочная схема для средств измерений плотности. Минск: ИПК Издательство стандартов, 2003. 10 с.

УДК 53.089.68
ГРНТИ 90.03.19

Некоторые вопросы применения концепции прослеживаемости при определении механических свойств металлов при статическом растяжении с использованием стандартного образца ГСО 11854-2021

Матвеева И. Н., Толмачев В. В., Забелина А. А.

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: sertif@uniim.ru

Аннотация: Представлено использование концепции прослеживаемости результатов измерений характеристик механических свойств металлов при статическом растяжении к стандартному образцу механических свойств стали марки 20 утвержденного типа ГСО 11854-2021, разработанного УНИИМ-филиалом ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева».

Ключевые слова: механические свойства, статическое растяжение, метрологическая прослеживаемость, стандартный образец

Существующий подход, обсуждаемый в [1-3], к расчету неопределенности результатов измерений механических свойств металлов предполагает составление бюджета неопределенности только на основании данных о прослеживаемости величин, входящих в уравнение измерений, к единицам силы и длины. В [4-6] характеристики механических свойств классифицируются как эмпирические (методзависимые), и для контроля правильности применения метода испытания (например, при изменении скорости деформации) в лаборатории и обеспечения прослеживаемости характеристик механических свойств необходимо использование стандартного образца.

Использование стандартного образца механических свойств стали марки 20 ГСО 11854-2021, разработанного УНИИМ-филиалом ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева», как основы для сравнения и прослеживаемости результата, при оценивании неопределенности результатов испытаний на статическое растяжение приводит к необходимости учета систематической составляющей лаборатории при расчете неопределенности результатов испытания или как поправки, или как вклада в суммарную стандартную неопределенность.

В основу оценки неопределенности результатов измерений механических свойств положен модельный подход по ГОСТ Р ИСО 21748, в соответствии с которым статистическая модель результата измерения временного сопротивления описана уравнением:

$$\sigma_в = \sigma + \xi_{\sigma_в} + \sum c_i x_i' + g_в + e_{\sigma_в}\ , \qquad (1)$$

где $\sigma_в$ – результат измерений, относительно которого предполагается, что он может быть вычислен по соответствующей функции ($\sigma_в = \frac{P_в}{F_0}$, $P_в$ – максимальное усилие, предшествующее разрыву образца, F_0- начальная площадь поперечного сечения); σ – (неизвестное) математическое ожидание идеальных результатов; $\xi_{\sigma_в}$ – смещение, обусловленное прослеживаемостью; x_i' – отклонение от номинального значения x_i; c_i – коэффициент чувствительности, равный $\frac{\partial \sigma_в}{\partial x_i}$; $g_в$ – округление результата измерений по ГОСТ 1497; $e_{\sigma_в}$ – случайная составляющая неопределенности измерений в условиях повторяемости.

При анализе бюджета неопределенности, составленного для уравнения (1), было выделено 4 равноценных вклада в суммарную стандартную неопределенность:

- от начального диаметра образца;
- от округления результата;

- прослеживаемость к стандартному образцу;
- случайная составляющая измерений в условиях повторяемости.

Неопределенность, соответствующая смещению $\xi_{\sigma_в}$, обусловленному прослеживаемостью, задается уравнением:

$$u^2(\xi_{\sigma_в}) = u^2(\sigma_{в\ ГСО}) + \frac{(\sigma_{в\ ГСО} - \bar{\sigma}_в)^2}{2}, \quad (2)$$

где $u^2(\sigma_{в\ ГСО})$ - неопределенность, соответствующая паспортному значению $\sigma_{в\ ГСО}$, используемому для оценки правильности.

Вклад от прослеживаемости к стандартному образцу включает в себя 2 основных источника неопределенности:

- систематическая составляющая, связанная с реализацией методики испытаний в лаборатории, в том числе за счет алгоритмов программного обеспечения разрывной машины,
- неоднородность материала стандартного образца.

В качестве основных влияющих факторов при реализации методики испытаний в лаборатории выделены:

- подготовительные операции перед началом испытаний (обнуление датчиков силы, датчиков деформации, способ закрепления образцов, величина предварительного нагружения),
- задаваемые условия испытания (скорость деформирования или скорость нагружения),
- ошибки в расчетах, в том числе в алгоритмах встроенного программного обеспечения.

Использование стандартного образца утвержденного типа как основы для сравнения является одним из основных инструментов обеспечения прослеживаемости и контроля точности результатов испытаний на статическое растяжение. Подход, основанный на составлении бюджета неопределенности для уравнения измерения (1), позволит лабораториям проводить надлежащую оценку неопределенности результатов испытаний на статическое растяжение, с учетом совокупного эффекта от всех источников неопределенности, включая смещение, обусловленное прослеживаемостью. Авторы считают, что приведенные теоретические принципы и алгоритмы расчетов могут быть использованы аккредитованными лабораториями при оценке неопределенности согласно требованию п.7.6 ГОСТ ISO/IEC 17025-2019.

ЛИТЕРАТУРА

1. Adamczak S., Bochnia J., Kundera C. Stress and strain measurements in static tensile tests // Metrology and measurement systems. 2012. Vol. XIX, no. 3. P. 531–540. https://doi.org/10.2478/V10178-012-0046-3
2. Czichos H., Saito T., Smith L. Springer handbook of metrology and testing. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2011. 1229 p. https://doi.org/10.1007/978-3-642-16641-9
3. Aydemir B., Cal B. Quality of material tensile test // 5 International Quality Conference, 20 May 2011, Center for Quality, Faculty of Mechanical Engineering, University of Kragujevac, p.331–336.
4. Establishment of traceability in the measurement of the mechanical properties of materials / G. Bahng [et al.] // Metrologia. 2010. Vol. 47, no. 2. P. S32–S40. https://doi.org/10.1088/0026-1394/47/2/S04
5. Metrological traceability of the measured values of properties of engineering materials / G. Roebben [et al.] // Metrologia. 2010. Vol. 47, no. 2. P. S23–S31. https://doi.org/10.1088/0026-1394/47/2/S03
6. Bahng G. W., Cho S. J., Lee H. M. A technical approach to establish traceability in materials metrology // Journal of Metrology Society of India. 2007. Vol. 22. no. 3. P. 145–151.
7. ГСО 11854-2021 Стандартный образец механических свойств стали марки 20 // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1395637
8. ГОСТ Р ИСО 21748-2021 Статистические методы. Руководство по использованию оценок повторяемости, воспроизводимости и правильности при оценке неопределенности измерений. М.: Российский институт стандартизации, 2021. С. 36.
9. ГОСТ 1497-84 Металлы. Методы испытаний на растяжение. М.: Стандартинформ, 2008. С. 28.

УДК 006.9:006.91
ГРНТИ 90.01.11:90.03.37:90.21.33

Государственная служба стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов. Задачи, деятельность и направления развития

Медведевских С. В.[1], Собина Е. П.[2], Кремлева О. Н.[2]

[1]ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И.Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия, e-mail: s.v.medvedevskih@vniim.ru

[2]Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И.Менделеева», г. Екатеринбург, Россия, e-mail: sobina_egor@uniim.ru, kremleva@uniim.ru

Аннотация: На современном этапе развития метрологии для обеспечения высокого уровня качества физико-химических измерений необходимо применение средств передачи единиц величин с установленными показателями метрологической прослеживаемости - стандартных образцов. Создание и увеличение номенклатуры национальных стандартных образцов, является одной из приоритетных задач, обеспечивающих «метрологический суверенитет» государства.

В Российской Федерации в качестве национальной инфраструктуры для решения научно-технических, организационно-методических задач, связанных с разработкой, производством и применением стандартных образцов, используемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, выступает Государственная служба стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов (ГССО).

В докладе приведены основные исторические этапы развития ГССО, приведена информация о задачах ГССО и состоянии Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений (ФИФ ОЕИ), содержащего сведения об утвержденных типах стандартных образцов, рассмотрены вопросы международного признания стандартных образцов, представлены основные задачи ГССО в современный период.

Ключевые слова: стандартные образцы, обеспечение единства измерений, государственная служба стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов, федеральный информационный фонд, метрологическая прослеживаемость

В России деятельность по стандартным образцам (далее - СО) зарождалась в начале 20-го века на Урале, где была проведена первая официальная регистрация типов стандартных образцов. В дальнейшем разработкой и производством СО занимались предприятия и организации из разных регионов страны для различных отраслей хозяйственной деятельности, имеющих потребность обеспечения единства физико-химических измерений на основе применения эффективных и мобильных средств передачи единиц величин в виде СО состава и свойств веществ и материалов.

Период становления деятельности по СО, помимо расширения номенклатуры СО, можно охарактеризовать и упорядочиванием соответствующей организационной деятельности на государственном уровне. Это привело к принятию решения об организации Государственной службы стандартных образцов для координации деятельности Госстандарта СССР и других учреждений в области разработок, аттестации и применения СО.

В 1966 г. в составе Свердловского филиала ВНИИ метрологии имени Д.И. Менделеева был образован Всесоюзный научно-исследовательский центр Государственной службы стандартных образцов (ВНИЦ ГССО).

Сегодня функции Научного методического центра ГССО возложены на ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И.Менделеева», уральский филиал которого – УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» (далее - УНИИМ), осуществляет деятельность в качестве рабочего аппарата НМЦ ГССО.

Основной функцией Научного методического центра ГССО является научное и методическое сопровождение деятельности ГССО, обеспечение бесперебойной организации и выполнения работ, связанных с деятельностью ГССО в целом и производством СО в частности, а также постоянное связующее взаимодействие с Росстандартом и производителями СО.

Деятельность федеральных органов исполнительной власти и организаций по обеспечению потребностей государства в стандартных образцах состава и свойств веществ и материалов (далее - стандартные образцы), которые в совокупности составляют систему Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов регламентируется современным законодательством Российской Федерации в области обеспечения единства измерений, возлагающим на ГССО решение следующих основных задач:

1) разработка, испытание и внедрение СО, предназначенных для воспроизведения, хранения и передачи характеристик состава или свойств веществ и материалов, выраженных в значениях единиц величин, допущенных к применению в Российской Федерации;

2) анализ и прогнозирование потребностей в СО, разработка программ создания СО;

3) разработка технических и методических документов, устанавливающих применение СО в промышленном производстве и научно-технической деятельности;

4) ведение разделов Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, содержащих сведения об утвержденных типах СО, нормативные правовые акты Российской Федерации, нормативные и технические документы по вопросам разработки, испытаний и применения СО;

5) участие в международном сотрудничестве по вопросам разработки, испытания и внедрения СО.

Создание новых утвержденных типов СО в РФ

Аналитической и регистрационной основой деятельности ГССО является Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (ФИФ ОЕИ), в котором раздел «Утвержденные типы СО» ведет УНИИМ. Также УНИИМ несет ответственность и является хранителем документарного фонда утвержденных типов СО с самого начала деятельности ГССО. За весь период деятельности ГССО зарегистрировано более 12 тысяч утвержденных типов СО. Из них на сегодняшний момент действующих типов СО около 4,5 тысяч. Следует отметить, что на протяжении последнего десятилетия эта цифра остается почти неизменной, за счет стабильной динамики создания новых типов СО, взамен типов, попавших в категорию «недействующие», по причине окончания срока годности СО единичного выпуска или срока действия типа СО.

Более 200 организаций РФ занимаются производством СО утвержденных типов. Производители СО – это научно-исследовательские организации, включая метрологические институты, предприятия различных форм собственности, представители крупного бизнеса и малого и среднего предпринимательства. Для многих организаций производство СО является основной коммерческой деятельностью организации в целом или ее отдельного подразделения, приносящей стабильный доход. За последнее пятилетие впервые появились организации, в производственных масштабах внедрившие создание и производство СО, предназначенных для фармацевтического производства и нужд экспертной криминалистики.

Создание новых типов СО, в том числе в целях импортозамещения, в настоящий момент является приоритетной задачей. При анализе сведений об утвержденных типов СО РФ видно, что менее 2 % от общего количества действующих утвержденных типов СО являются СО зарубежного выпуска. Но видимые цифры не исключают глобальной проблемы использования импортных составляющих в качестве исходных материалов, субстанций и основных реактивов, применяемых при производстве утвержденных типов СО.

Производители СО, не останавливая процесс производства, должны за короткий срок обеспечить замену импортных составляющих или создать новые необходимые логистические и производственные цепочки, внести, при необходимости соответствующие изменения в документацию, опробовать влияние заменяемых материалов на конечные метрологические характеристики СО без ухудшения качества продукции.

Не стоит забывать и бесперебойном производстве уже утвержденных типов СО. Производители СО должны иметь производственные мощности для создания СО уже утвержденных типов. Утверждение типа СО и внесение сведений о СО в соответствующий раздел ФИФ ОЕИ накладывает немалую ответственность на производителя СО в понимании того, что необходимо организовать и обеспечивать заявленными типами СО потребителя.

В современных реалиях на рынок потребления СО существенное влияние оказывает, помимо качества производимых СО, факт наличия достоверной демонстрации метрологической прослеживаемости к эталонам единиц величин. За последнее время существенно возросло со стороны производителей СО понимание значимости и необходимости применения государственной эталонной базы в достоверном обеспечении метрологической прослеживаемости при проведении испытаний СО в целях утверждения типа. Как следствие последние годы предпочтение отдавалась характеризации СО с использованием эталонов, однако, учитывая новые вызовы, связанные с ограничениями по поставке импортных СО, выполнение разработки широкой номенклатуры СО с использованием только эталонов может быть затруднено. В связи с этим для быстрого обеспечения импортозамещения стандартных образцов вновь может потребоваться расширение возможности использования межлабораторного эксперимента с ограниченным кругом лабораторий, имеющих большой опыт, с подтверждением аттестованных значений СО с использованием эталонов, чтобы не потерять в качестве выпускаемых СО.

Методическая основа деятельности по созданию СО в РФ

Основной задачей, стоящей перед ГССО и НМЦ ГССО является методическое обеспечение непрерывности функционирования производителей СО и взаимодействие с регуляторными органами в части законодательной метрологии. Конкретизация, методическая помощь, разработка документов в области стандартизации, участие в разработке законодательных документов, информирование о положениях и требованиях нормативных правовых актов, решений органов исполнительной власти и другие задачи, связанные с выходом в обращение на рынок, является полем деятельности НМЦ ГССО.

Одна из основных задач сегодняшнего дня – проведение масштабной актуализации документов в области стандартизации в части деятельности по СО, путем пересмотра, отмены действующих стандартов, а также разработки новых стандартов при необходимости. В частности, конкретизация подходов к обеспечению метрологической прослеживаемости аттестованных значений СО с применением эталонов единиц величин, а также развитие методов математического моделирования процессов измерений и статистических методов обработки результатов измерений, показало необходимость пересмотра привычных алгоритмов оценки метрологических характеристик СО при характеризации, представленных в действующих документах в области стандартизации.

Международное сотрудничество в части деятельности по СО

Немаловажную роль в деятельности по СО несет международное сотрудничество. Измерительные возможности государственных эталонов единиц величин, хранимых в национальных метрологических институтах разных стран, подтверждаются через систему ключевых сличений с подтверждением и внесением данных в базу данных Международного бюро мер и весов. Нередко, в особенности в области физико-химических измерений, сличения эталонов реализуются через применение СО различных государств. Работы в области СО, их

создания, производства и применения, формирования общепризнанных международных нормативных документов, а также практической организации международного сотрудничества по вопросам СО возникли практически одновременно в разных международных организациях. С 1975 г. НМЦ ГССО активно взаимодействует с основными международными и межгосударственными организациями, осуществляющими деятельность по СО. В современных реалиях основное международное сотрудничество НМЦ ГССО обозначено следующими взаимодействиями:

- Международная организация законодательной метрологии (МОЗМ) – ведение секретариата Подкомитета 3 «Стандартные образцы», разработчик одного действующего документа и одного документа в проекте по законодательной метрологии;

- Евро-Азиатское сотрудничество государственных метрологических учреждений (КООМЕТ) – ведение секретариата Технического Комитета 1.12 «Стандартные образцы», разработчик более 10 документов в части деятельности КООМЕТ, связанной с тематикой СО;

- Международная организация по стандартизации (ИСО), Технический комитет 334 «Стандартные образцы» - специалисты УНИИМ являются экспертами, представляющими интересы органа по стандартизации Российской Федерации;

- Межгосударственный Совет по стандартизации, метрологии и сертификации (МГС) – ведение секретариата Рабочей группы по стандартным образцам Научно-технической комиссии по метрологии МГС, разработчик основополагающих межгосударственных стандартов, рекомендаций, правил, участник разработки нормативных правовых документов МГС по тематике СО. Отдельно стоит обозначить работы по признанию национальных СО стран-участников в качестве межгосударственных СО (МСО). За последний год виден заметный интерес производителей СО к признанию собственных СО в категории МСО, что позволяет импортерам применять такие СО в своих странах без проведения дополнительных законодательных процедур признания или утверждения.

Основные задачи ГССО в современный период

Представляется актуальным решение следующих основных задач ГССО на ближайший период.

1) Обеспечение метрологической прослеживаемости аттестованных значений СО при производстве СО действующих типов, разработках и испытаниях в целях утверждения типа новых СО с учетом развития эталонной базы РФ.

2) Анализ и актуализация действующего комплекса документов по стандартизации в области СО.

3) Совершенствование системы и деятельности ГССО с целью уменьшение сроков постановки на производство новых типов СО и обеспечения предприятий и организаций, требуемым объемом СО действующих типов на основе регулярного мониторинга потребностей и возможностей производства СО в РФ, при безусловном соблюдении действующих в РФ обязательных метрологических требований.

УДК 665.58
ГРНТИ 90.29.00

Поиск стандартных образцов утвержденных типов для обеспечения контроля косметической продукции на предмет запрещенных веществ

Мельник Е. А.[1,2], Сысолятина А. А.[2]

[1] Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: ea-melnik@mail.ru

[2] ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»,
г. Екатеринбург, Россия

Аннотация: проведен поиск и анализ стандартных образцов утвержденных типов на предмет метрологического обеспечения процедур контроля косметической продукции в отношении запрещенных веществ согласно ТР ТС 009/2011 ТС «О безопасности парфюмерно-косметической продукции».

Ключевые слова: стандартные образцы, федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, технический регламент, косметическая продукция

Спрос на косметическую продукцию во всем мире с каждым годом увеличивается, что приводит к расширению номенклатуры косметических препаратов, а также появлению новых косметических компаний. С ростом конкуренции на рынке компании-разработчики стараются сделать свой продукт конкурентоспособным путем увеличения значений эстетических показателей качества или срока годности. Создание продукции с данными параметрами возможно реализовать только при использовании различных добавок (красителей, ароматизаторов, антиокислителей, стабилизаторов). Поэтому вопрос контроля состава косметических препаратов становится особо актуальным, поскольку качество и безопасность косметики, а в особенности косметики ежедневного ухода, сказывается прямым образом на здоровье человека [1,2]. Например, уже на протяжении многих лет ведется дискуссия о влиянии парабенов на жизнедеятельность организма [3]. Отсюда следует необходимость строгого контроля как готовой косметической продукции, так и степени очистки исходного сырья, чистоты применяемой тары, стабильности продукции (возможное образование побочных продуктов), условий хранения.

Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 009/2011ТС «О безопасности парфюмерно-косметической продукции» (далее – ТР) [4] устанавливает требования к продукции и на связанные с ней процессы производства, в целях защиты жизни и здоровья человека, охраны окружающей среды, а также предупреждения действий, вводящих в заблуждение потребителей относительно её назначения и безопасности. В настоящем регламенте установлен перечень веществ, которые запрещено использовать при производстве косметической продукции (см. Приложение 1 к ТР), включающий 1383 химических соединений. Следует отметить, что с 18 апреля 2023 года вступают в силу изменения к ТР [5], на основании которых список запрещенных веществ расширяется до 1680 позиций, причем большинство пунктов данного приложения представляют собой отдельные списки запрещенных веществ. При таком разнообразии табуированных материалов возникает необходимость разработки новых надежных и точных методов (методик) определения низких значений концентраций запрещенных веществ, что в последствии приведет к вопросу о разработке высокоточных стандартных образцов утвержденных типов.

В настоящей работе проведен анализ и поиск уже разработанных СО утвержденных типов для контроля и идентификации веществ, запрещенных к использованию в парфюмерно-косметической продукции.

На момент введения технического регламента в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (далее – ФИФ) насчитывалось порядка 55 типов СО, пригодных в использовании для метрологического обеспечения измерений, предусмотренных рассматриваемым регламентом. Тенденцию положительных испытаний стандартных образцов, отвечающих требованиям ТР, за последние 10 лет можно увидеть на рис. 1.

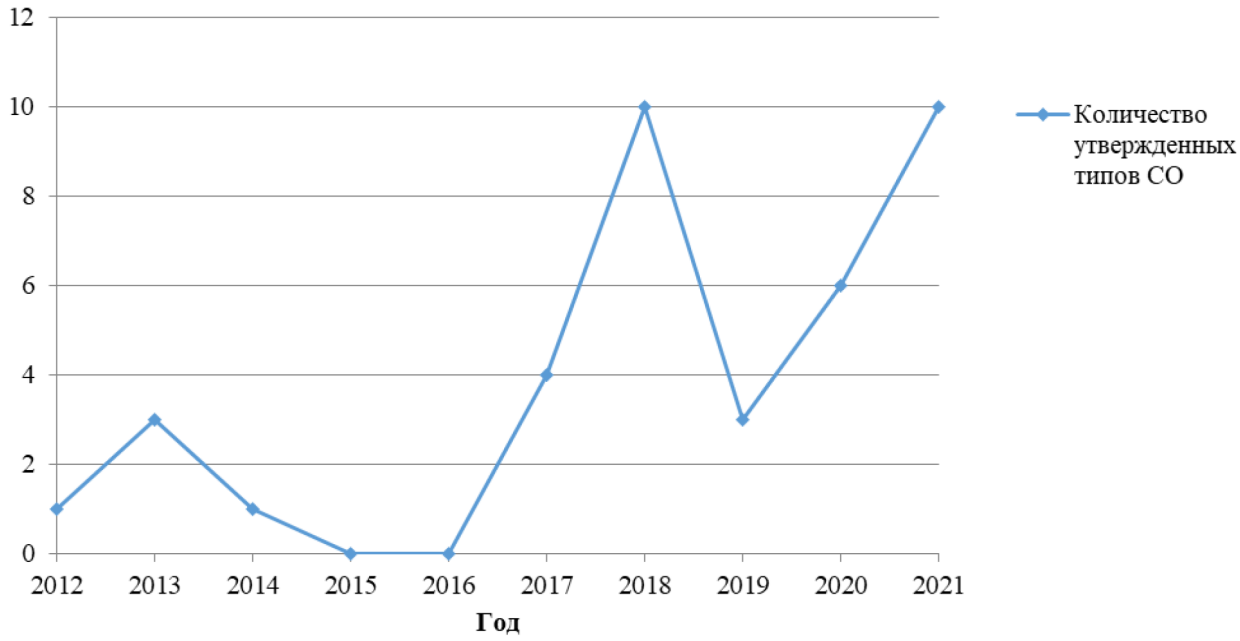


Рис. 1. Зависимость количества утвержденных типов СО пригодных для метрологического обеспечения процедур контроля косметической продукции от года утверждения типа СО

Стоит отметить, что важным остается контроль концентрации цветных и тяжелых металлов в косметических средствах, поскольку в производстве косметики используются минеральные пигменты. Превышение нормируемого значения концентрации тяжелых металлов приводит к серьезным проблемам со здоровьем [6,7,8]. За последние 10 лет производителями СО разработано порядка 20 новых типов СО состава растворов ионов металлов или СО состава высокочистых металлов. Разработчиками данных СО являются научные институты (УНИИМ - филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева», ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева», ФГУП «ВНИОФИ», ФГУП «ВНИИФТРИ»).

За последние 2 года реестр утвержденных типов пополнился СО состава фармацевтических субстанций (5 типов), представленных в приложении 1 ТР, а также разработано и утверждено еще 5 типов СО веществ, представленных в Единой конвенции о наркотических средствах 1961 года (приложение 1 ТР, № 395). Производителями данных СО являются ФГУП «МЭЗ» и ООО «НЦСО».

Следует учитывать, что разработка данных стандартных образцов является непростой метрологической задачей, поскольку все косметические препараты – это многокомпонентные системы, представляющие собой варьирующиеся в зависимости от состава матрицы. Тем не менее, мы видим постепенный прирост новых утвержденных типов СО, а также интерес к разработке СО для возможности контроля косметической продукции.

ЛИТЕРАТУРА

1. Human exposure to toxic elements through facial cosmetic products: Dermal risk assessment / A. Akhtar [et al.] // Regulatory toxicology and pharmacology. 2022. Vol. 131. P. 105145. https://doi.org/10.1016/j.yrtph.2022.105145
2. Arshad H., Mehmood M. Z., Shah M. H. et al. Evaluation of heavy metals in cosmetic products and their health risk assessment // Saudi pharmaceutical journal. 2020. Vol. 28. I. 7. P. 779–790. https://doi.org/10.1016/j.jsps.2020.05.006

3. Nowak K., Jabłońska E., Ratajczak-Wrona W. Controversy around parabens: Alternative strategies for preservative use in cosmetics and personal care products // Environmental research. 2021. Vol. 198. P. 110488. https://doi.org/10.1016/j.envres.2020.110488
4.. О принятии технического регламента Таможенного союза "О безопасности парфюмерно-косметической продукции» вместе с "ТР ТС 009/2011. Технический регламент Таможенного союза. О безопасности парфюмерно-косметической продукции"): Решение комиссии Таможенного союза от 23 сентября 2011 г. № 799 (ред. от 18.08.2015, с изм. от 02.12.2015).
5. О внесении изменений в технический регламент Таможенного союза «О безопасности парфюмерно-косметической продукции» ТР ТС 009/2011 // Совет Евразийской экономической комиссии: официальный сайт. 2022. URL: https://eec.eaeunion.org/news/izmenilis-trebovaniya-k-sostavu-parfyumerno-kosmeticheskoy-produktsii/ (дата обращения: 30.07.2022).
6. Munir A., Hayyat M.U., Shahzad L. et al. Assessment of heavy metals concentrations in commercially available lipsticks in Pakistan // Environmental forensics. 2020. Vol. 21. I. 3-4 P. 259–266. https://doi.org/10.1080/15275922.2020.1771632
7. Ababneh F., Al-Momani I. Assessments of toxic heavy metals contamination in cosmetic products Environmental Forensics. 2018. Vol. 19. I. 2. P. 134–142. https://doi.org/10.1080/15275922.2018.1448908
8. Investigation and probabilistic health risk assessment of trace elements in good sale lip cosmetics crawled by Python from Chinese e-commerce market / Y. Li [et al.] // Journal of hazardous materials. 2021. Vol. 405. P. 124279. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.124279

УДК 53.089.68:519.2
ГРНТИ 90.29.25:83.03.51

О стабильности стандартных образцов

Мигаль П. В.[1], Собина Е. П.[1], Аронов П. М.[1], Кремлева О. Н.[1],
Фирсанов В. А.[1], Медведевских С. В.[2]

[1] Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: mig@uniim.ru

[2] ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»,
г. Санкт-Петербург, Россия

Ключевые слова: стандартная неопределенность от нестабильности, стабильность стандартного образца, стандартный образец

Стандартные образцы в большинстве случаев являются средством хранения и передачи единицы величины при поверке и калибровке средств измерений состава и свойств веществ, т.е. выполняют функции эталонов. Очевидно, что для передачи единицы величины, хранимой стандартным образцом, необходимо принимать во внимание неопределенность значения этой величины. Одним из источников, зачастую вносящих существенный вклад в неопределенность аттестованного значения стандартного образца, является его стабильность во времени. С 2003 года в Российской Федерации введена в действие рекомендация по оцениванию характеристики стабильности стандартных образов Р 50.2.031-2003 [1]. Но за прошедшие 20 лет с учетом развития практики создания стандартных образцов, усовершенствования математических подходов к описанию характеристик стандартного образца, вышеуказанная рекомендация несколько устарела и в настоящее время некоторые подходы, описанные в Р 50.2.031, не вполне согласуются с международной практикой, основанной на применении подходов, описанных в ISO Guide 35 [2].

В настоящей работе приведены сравнительные характеристики указанных подходов по оценке стабильности стандартных образцов и описаны предполагаемые изменения в Р 50.2.031. Предложена математическая модель и, что особенно значимо, подробный алгоритм действий производителя стандартных образцов, проводимых при оценке стандартной неопределенности от неоднородности, а также для установления оптимального срока годности стандартного образца. Рассмотрены подходы к оцениванию неопределенности от нестабильности в случаях отсутствия и наличия значимого тренда аттестованной характеристики стандартного образца во времени.

ЛИТЕРАТУРА

1. Р 50.2.031-2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Методика оценивания характеристики стабильности. ИПК Издательство стандартов, 2004. 12 с.
2. ISO Guide 35:2017 Reference materials — Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability // ISO [website]. URL: https://www.iso.org/ru/standard/60281.html

УДК 53.089.68
ГРНТИ 90.29.25:90.03.19

О потребности в метрологическом обеспечении в области изотермической калориметрии титрования

Мишина К. А., Корчагина Е. Н.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия, e-mail: k.a.mishina@vniim.ru

Аннотация: В данной работе приведен обзор текущего состояния метрологического обеспечения в области изотермической калориметрии титрования, рассмотрена проблематика существующих подходов и обозначены возможные пути решения. На основании полученных выводов были поставлены цели и задачи научно-исследовательской работы по совершенствованию ГЭТ 133.

Ключевые слова: изотермическая калориметрия титрования, неопределенность, химическая калибровка ИКТ, стандартные образцы, Государственный первичный эталон

С 90-х годов изотермическая калориметрия титрования (ИКТ) широко применяется как метод определения тепловых эффектов реакций в химических, медицинских и биологических исследованиях. Более 500 публикаций в год основаны на экспериментальных данных ИТК, поэтому большой интерес вызывает вопрос обеспечения качества, достоверности и единства измерений. Установлено, что в этой области наблюдается недостаток метрологических процедур и инструментов, несмотря на внимание, уделяемое данной проблеме и поиску путей ее решения. Данная работа сосредоточена на анализе и обзоре текущих и постановке перспективных исследовательских задач.

В ходе анализа была отмечена несогласованность результатов, полученных на различных моделях микрокалориметров титрования, и их несоответствие литературным данным [1]. Результаты межлабораторных сличений показали, что стандартное отклонение значения теплового эффекта реакции, полученного обработкой результатов участников, составило около 10-20 %, что значительно превысило оценки точности, заявленные лабораториями [2]. Некоторые исследователи [3,4] связывают такую изменчивость с различиями в исходных материалах и процедурах их подготовки, подчеркивают необходимость первичного стандарта, обладающего достаточной стабильностью и доступностью для пользователей.

Рекомендации IUPAC и производителей микрокалориметров предполагают необходимость проведения химической калибровки путем проведения стандартной реакции с использованием общедоступных химических веществ или тестовых наборов, предоставляемых производителем [5,6,7]. В отсутствие стандартных образцов для этих процедур, нет уверенности в однородности и стабильности применяемых веществ. Также возникает вопрос, каким образом образцу присвоено приписанное значение и его неопределенность. Зачастую информация о способе установления этого значения, его прослеживаемости, методах обработки и получения исходных данных отсутствует. Следует отметить, что результаты из литературных источников можно применять в качестве референтных значений с некоторой осторожностью, поскольку ранее полученные результаты могли быть подвержены систематическим эффектам и представлены с существенно заниженной неопределенностью, например, по причине того, что не были учтены важные составляющие, такие как концентрация титранта [1,3,4,5,8].

Для изучения этих вопросов лабораторией калориметрии ВНИИМ было начато совершенствование ГПСЭ единицы количества теплоты в области калориметрии растворения и реакций ГЭТ 133 с целью расширения его функциональных возможностей и диапазона измерений. Для достижения этой цели изготовлен эталонный микрокалориметр, и к концу

2022 г. будут завершены исследование его характеристик и оценка неопределенности. В перспективе планируется разработка процедур калибровки, исследования веществ-кандидатов для создания стандартных образцов и уточнение значений тепловых эффектов стандартных реакций.

ЛИТЕРАТУРА

1. Titration calorimetry standards and the precision of isothermal titration calorimetry data / L. Baranauskiene [et al.] // International Journal of Molecular Sciences. 2009. Vol. 10. no. 6. P. 2752–2762. https://doi.org/10.3390/ijms10062752
2. The ABRF-MIRG'02 study: assembly state, thermodynamic, and kinetic analysis of an enzyme/inhibitor interaction / D. G. Myszka [et al.] //Journal of Biomolecular Techniques. 2003. Vol. 14. no. 4. P. 247–269.
3. Calibration of nanowatt isothermal titration calorimeters with overflow reaction vessels / N.A. Demarse [et al.] // Analytical Biochemistry. 2011. Vol. 417, no. 2. P. 247–255. https://doi.org/10.1016/j.ab.2011.06.014
4. A multi-laboratory benchmark study of isothermal titration calorimetry (ITC) using Ca^{2+} and Mg^{2+} binding to EDTA / A. Velazquez‑Campoy [et al.] // European Biophysics Journal. 2021. Vol. 50, no. 3-4. P. 429-451. https://doi.org/10.1007/s00249-021-01523-7
5. Evaluation and minimization of uncertainty in ITC binding measurements: heat error, concentration error, saturation, and stoichiometry / S.A. Kantonen [et al.] // Biochimica et Biophysica Acta. 2017. Vol. 1861, no. 2. P. 485–498. https://doi.org/10.1016/j.bbagen.2016.09.002
6. Wadsö I., Goldberg R.N. Standards in isothermal microcalorimetry (IUPAC Technical Report) // Pure and applied chemistry. 2001. Vol. 73, no. 10. P. 1625–1639. https://doi.org/10.1351/pac200173101625
7. The Ca2+–EDTA chelation as standard reaction to validate Isothermal Titration Calorimeter measurements (ITC) / C. Ràfols [et. al.] // Talanta. 2016. Vol. 154. P. 354-359. https://doi.org/ 10.1016/j.talanta.2016.03.075
8. Bayesian analysis of isothermal titration calorimetry for binding thermodynamics / T.H. Nguyen [et al.] // PLoS ONE, 2018. Vol. 13, no. 9. P. 1–26. https://doi.org/10.1371/journal.pone.0203224

УДК 006.91:573.6
ГРНТИ 90.29.25:90.27.39

Стандартные образцы как средства метрологического обеспечения достоверности идентификации качественных свойств биологических субстанций

Морозова В. В.[1, 2], Кулябина Е. В.[1], Морозов В. Ю.[3]

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

[2] Fresno State University, USA, California, Fresno

3 АО «Волга», г. Балахна, Россия

Аннотация: Понятие «значения» свойства стандартного образца включают в себя как «размер» свойства, так и «номинальное свойство» (nominal property) или такой «качественный признак», как идентичность или последовательность. Неопределенность таких качественных свойств могут быть выражены как вероятности или уровни доверия [1-6]. Стандартные образцы качественных свойств представляют большой интерес в качестве средств метрологического обеспечения достоверности идентификации качественных свойств биологических субстанций, к которым в том числе относятся последовательность нуклеотидов ДНК (гены) человека.

Ключевые слова: номинальные свойства**,** качественные свойства, стандартные образцы качественных свойств, метрологическая прослеживаемость качественных свойств, JCTLM, критерии оценки качества стандартных образцов качественных свойств

Роль стандартных образцов качественных свойств [7] в такой важной области как исследование и определение свойств молекул не менее важна, чем стандартных образцов количественных свойств. Принимая во внимание важность качественных свойств, JCTLM (Объединенный комитет по прослеживаемости в лабораторной медицине) и BIPM (Международное Бюро Мер и Весов) опубликовали критерии, касающиеся оценки качества стандартных образцов качественных свойств нуклеиновых кислот [2]. Предложенные критерии для проверки качества заявленных качественных свойств, в частности последовательности нуклеотидов ДНК номинированного АСО (аттестованного стандартного образца) на основе нуклеиновых кислот в базу данных JCTLM, должны использоваться в дополнение к документу [8]. Такие стандартные образцы, в том числе, необходимы для разработки и валидации методов и методик измерений, ежедневного контроля качества и в качестве тестовых образцов для внешней и внутренней оценки качества работы лаборатории.

Для того чтобы говорить о возможности построения цепи метрологической прослеживаемости результатов измерений/испытаний качественных свойств биологических субстанций с применением стандартных образцов, необходимо привлечь в рассмотрение соответствия в терминологии прослеживаемости качественных и количественных свойств. Речь пойдет об определениях, относящихся к методам передачи значений качественных свойств по иерархии от основы для сравнения, каковой может являться принятая по договоренности константа или международная методика, или первичная методика испытаний.

Позиция Комитета по стандартным образцам Международной организации по стандартизации (ISO REMCO), также созвучна вышеозначенному мнению применительно к понятию стандартного образца – «Понятие значение (аттестованного стандартного образца) включает в себя качественные атрибуты, такие как идентичность или последовательность. Неопределенности для таких атрибутов могут быть выражены как вероятности» [2].

Также хотелось бы привести определение из ГОСТ ISO Guide 30. Это определение сертифицированного стандартного образца (п.2.1.2): «ССО (certified reference material; CRM) – это стандартный образец, одно или несколько определенных свойств которого установлены

метрологически обоснованной процедурой, сопровождаемый сертификатом стандартного образца, в котором приведено значение этого свойства, связанная с ним неопределенность, и утверждение о метрологической прослеживаемости» [1].

Заслуживает внимания в данном случае примечание, которое говорит о том, что «Понятие значения включает также номинальное свойство или такой качественный признак, как идентичность или последовательность. Неопределенности для таких признаков могут быть выражены как вероятности или уровни доверия».

В случае рассмотрения качественного свойства – последовательности нуклеотидов ДНК – метрологическая прослеживаемость значений обеспечивается до достоверно идентифицированных отдельных нуклеотидов – не до единицы Международной системы единиц (SI), но до международно признанной эталонной единицы [2]. В рассмотрение стоит привлечь подходы к построению цепей метрологической прослеживаемости, изложенные в ГОСТ Р ИСО 17511 [9].

Такой же понятийный аппарат и разработанные ГСО уже были описаны в работах [3-6]. Так что проведение аналогичных исследований и создание стандартных образцов качественных свойств, описанных в данной работе, опираются «на плечи гигантов».

Необходимо отметить, что в настоящее время вопрос об утверждении ГСО качественных свойств (в том числе и последовательности нуклеотидов) пока не решен, что приводит к необходимости вносить такие стандартные образцы по допускаемым аттестованным характеристикам – массовым долям нуклеотидов (%) и массовой концентрации. В то же время именно основная характеристика – последовательность нуклеотидов РНК или ДНК не может быть указана в качестве аттестованной характеристики при утверждении стандартного образца. Удается включать последовательность нуклеотидов в описание типа СО в качестве лишь дополнительной характеристики, благодаря тому, что массовая доля каждого нуклеотида вычисляется посредством анализа последовательности нуклеотидов [10].

Создание стандартных образцов качественных свойств биологических субстанций позволят обеспечить метрологическую прослеживаемость результатов измерений/испытаний их характеристик, калибровку средств измерений, применяемых в биоанализе [11], повысить уровень доверия людей к результатам идентификации продуктов питания, вирусов, личности [12].

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ ISO Guide 30-2019 Стандартные образцы. Некоторые термины и определения. М.: Стандартинформ, 2019. 15 с.

2. JCTML-EC-07 Annex II. JCTLM NA RT 9/12/08 1. JCTLM WGI. Nucleic acid review team: Criteria to assess the quality of nominated nucleic acid reference materials with stated nominal properties. 2003.

3. Выбор эталона для определения нуклеотидных последовательностей молекул ДНК / С.С. Голубев [и др.] // Измерительная техника. 2011. № 12. С. 45–47.

4. Метрологическое обеспечение секвенирования молекул ДНК / С.С. Голубев [и др.] // Измерительная техника. 2012. № 3. С. 64–68.

5. Стандартный образец нуклеотидной последовательности ДНК / С.С. Голубев [и др.] // Законодательная и прикладная метрология. 2013. Т. 124, № 3. С. 15–21.

6. Метрологическое обеспечение амплификаторов полимеразной цепной реакции реального времени / Кудеяров Ю.А. [и др.] // Измерительная техника. 2014. № 1. С. 63-66. https://doi.org/10.1007/s11018-014-0414-3

7. Vocabulary on nominal property, examination, and related concepts for clinical laboratory sciences (IFCC-IUPAC Recommendations 2017) / Gunnar Nordin [et al.] // Pure and Applied Chemistry. 2018. Vol. 90, no. 5. P. 913–935. https://doi.org/10.1515/pac-2011-0613

8. JCTLM. Requesting and accepting nominations for Certified Reference Materials and Reference Measurement Methods/Procedures // BIPM. URL: https://www.bipm.org/documents/20126/2081407/DBWG-P-02A.pdf/b638b4dc-ed37-30a6-7df9-102e438fbd8d

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

10. Генетический анализатор Нанофор 05 в качестве средства измерений при секвенировании ДНК / А.А. Волков [и др.] // Измерительная техника. 2021. № 1. С. 60–65. https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-1-60-65
11. Кулябина Е.В., Кулябина Т.В. Применение государственных стандартных образцов и тестовых смесей для поверки и калибровки средств измерений, используемых в биологических исследованиях // Измерительная техника. 2013. № 12. С. 50–51. https://doi.org/10.1007/s11018-014-0395-2
12. Кулябина Е.В. Метрологическое обеспечение биологических и информационных технологий // Главный метролог. 2020. № 4(115). С. 62-67.

УДК 006.91:543.062
ГРНТИ 90.29.25

Сравнительный анализ однородности рудных золотосодержащих стандартных образцов элементного состава от мировых производителей

Мыца Д. Д.

ООО «ИнПроТех», г. Санкт-Петербург, Россия, e-mail: mytsa@enprotech.ru

Аннотация: доклад посвящён изучению проблемы однородности стандартных образцов элементного состава золотосодержащих руд от производителей мирового уровня. Доклад и публикуемые тезисы основаны на статье иностранных авторов, которая была переведена и адаптирована для русскоязычного слушателя/читателя.

Ключевые слова: стандартные образцы, элементный состав, золотосодержащие руды, однородность, контроль и обеспечение качества

Стандартные образцы, включенные в состав партий геологических проб, являются обязательным элементом контроля качества при определении концентрации золота в рудах в соответствии с требованиями ГОСТ/IEC [1,2,3]) и методиками измерения золота [4,5].

Очень мало информации опубликовано о степени однородности золотосодержащих рудных стандартных образцов элементного состава (далее «СО»), представленных на мировом рынке, а для них это – одно из ключевых свойств. Однородность СО отражает компетентность производителя устранить любые эффекты самородка [6] и предоставить гомогенный продукт, который при анализе обеспечит стабильный результат в определённых статистических пределах. Но насколько однородными являются СО золотосодержащих руд от производителей мирового уровня?

Существует независимое исследование [7], в котором оценена однородность золотосодержащих СО от мировых производителей на четырех выбранных уровнях концентрации золота — 0,5, 1, 3 и 9 (в граммах на тонну). Эти уровни типичны в условиях горной промышленности и исследованиях, а надежные данные контроля качества на этих уровнях концентраций золота очень важны.

Была произведена оценка четырех золоторудных СО от каждого из пяти производителей. СО были поставлены пятью производителями:

- African Mineral Standards (AMIS),
- CDN Resource Laboratories Ltd (CDN),
- Geostats Pty Ltd (GST),
- Ore Research and Exploration Pty Ltd (ORE),
- Rocklabs (RLB).

СО были отправлены в лабораторию Actlabs, Канада для тестирования однородности инструментальным нейтронно-активационным анализом (далее – «INAA»). Были предприняты определённые меры [7] [8], обеспечивающие уверенность, что результаты — истинное отражение самих СО и их однородности.

Относительное стандартное отклонение (далее «ОСО») используется в качестве стандартизированной меры дисперсии, которая указывает на точность или воспроизводимость анализа. Чем ниже ОСО, тем более повторяемым, точным или гомогенным является СО; и наоборот, чем выше ОСО, тем менее гомогенен СО.

Общее значение ОСО для каждого производителя было получено из отдельных ОСО по данным INAA навесок по 1 г. По увеличению значения ОСО (соответствующее уменьшению однородности), они варьируются от OREAS (1,61%) к Rocklabs (2,35%), к Geostats (3,09%), к CDN (9,70%), к AMIS (12,08%).

Несмотря на то, что все производители ссылаются на однородность своих СО [7], только один из них – OREAS – тестирует однородность СО и предоставляет эту информацию

в сертификатах анализа, демонстрируя крайне низкий уровень ОСО и, соответственно, очень высокую степень однородности и качество произведённого стандартного образца. CDN не предоставляет информацию об оценке однородности. Rocklabs, Geostats и AMIS ручаются за тестирование однородности, но не публикуют фактические результаты теста на однородность.

Описанное независимое исследование [8] демонстрирует, что есть широкий диапазон качества среди СО золотосодержащих руд и что однородность таких СО у большинства производителей варьируется между продуктами.

ЛИТЕРАТУРА

1. ISO/IEC 17025-2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: Стандартинформ, 2021. 32 с.
2. ОСТ 41-08-214-04 Стандарт отрасли. Управление качеством аналитических работ. Внутренний лабораторный контроль точности (правильности и прецизионности) результатов количественного химического анализа.
3. ОСТ 41-08-272-04 Стандарт отрасли. Управление качеством аналитических работ. Методы геологического контроля качества аналитических работ.
4. НСАМ № 497-ХС (редакция 2017 г.). Методика количественного химического анализа. Определение золота в горных породах, рудах и продуктах их переработки пробирным и пробирно-атомно-абсорбционным методами.
5. Методика № 505-Х. Определение золота и серебра пробирным методом в горных породах, рудах и продуктах их переработки. М.: ФГУП ВИМС, 2010. 19 с.
6. ГОСТ Р ИСО 17034–2021 Общие требования к компетентности производителей стандартных образцов. М.: Российский институт стандартизации, 2021.
7. Brand W. Gold Homogeneity in Certified Reference Materials; A Comparison of Five Manufacturers // EXPLORE. Number 169. December 2015.
8. Ingamells C.O., Switzer P. A proposed sampling constant for use in geochemical analysis // Talanta. 1973. Vol. 20. P. 547–568.

УДК 53.082.63
ГРНТИ 90.29.25

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

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

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И.Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: kazantsev@uniim.ru

Аннотация: В докладе представлены результаты исследования проведённого в целях расширения метрологического обеспечения в области измерений температуры и удельной энтальпии фазовых переходов металлов и солей металлов.

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

В настоящее время термический анализ (ТА) относится к числу наиболее динамично развивающихся методов исследования структуры и свойств веществ. Методы ТА активно используются в различных областях химии, особенно широкое распространение они получили при исследовании полимеров, композиционных материалов, используемых при высоких температурах и в фармацевтике.

Такие методы термического анализа как дифференциальный термический анализ (ДТА) и дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК) в настоящее время являются одними из наиболее совершенных и высокочувствительных методов фазового анализа гетерогенных систем. Они позволяют определять не только температуру и удельную энтальпию фазовых переходов, удельную теплоёмкость и её зависимость от термодинамических параметров, но и кинетические характеристики физико-химических процессов в условиях линейного изменения температуры.

Основным средством обеспечения единства измерений в ТА являются стандартные образцы (СО) таких теплофизических свойств, как температура и удельная энтальпия фазовых переходов. Во ФГУП "УНИИМ", а ныне УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» до 2022 года было разработано 9 типов государственных СО теплофизических свойств [1] из которых 5 СО (комплект СОТСФ) на основе галлия, индия, олова, цинка и сурьмы позволяли напрямую обеспечить передачу единицы температуры в диапазоне от 300 до 700 К, единицы удельной энтальпии фазовых переходов от 25 до 60 кДж/кг. В связи с расширением метрологических характеристик выпускаемых средств измерений (СИ) ТА возникла острая необходимость в их метрологическом обеспечении [2], что в конечном счёте было реализовано благодаря разработке набора СО СОТСФ-2, который имеет более широкий диапазон температуры – от 500 до 1400 К и более широкий диапазон удельной энтальпии фазовых переходов – от 10 до 400 кДж/кг. Исследования СО были проведены на Государственном первичном специальном эталоне ГЭТ 67, реализующим метод смешения [3], а также на приборе синхронного термического анализа. Набор СОТСФ-2 будет применён для метрологического обеспечения СИ ТА и контроля точности результатов измерений температуры и энтальпии фазовых переходов в металлах, солях металлов, оксидов металлов, полимерных материалов, органических и неорганических веществ. Также значимым дополнением является то, что СОТСФ-2 в отличие от СОТСФ состоит не только из высокочистых металлов с массовой долей основного вещества >99,99%, но и высокочистых солей металлов (>99,99%), что позволяет применять их в более широкой номенклатуре тиглей, которыми комплектуются приборы термического анализа (ТА). Набор СО состоит из 4-х металлов (висмут, алюминий, серебро, золото) в виде кусочков произвольной формы, фольги или проволоки и из 3-х солей металлов (сульфат серебра, хлорид цезия, карбонат бария) в

виде порошка. Прослеживаемость аттестованных значений температуры фазового перехода обеспечена к единице величины температура (°С), воспроизводимой Государственным первичным эталоном единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С ГЭТ 34, посредством применения при измерениях температуры фазового перехода стандартных образцов температур и теплот фазовых переходов (комплект СОТСФ) ГСО 2312-82/2316-82 и стандартного образца термодинамических свойств (хлористый калий) (СОТС-5) ГСО 1363-78. Прослеживаемость аттестованных значений удельной энтальпии фазовых переходов к единице величины удельная энтальпия (кДж/кг), воспроизводимой Государственным первичным специальным эталоном единиц удельной энтальпии и удельной теплоемкости твердых тел в диапазоне температур от 700 до 1800 К ГЭТ 67, обеспечивается проведением прямых измерений на ГЭТ 67. В соответствии с ГОСТ Р 8.872-2014 «Государственная поверочная схема для средств измерений удельной энтальпии и удельной теплоемкости твердых тел в диапазоне температуры от 700 до 1800 К» [4] СО будут выполнять роль рабочего эталона. Сопоставление характеристик разработанных СО с зарубежными СО [5] показывает, что аттестованные характеристики СО согласуются в пределах заявленных неопределенностей измерений. Разработана технология изготовления СО, удовлетворяющая требованиям заказчиков по форме и массе СО и обеспечивающая однородность и стабильность аттестованных характеристик.

ЛИТЕРАТУРА

1. Казанцев В.В., Черепанов В.И., Сенникова В.Н. Стандартные образцы теплофизических свойств твердых веществ и материалов // Стандартные образцы. 2014. № 1. С. 66–70.

2. Непомилуев А.М., Казанцев В.В., Шипицын А.П. Перспективы разработки стандартных образцов термодинамических свойств для метрологического обеспечения измерений в области термического анализа и калориметрии в Российской Федерации // Стандартные образцы. 2019. Т. 15, № 3. С. 15–22. https://doi.org/10.20915/2077-1177-2019-15-3-15-22

3. Казанцев В.В., Черепанов В.И., Сенникова В.Н., Аверкиев М.В. Государственный первичный специальный эталон единиц удельной энтальпии и удельной теплоёмкости твёрдых тел в диапазоне температур от 700 до 1800 К ГЭТ 67-2013 // Измерительная техника. 2015. № 2. С. 11–17.

4. ГОСТ Р 8.872-2014 ГСОЕИ. Государственная поверочная схема для средств измерений удельной энтальпии и удельной теплоёмкости твёрдых тел в диапазоне температуры от 700 до 1800 К. М.: Стандартинформ, 2014. 11 с.

5. Reference materials for calorimetry and differential thermal analysis / R. Sabbah [et al.] // Thermochimica acta 1999. Vol. 331. P. 93–204.

УДК 006.91:543+544
ГРНТИ 90.29.27

Использование сертифицированных стандартных образов в метрологической деятельности в соответствии с документами МОЗМ

Оганян Н. Г., Добровольский В. И.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений», г.п. Менделеево, Московская область, Россия, e-mail: mera@vniiftri.ru

Аннотация: Решающую роль в процессе обеспечения прослеживаемости измерений в аналитических лабораториях, как известно, выполняют образцы (references) в виде химических веществ, то есть стандартные образцы (СО). СО используются для поверки, калибровки, валидации методов, оценки неопределенности измерений, контроля качества и в учебных целях. Для обеспечения прослеживаемости результатов измерений необходимо использование сертифицированных стандартных образцов (ССО). Следовательно, без использования ССО в своих измерениях не могут обойтись такие области деятельности человека, как качество и безопасность продуктов питания, фармацевтической продукции, качество измерений в клинической диагностике, экологической безопасности и др. То есть, важные сферы государственного метрологического контроля и инспекции.

В настоящей работе проведен анализ ряда международных и российских документов, рекомендаций и стандартов относительно надлежащего использования стандартных образцов в сфере государственного метрологического контроля и инспекции. Согласно документам Международной организации по законодательной метрологии (МОЗМ) на используемые в данной сфере стандартные образцы, как и в случае со средствами измерений, необходимо установить в стране соответствующий государственный метрологический контроль и инспекцию. Авторы указали в статье основные критерии, на которые следует обратить внимание при разработке правовых требований в конкретной стране к используемым в сфере государственного метрологического контроля и инспекции сертифицированных стандартных образцов согласно рекомендациям МОЗМ. Также авторами предлагаются рычаги воздействия на производителей стандартных образцов в целях поддержания на высоком уровне качества поставляемой им продукции.

Ключевые слова: сертифицированный стандартный образец, производство ССО, утверждение типа ССО, экспертиза ССО, государственный метрологический контроль и инспекция, правовые требования, международные рекомендации

Каждая лаборатория, независимо от области деятельности, должна осознавать необходимость обеспечения качества своих результатов измерений. За последние десятилетия между специалистами разных стран было достигнуто соглашение относительно того что необходимо для достижения требуемого качества измерений [1-3]. Несомненно, отправной точкой является выбор надежного и проверенного метода. Но этого недостаточно для сопоставления результата, полученного в данной лаборатории, с результатами, полученными в других лабораториях. Для обеспечения сопоставимости результатов необходимо также обеспечить метрологическую прослеживаемость этих измерений [1, 4]. В этом вопросе решающую роль в аналитических лабораториях, как известно, выполняют образцы (references) в виде химических веществ, то есть стандартные образцы (СО, reference maretials, RM). СО используются для поверки, калибровки, валидации методов, оценки неопределенности измерений, контроля качества и в учебных целях [5]. Чтобы обеспечить прослеживаемость результатов измерений необходимо использование не просто СО, а сертифицированный стандартный образец (ССО, certified reference material, CRM). Следовательно, без использования ССО в своих измерениях не могут обойтись такие области деятельности человека, как качество и безопасность продуктов питания, фармацевтическая продукция, клиническая диагностика, экологическая безопасность и др. То есть, важные сферы государственного метрологического контроля и инспекции.

Авторы данной работы проанализировали ряд международных документов и стандартов [6-17], согласно которым в сфере государственного метрологического контроля и инспекции следует использовать сертифицированные стандартные образцы, для которых

также, как и в случае со средствами измерений, необходимо установить государственный метрологический контроль и инспекцию. Установление государственного метрологического контроля и инспекции должны охватить все этапы прохождения сертифицированных стандартных образцов начиная с производственного цикла, заканчивая процедурой его использования. Важным фактором при этом является правильный подбор и четкое формулирование правил и установок на законодательном уровне, включая подтверждение компетентности производителя СОО и утверждение типа сертифицированных стандартных образцов, допускаемых в эту сферу деятельности. В работе приведены международные рекомендации о том, на что следует обратить внимание при разработке правовых требований в конкретной стране к сертифицированным стандартным образцам, используемым в сфере государственного метрологического контроля и инспекции, а также, с учетом анализа отечественных правовых документов [18-20], предлагаются некоторые возможные рычаги воздействия со стороны соответствующей государственной метрологической службы Российской Федерации на производителей СО, с целью обеспечения качественных поставок государственных стандартных образцов (ГСО) [21] на российский рынок стандартных образцов.

ЛИТЕРАТУРА

1. JCGM 106:2012 Evaluation of Measurement Data – The Role of Measurement Uncertainty in Conformity Assessment. BIPM [Website]. URL. https://www.bipm.org/documents/20126/2071204/JCGM_106_2012_ E.pdf/fe9537 d2-e7d7-e146-5abb-2649c3450b25

2. Oganyan N.G. Measurement uncertainty and corresponding risk of false decisions // Metrology of physicochemical measurements : abstract IV International scientific and technical conference, Suzdal, 17–19 September 2019 / Journal of Physics Conference Series. 2019. Vol. 1420. no. 1. 012003. https://doi.org/10.1088/1742-6596/1420/1/012003

3. How many shades of grey are in conformity assessment due to measurement uncertainty? / I. Kuselman [et al.] // Metrology of physicochemical measurements : abstract IV International scientific and technical conference, Suzdal, 17–19 September 2019 / Journal of Physics Conference Series. 2019. Vol. 1420. no. 1. 012001. https://doi.org/10.1088/1742-6596/1420/1/012001

4. Оганян Н.Г. Метрологическая прослеживаемость в системе ILAC // Контроль качества продукции. 2021. № 11. С. 15–18.

5. Barwick V. Eurachem / CITAC Guide: Guide to Quality in Analytical Chemistry: An Aid to Accreditation. 3rd ed. 2016. Available from: www.eurachem.org. (Accessed 15 June 2022).

6. РМГ 29-2013 Метрология. Основные термины и определения. М.: Стандартинформ, 2014.

7. ГОСТ Р ИСО 17034–2021 Общие требования к компетентности производителей стандартных образцов. М. : Российский институт стандартизации, 2021. С. 28.

8. OIML D 18 The use of certified reference materials in fields covered by metrological control exercised by national services of legal metrology. Basic principles. Paris : Bureau International de Métrologie Légale, 2008. P. 11.

9. ГОСТ ISO Guide 30–2019 Стандартные образцы. Некоторые термины и определения. М. : Стандартинформ, 2019. С.

10. ГОСТ ISO Guide 31–2019 Стандартные образцы. Содержание сертификатов, этикеток и сопроводительной документации. М. : Стандартинформ, 2019. С.17.

11. ГОСТ ISO Guide 33–2019 Стандартные образцы. Надлежащая практика применения стандартных образцов. М. : Стандартинформ, 2019. С.17.

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

13. OIML D 1 Elements for a law on metrology. Paris : Bureau International de Métrologie Légale, 2004. P. 26.

14. OIML D 3 Legal qualification of measuring instruments. Paris : Bureau International de Métrologie Légale, 1979. P. 25.

15. OIML D 5 Principles for the establishment of hierarchy schemes for measuring instruments. Paris : Bureau International de Métrologie Légale, 1982. P. 12.

16. OIML D 9 Principles of metrological supervision. Paris : Bureau International de Métrologie Légale, 2004. P. 17.

17. OIML D 12 Fields of use of measuring instruments subject to verification. Paris : Bureau International de Métrologie Légale, 1986. P. 9.

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

19. Об утверждении перечня измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений: Постановление Правительства Рос. Федерации от 16 ноября 2020 г. № 1847 // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. Дата опубликования: 23.11.2020. Номер опубликования: 0001202011230047.
20. Об утверждении порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, порядка утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений, внесения изменений в сведения о них, порядка выдачи сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, формы сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений и порядка их нанесения: Приказ Министерства промышленности и торговли Рос. Федерации от 28 августа 2020 г. № 2905 // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. Дата опубликования: 23.11.2020. Номер опубликования: 0001202011230062.
21. Реестр утвержденных типов стандартных образцов // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений [сайт]. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19 (дата обращения: 20.06.2022).

УДК 006.91:641.1
ГРНТИ 90.03.19

Применение первичных референтных методик измерений для метрологического обеспечения пищевой и сельскохозяйственной промышленности

Парфенова Е. Г.[1], Сергеева А. С.[1], Касилюнас А. В.[1], Медведевских С. В.[2]

[1] Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева», г. Екатеринбург, Россия, e-mail: vlaga@uniim.ru

[2] ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия

Аннотация: Работа посвящена рассмотрению опыта применения Государственных первичных референтных методик измерений (ГПРМИ) для определения характеристик стандартных образцов (СО) состава пищевых продуктов и продовольственного сырья. Продемонстрирована востребованность разработанных СО, а также необходимость дальнейшего расширения номенклатуры выпускаемых СО для новых групп продукции. Выявлена необходимость совершенствования ранее утвержденных ГПРМИ в части расширения области применения.

Ключевые слова: первичная референтная методика измерений, прослеживаемость, стандартные образцы, пищевые продукты, продовольственное сырье, пищевая ценность

Первичные референтные и референтные методики измерений (ПРМИ и РМИ) получили широкое распространение в мировой метрологической практике [1], связанной с биоанализом и клинической диагностикой. В сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений в Российской Федерации ПРМИ стали применяться после введения в действие соответствующих нормативных правовых актов [2-5], устанавливающих метрологические требования к ПРМИ и области их применения. Появление ПРМИ прежде всего связано с необходимостью построения метрологической иерархии, вершиной которой и является ПРМИ, позволяющая получать результаты измерения величины без их прослеживаемости к эталону единицы величины того же рода и применяемая для контроля правильности результатов измерений, полученных по другим методикам. ПРМИ разрабатываются и утверждаются для метрологического обеспечения так называемых «методозависимых» величин, определяемых по эмпирическим методиками измерений [6]. Наиболее эффективным применение ПРМИ оказалось при разработке метрологического обеспечения в области пищевой и сельскохозяйственной промышленности.

В период с 2016–2019 г. специалистами УНИИМ были разработаны и утверждены в качестве государственных ПРМИ массовой доли жира, золы, углеводов в пищевых продуктах и продовольственном сырье, массовой доли сырого жира (масличности) в семенах масличных культур и продуктах на их основе [7-10]. Разработанные ГПРМИ совместно с Государственным первичным эталоном единиц массовой доли, массовой (молярной) концентрации воды в твёрдых и жидких веществах и материалах ГЭТ 173-2017 [11,12] и Государственным вторичным эталоном единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе объемного титриметрического метода анализа ГВЭТ 176-1-2010 [13] были использованы для характеризации 35 типов СО состава пищевых продуктов и продовольственного сырья с аттестованными характеристиками, определяющими пищевую ценность. В 2020 году была выявлена необходимость расширения номенклатуры выпускаемых СО для новых групп продукции. На измерительной базе ГПРМИ были разработаны и аттестованы высокоточные методики измерений, использованные для определения характеристик ГСО 11504-2020/

ГСО 11505-2020 состава молочных продуктов, ГСО 11687-2021 состава филе минтая сублимационной сушки.

На рис. 1 представлены данные по выпуску СО, которые демонстрируют ежегодное повышение спроса на выпускаемые СО.

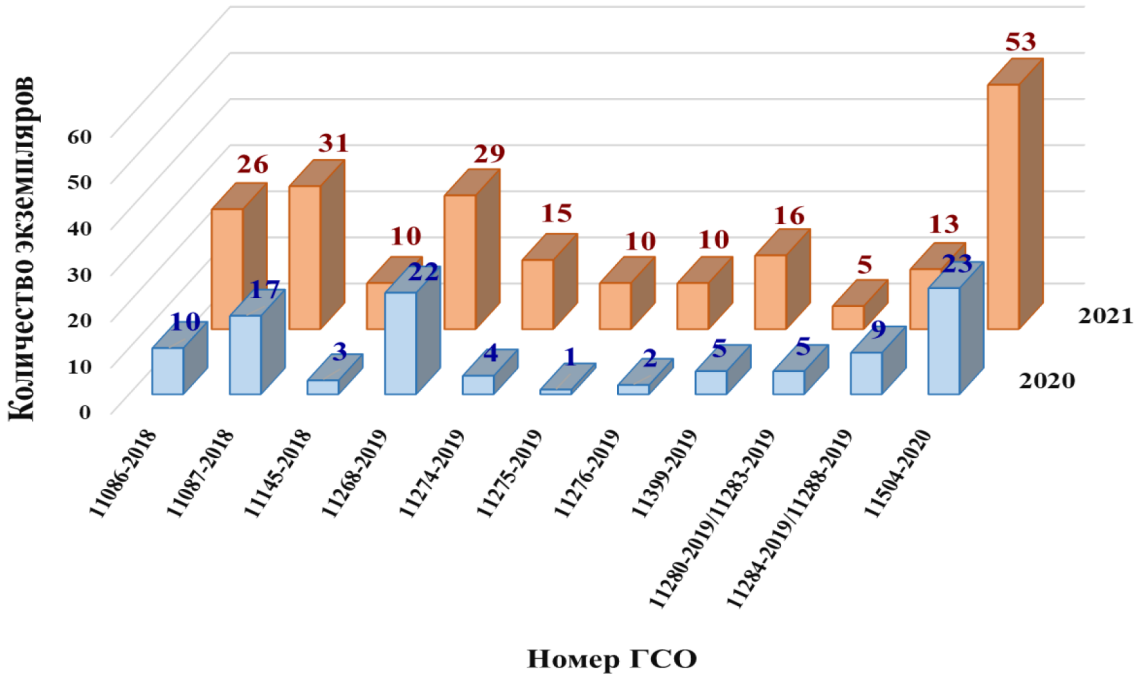


Рис. 1 Производство СО состава пищевых продуктов и продовольственного сырья

В настоящее время ведутся работы по расширению номенклатуры СО состава пищевых продуктов (хлебобулочных, булочно-кондитерских и кондитерских изделий), требующие также разработки методик измерений с использованием высокоточного оборудования ГПРМИ.

Таким образом, по результатам внедрения ГПРМИ для метрологического обеспечения пищевой и сельскохозяйственной промышленности выявлена необходимость их совершенствования в части расширения области применения.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ Р ИСО 15195-2006 Лабораторная медицина. Требования к лабораториям референтных измерений. М.: Стандартинформ, 2007. 18 с.

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

3. Об утверждении Порядка аттестации первичных референтных методик (методов) измерений, референтных методик (методов) измерений и методик (методов) измерений и их применения: Приказ Министерства промышленности и торговли Рос. Федерации от 15 декабря 2015 г. № 4091 // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. Дата опубликования: 26.02.2016. Номер опубликования: 0001201602260008.

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 Министерства промышленности и торговли Рос. Федерации от 28 августа 2020 г. № 2905 // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. Дата опубликования: 23.11.2020. Номер опубликования: 0001202011230062.

5. Об утверждении порядка установления и изменения интервала между поверками средств измерений, порядка установления, отмены методик поверки и внесения изменений в них, требований к методикам поверки средств

измерений: Приказ Министерства промышленности и торговли Рос. Федерации от 28 августа 2020 г. № 2907 // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. Дата опубликования: 26.10.2020. Номер опубликования: 0001202010260016.
6. Ellison S.L.R, Williams A. (eds.). Eurachem/CITAC guide: Quantifying uncertainty in analytical measurement. 3th ed. 2012. Available from: https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/QUAM2012_P1.pdf (Accessed 09 Jule 2022).
7. Сергеева А.С., Вострикова Н.Л., Медведевских М.Ю. Разработка комплекса метрологического обеспечения пищевой промышленности // Эталоны. Стандартные образцы. 2021. Т. 17. № 1. С. 21–33. http://dx.doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-1-21-33
8. Сергеева А.С., Медведевских М.Ю., Студенок В.В., Парфенова Е.Г. Применение первичных референтных методик измерений в сфере обеспечения единства измерений // Законодательная и прикладная метрология. 2020. № 5(167). С. 5-9.
9. Reference measurement procedure for the determination of mass fraction of fat content in food / S.V. Medvedevskikh. [et al.] // Accreditation and Quality Assurance. 2021. Vol. 26. P. 165–175. https://link.springer.com/article/10.1007/s00769-021-01472-w
10. Государственная первичная референтная методика измерений массовой доли золы в пищевых продуктах и продовольственном сырье / М.Ю. Медведевских [и др.] // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2019. Т. 85. № 6. С. 70-80. https://doi.org/10.26896/1028-6861-2019-85-6-70-80
11. Государственный первичный эталон единиц массовой доли и массовой концентрации влаги в твердых веществах и материалах / В.В. Горшков [и др.] // Измерительная техника. 2010. № 4. С. 24-27.
12. Медведевских С.В., Медведевских М.Ю., Карпов Ю.А. Общие подходы к оценке неопределенности результатов воспроизведения единиц содержания воды в твердых веществах и материалах // Измерительная техника. 2015. № 8. С. 65 Reference materials for calorimetry and differential thermal analysis / R. Sabbah [et al.] // Thermochimica acta 1999. Vol. 331. P. 93–204.70.
13. Разработка стандартных образцов массовой доли влаги и белка в зерне и зернопродуктах / В.И. Коряков [и др.] // Измерительная техника. 2011. № 10. С. 62-65.

УДК 57.083.3:616-097:613.26:613.28
ГРНТИ 90.27.39

О разработке метрологического обеспечения идентификации и количественного определения содержания неинфекционных пищевых аллергенов белкового животного или растительного происхождения в пищевых продуктах

Первухина О. Е.[1], Сергеева А. С.[1], Студенок В. В.[1], Петухов П. А.[2], Майгурова В. Н.[2]

[1] Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: pervuhinaoe@uniim.ru

[2] ООО «ХЕМА», e-mail: onco.xema@gmail.ru

Аннотация: Работа посвящена разработке метрологического обеспечения идентификации и количественного определения содержания неинфекционных пищевых аллергенов белкового животного или растительного происхождения в пищевых продуктах. В основе предусмотрено применение тест-систем, реализующих двухсайтовый неконкурентный метод иммуноферментного анализа. Использование ИФА методик позволит обеспечить высокое качество и скорость получения результатов при установлении безопасности продукции.

Ключевые слова: пищевая аллергия, аллергены, методика измерений, тест-система, иммуноферментный анализ

Главными аллергенами в пищевых продуктах являются белки, как простые, так и сложные (гликопротеины), реже – полипептиды (гаптены), которые соединяются с белками пищи [1]. Способность пищевого белка выступать в роли антигена зависит от наличия в его составе «эпитопа» - это место на или внутри антигена, которое специфически реагирует с антителом. Таким образом, эпитоп определяет специфичность и индуцирует антительный ответ [1,2].

В так называемую большую восьмерку продуктов [1,3,4], наиболее часто вызывающих аллергические реакции, входят: коровье молоко, куриное яйцо, пшеница, арахис, орехи, соя, рыба, морепродукты. Эти продукты вызывают повышенную чувствительность к ним через желудочно-кишечный тракт и на них приходится более 75 % случаев пищевой анафилаксии.

Пищевые аллергены могут изменять свои антигенные свойства в процессе кулинарной обработки продуктов. Так, денатурация белка при нагревании продукта приводит к тому, что одни продукты теряют аллергенность, а другие, напротив, становятся более аллергенными [3,4].

Согласно требованиям Технического регламента Таможенного союза ТР ТС 022/2011 [5] «Пищевая продукция в части ее маркировки», компоненты (в том числе пищевые добавки, ароматизаторы), биологически активные добавки, употребление которых может вызвать аллергические реакции или противопоказано при отдельных видах заболеваний, указываются в составе пищевой продукции независимо от их количества».

ООО «ХЕМА» (г. Москва) разработали наборы реагентов, которые позволяют провести идентификацию и количественное определение содержания неинфекционных пищевых аллергенов белкового растительного и животного происхождения в пробах всех видов пищевых продуктов и объектов, связанных с требованиями к пищевой продукции, смывов, отбираемых с рабочих поверхностей при проведении производственного контроля, методом иммуноферментного анализа (далее – ИФА).

В наборах используется неконкурентный (сэндвич), обладающий самым высоким уровнем чувствительности и специфичности из-за использования пары совпадающих антител [6]. В лунки микропланшета, на поверхности которых адсорбированы специфические антитела против аллергена, вносят исследуемую пробу. Антиген из пробы связывается с

антителами на поверхности лунки. Не связавшийся материал удаляется отмывкой. В лунки вносят вторые антитела к этому же антигену, меченные конъюгатом с пероксидазой. После повторной отмывки активность фермента проявляется и измеряется добавлением хромоген-субстратной смеси, стоп-раствора и подвергается измерению оптической плотности на спектрофотометре на длине волны 450 нм.

В рамках продолжения совместных работ ООО «ХЕМА» и УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» по метрологическому обеспечению контроля качества и безопасности пищевой продукции [7,8] подготовлена серия документов под общим названием «Методики идентификации и количественного определения содержания неинфекционных пищевых аллергенов белкового растительного и животного происхождения в пробах всех видов пищевых продуктов и объектов, связанных с требованиями к пищевой продукции, смывов, отбираемых с рабочих поверхностей при проведении производственного контроля, с помощью наборов реагентов для иммуноферментного анализа производства ООО «ХЕМА». Комплекс методик включает методики качественного и количественного анализа. Аттестация методик количественного анализа, в соответствии с требованиями законодательства в области обеспечения единства измерений [9,10], осуществляется с применением импортных референтных материалов пищевых аллергенов. При установлении метрологических характеристик методики определения сои в пробах выступает соевый ингибитор трипсина, молока коровьего – β-казеины, куриных яиц – овальбумины и т.д. Для методик качественного анализа установлена чувствительность (нижний предел обнаружения) метода.

Разработанные методики идентификации и количественного определения содержания неинфекционных пищевых аллергенов белкового растительного и животного происхождения позволяют обеспечить безопасность пищевой продукции при установлении соответствия продукции требованиям законодательства о техническом регулировании.

ЛИТЕРАТУРА

1. Пищевая аллергия. Диагностика, лечение и профилактика: учебное пособие / Т.С. Лепешкова [и др.]. Екатеринбург: УГМУ, 2021. 113 с.
2. Дранник Г.Н. Клиническая иммунология и аллергология. Одесса: Астро-принт, 1999. 603 с.
3. Клинические рекомендации Министерства здравоохранения Российской Федерации. Пищевая аллергия. 2018. 50 с.
4. EAACI food allergy and anaphylaxis guidelines: diagnosis and management of food allergy / A. Muraro [et al.] // Allergy. 2014. Vol. 69, no. 8. P. 1008-1025. https://doi.org/10.1111/all.12429
5. ТР ТС 022/2011 Пищевая продукция в части ее маркировки.
6. Sandwich-type immunosensors and immunoassays exploiting nanostructure labels: A review / X. Pei [et al.] Analytica chimica acta. 2013. Vol. 758, no. 3. P. 1-18. https://doi.org/10.1016/j.aca.2012.10.060
7. Методики идентификации и контроля качества молока и молочных продуктов: особенности разработки и применения в сфере технического регулирования / М.Ю. Медведевских [и др.] // Законодательная и прикладная метрология. 2020. № 4(166). С. 13-16.
8. О разработке метрологического обеспечения измерений содержания микробной трансглутаминазы в пищевых продуктах / М.Ю. Медведевских [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2020. Т. 16. № 3. С. 53–62. https://doi.org/10.20915/2687-0886-2020-16-3-53-62
9. Об утверждении Порядка аттестации первичных референтных методик (методов) измерений, референтных методик (методов) измерений и методик (методов) измерений и их применения: Приказ Министерства промышленности и торговли российской федерации от 15 декабря № 4091 // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. Дата опубликования: 26.02.2016. Номер опубликования: 0001201602260008.
10. ГОСТ Р 8.563-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений. М.: Стандартинформ, 2010. 33 с.

УДК 006.91
ГРНТИ 90.29.27

Опыт Уральского научно-исследовательского института метрологии – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в области проведения межлабораторных сличительных испытаний по калибровке средств измерений

Плясунова С. В. Собина Е. П.

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: PlyasunovaSV@uniim.ru

Ключевые слова: межлабораторные сличительные испытания, провайдер

Межлабораторные сличительные испытания (МСИ) – организация, выполнение и оценивание измерений или испытаний одного и того же или нескольких подобных образцов двумя или более лабораториями в соответствии с заранее установленными условиями. Межлабораторные сличительные испытания являются мощным инструментом, позволяющим испытательным и калибровочным лабораториям проводить мониторинг качества выполнения измерений и калибровки, и сравнивать свои результаты с результатами других лабораторий. Участие лаборатории в МСИ – одно из требований международного стандарта ГОСТ ISO/IEC 17025 [1].

В настоящее время проверка компетентности провайдеров МСИ осуществляется Федеральной службой по аккредитации (Росаккредитация) в соответствии с Федеральным законом N 412-ФЗ [2]. Политика Росаккредитации в отношении проверки квалификации путем проведения межлабораторных сличительных испытаний предусматривает, что Росаккредитация признает результаты МСИ, полученные по программам МСИ, проводимым:

– провайдерами МСИ, аккредитованными в Росаакредитации;

– провайдерами, аккредитованными на соответствие требованиям ISO/IEC 17043 [3].

УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» с 2016 г, является аккредитованным Провайдером МСИ (RA.RU.430158), область аккредитации включает 46 позиций (~750 определяемых показателей). С каждым годом, количество проведенных раундов МСИ и число участников растёт, на 2022 год в план включено 220 раундов МСИ, в том числе по калибровке средств измерений по следующим видам измерений: объем, механические величины, электрические величины, геометрические величины, физико-химические и оптико-физические величины.

Требования ГОСТ ISO/IEC 17025 предусматривают, что калибровочная лаборатория, так же как испытательная лаборатория, должна осуществлять мониторинг своей деятельности путём сравнения с результатами других лабораторий, если это возможно и применимо. Такой мониторинг должен планироваться, и его результаты анализироваться, он должен включать мероприятия по участию в МСИ. В настоящий момент не все аккредитованные провайдеры могут организовать МСИ для калибровочных лабораторий, так как отсутствуют чёткие критерии. Анализ программ проверок квалификации для калибровочных лабораторий в настоящее время показал следующие:

– не унифицированы подходы к построению схем проведения МСИ по калибровке для принятия решений с заданной достоверностью (выбор числа точек по диапазону, числа измерений в точках, целевая неопределённость образца, используемого при МСИ и т.д.);

– отсутствуют рекомендации по распространению результатов МСИ для обоснованности подтверждения заявленной калибровочной возможности лаборатории.

УНИИМ-филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», считает необходимой задачей по аналогии с испытательными лабораториями разработку нормативной базы в области организации МСИ для калибровочных лабораторий.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: Стандартинформ, 2021. 32 с.
2. Об аккредитации в национальной системе аккредитации: Федеральный закон Рос. Федерации от 28 декабря 2013 г. № 412-ФЗ //Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. Дата опубликования: 30.12.2013. Номер опубликования: 0001201312300024.
3. ISO/IEC 17043-2010 Оценка соответствия. Общие требования к проверке квалификации лабораторий.

УДК 543.06
ГРНТИ 90.29.25

Проблематика создания образцов для межлабораторных сличительных испытаний

Полунина Е. П., Иванов А. В., Грязских Н. Ю.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений», г. Москва, Россия, e-mail: vniiofi@vniiofi.ru

Аннотация: Проведен анализ реализуемых межлабораторных сличительных испытаний как в Российской Федерации, так и на территории иностранных государств, рассмотрена проблематика создания представительных и имеющих метрологическую прослеживаемость образцов

Ключевые слова: межлабораторные сличительные испытания, программы проверки квалификации, образец, достоверность результатов испытаний, метрологическая прослеживаемость

В настоящее время в Российской Федерации возрастает интерес испытательных и калибровочных лабораторий к программам проверки квалификации и межлабораторным сличительным испытаниям (МСИ). Обусловлено это во многом соблюдением требований нормативных документов в области аккредитации к обеспечению достоверности результатов измерений посредством МСИ.

В сравнении с зарубежным опытом проведения программ МСИ, имеется значительное отставание в разнообразии объектов и определяемых показателей, реализуемых в раундах МСИ. Одним из сдерживающих факторов развития МСИ является проблематика создания соответствующих образцов. Сейчас наибольшее распространение получают программы проверки квалификации, где образцом является материал, не требующий больших затрат при подготовке и специальных условий транспортирования (вода, почва, некоторые виды пищевой продукции, металлургия, некоторые типы средств измерений и пр.). Также не велико количество программ в области поверки/ калибровки оптико-физических средств измерений.

Согласно требованиям нормативных документов, к проведению МСИ, образец должен быть представительным, однородным, стабильным, а также иметь метрологическую прослеживаемость, особенно при реализации МСИ в области калибровки. При создании образца МСИ провайдеру следует оценивать также возможность его применения для различных методов (методик) анализа. То есть в большей степени должны быть соблюдены требования, аналогичные применяемым при создании стандартных образцов состава.

Таким образом, создание образца МСИ трудоемкая, аналитически сложная, затратная по времени и финансам задача. Но при этом созданные образцы могут быть в последующем аттестованы в качестве ГСО и/или применяться для целей внутрилабораторного контроля.

ФГУП «ВНИИОФИ» является координатором пилотных сличений КООМЕТ в области анализа элементного состава сплавов на основе Ni, анализа чистых веществ, измерения диффузной оптической плотности в проходящем и отраженном свете, измерения массовой доли металлов в пробах металлургического шлака. На сегодняшний день ФГУП «ВНИИОФИ» предлагает к участию программы МСИ по определению глюкозы, Ca, K, Mg в сыворотке крови, определению геометрических размеров дефектов методом вихретокового неразрушающего контроля, определению оптической плотности в спектральном диапазоне от 340 до 770 нм в проходящем свете, калибровки мер для поверки пульсовых оксиметров. В ближайшее время планируется проведением МСИ по калибровке набора мер спектрального коэффициента направленного пропускания, а также калибровке блескомера фотоэлектрического.

ФГУП «ВНИИОФИ» определены перспективные направления создания ГСО в области металлургии, геологии, РЗМ, многокомпонентных растворов ионов металлов по которым в

дальнейшем также будут реализованы программы МСИ, что позволит подтвердить универсальность применения создаваемых ГСО.

Все образцы готовятся с соблюдением обязательных требований и имеют метрологическую прослеживаемость к государственным эталонам соответствующих единиц величин.

ЛИТЕРАТУРА

1. Карташова А.В., Прокошина Н.Ю., Халиков М.Р. Межлабораторные сравнительные испытания – внешний контроль качества работы лаборатории // Контроль качества продукции. 2018. № 9. С. 36 –39.
2. Богачева А.М., Пономарева О.Б., Канаева Ю.В. Разработка образцов для МСИ и стандартных образцов для обеспечения качества результатов измерений показателей состава воздушных сред // Стандартные образцы. 2018. Т. 4, № 3–4. С. 43–50. https://doi.org/10.20915/2077-1177-2018-14-3–4-43-50
3. Якушева М., Полунина Е. МСИ в России и в мире // URL: https://kachestvo.pro/kachestvo-produktsii/ispytaniya-i-izmereniya/msi-v-rossii-i-v-mire/ (дата обращения: 19.07.2022).
4. Database EPTIS / Federal Institute for Materials Research and Testing (BAM). Germany. URL:https://www.eptis.org/index.htm (дата обращения: 19.07.2022).
5. ГОСТ ISO/IEC 17043–2013 Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации. М.: Стандартинформ, 2014.
6. ГОСТ ISO/IEC 17025–2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: Стандартинформ, 2021. С. 11.
7. Об утверждении критериев аккредитации и перечня документов, подтверждающих соответствие заявителя, аккредитованного лица критериям аккредитации: Приказ Минэкономразвития России от 26 октября 2020 г. № 707: зарегистрирован Министерством юстиции Рос. Федерации от 16 ноября 2020 г. № 60907 // Официальный интернет-портал правовой информации. Дата опубликования: 16.11.2020. Номер опубликования: 0001202011160032.
8. Об аккредитации в национальной системе аккредитации: Федер. закон Рос. Федерации от 28 декабря 2013 г. № 412-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 23 декабря 2013 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 25 декабря 2013 г. (в редакции от 01 марта 2022 г.) // Официальный интернет-портал правовой информации. Дата опубликования: 30.12.2013. Номер опубликования: 0001201312300024.
9. Об обеспечении единства измерений: Федер. закон Рос. Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 11 июня 2008 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 18 июня 2008 г. (в редакции от 11 июня 2021 г. № 170-ФЗ) // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. URL: http://pravo.gov.ru/proxy/ips/?docbody=&firstDoc=1&lastDoc=1&nd=102122832 (дата обращения: 19.07.2022).

УДК 006.91:543.06:53.089.68
ГРНТИ 90.27.31:90.29.27:90.03.03

Методики измерений показателей состава воздушных сред. Разработка и применение

Пономарева О. Б., Канаева Ю. В., Гайко М. В.

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: ponomareva@uniim.ru

Аннотация: В УНИИМ — филиале ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» разрабатывают серию методик измерений показателей состава воздушных сред (воздуха рабочей зоны, атмосферного воздуха, промышленных выбросов в атмосферу). Методики соответствуют современным метрологическим требованиям, доступны для применения. Наряду с методиками измерений разрабатывают стандартные образцы, которые применяют для установления метрологических характеристик аналогичных методик, внутреннего и внешнего контроля точности результатов.

Ключевые слова: методика измерений показателей состава воздушных сред, воздух рабочей зоны, атмосферный воздух, промышленные выбросы, погрешность, неопределенность, контроль точности, стандартный образец

Обеспечение достоверности информации о составе и свойствах воздушных сред (воздух рабочей зоны, промышленные выбросы в атмосферу, атмосферный воздух) имеет важное значение для принятия управляющих решений, призванных сохранять и поддерживать жизнь и здоровье населения.

С целью получения такой информации специалистами УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» (далее - УНИИМ), начиная с 2020 года, разрабатываются новые методики измерений.

Разработка новых методик измерений связана:

- с утверждением новых санитарных правил и норм [1];
- введением новых требований к точности измерений, относящихся (по [2]) к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений [3];
- отменой (по [4]) действия части методик измерений, не удовлетворяющих современным требованиям;
- необходимости обеспечения прослеживаемости результатов измерений ([5]);
- необходимости установления (по [5]) неопределенности результатов измерений и, с целью соответствия [3], их погрешности;
- целесообразности разделения основного числа методик измерений на две стадии: стадию отбора проб и аналитическую;
- необходимости контроля точности результатов измерений (внутреннего и внешнего) с использованием СО, адекватных отобранным аналитическим пробам.

Начиная с 2020 года специалистами УНИИМ разработано 12 методик измерений состава воздушных сред для компонентов: железо, марганец, пыль, серная и соляная кислота, аммиак, хром, оксид азота, щелочь, фенол, формальдегид, кремний. Для подтверждения соответствия методик измерений, установленным метрологическим требованиям к измерениям, проведена их аттестация (в соответствии с [6], [7]). Методики аттестованы с использованием СО утвержденных типов ([8]), в них описаны процедуры контроля для каждой из двух стадий методики, для контроля аналитической стадии предусмотрено использование СО, адекватных аналитическим пробам (полученным в результате процедуры пробоотбора).

С целью обеспечения потребности в получении объективной и достоверной информации, используемой в целях защиты жизни и здоровья граждан, охраны окружающей

среды, методики измерений внесены в федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений ([8]).

Для обеспечения доверия к результатам измерений лаборатория должна (по [5]) осуществлять мониторинг достоверности результатов своей деятельности путем внутрилабораторного контроля и, по возможности, сравнения с результатами других лабораторий (участия в проверках квалификации – межлабораторных сравнительных испытаниях - МСИ) ([9]). С целью реализации этих процедур в УНИИМ разрабатываются СО, адекватные отобранным аналитическим пробам. УНИИМ, являясь провайдером проверки квалификации, проводит МСИ с использованием таких СО.

Методики измерений, разработанные в УНИИМ, используются не только для определения состава воздушных сред, но и для характеризации СО и образцов для проверки квалификации, что повышает метрологический уровень проводимых работ.

Работы в указанных направлениях в настоящее время развиваются.

ЛИТЕРАТУРА

1. СанПиН 1.2.3685-21 Гигиенические нормативы и требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания: утвержден Постановлением Главного государственного санитарного врача Российской Федерации от 28.01.2021 г. № 2.

2. Об обеспечении единства измерений: Федер. закон Рос. Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 11 июня 2008 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 18 июня 2008 г. (в редакции от 11 июня 2021 г. № 170-ФЗ) // Официальный интернет-портал правовой информации. URL: http://pravo.gov.ru/proxy/ips/?docbody=&firstDoc=1&lastDoc=1&nd=102122832 (дата обращения: 19.07.2022).

3. Об утверждении перечня измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений: Постановление Правительства Российской Федерации от 16 ноября 2020 г. № 1847 // Официальный интернет-портал правовой информации. Дата опубликования: 23.11.2020. Номер опубликования: 0001202011230047.

4. Об обязательных требованиях в Российской Федерации: Федер. закон Рос. Федерации от 31 июля 2020 № 247-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 22 июля 2020 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 24 июля 2020 г. // Официальный интернет-портал правовой информации. Дата опубликования: 31.07.2020. Номер опубликования: 0001202007310002.

5. ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: Стандартинформ, 2021. 32 с.

6. ГОСТ Р 8.563-2009 Методики (методы) измерений. М.: Стандартинформ, 2019. 20 с.

7. Об утверждении Порядка аттестации первичных референтных методик (методов) измерений, референтных методик (методов) измерений и методик (методов) измерений и их применения: Приказ Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 15 декабря 2015 № 4091: Зарегистрирован 20 февраля 2016 № 41181 // Официальный интернет-портал правовой информации. Дата опубликования: 26.02.2016. Номер опубликования: 0001201602260008

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

9. ГОСТ ISO/IEC 17043-2013 Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации. М.: Стандартинформ, 2014. 39 с.

УДК 006.9:006.91
ГРНТИ 90.01.11:90.03.37:90.21.33

Перспективы цифровизации обеспечения метрологической прослеживаемости средств измерений и стандартных образцов через облачные технологии

Попов А. А.

ЧОУ ДПО «Учебный центр «Содействие», г. Самара, Россия,
ФБУ «Омский ЦСМ», г. Омск, Россия, e-mail:omskmetr@mail.ru

Ключевые слова: Алгоритмы обработки измерительной информации, классификатор измерений, метрологическое облако, обеспечение единства измерений, облачные технологии, параметрический справочник средств измерений и стандартных образцов

Цифровая трансформация в промышленности произвела революцию в организации производства. Одним из самых многообещающих достижений современного общества можно считать концепцию четвёртой промышленной революции, реализующейся как «Индустрия 4.0» и её часть «Метрология 4.0». Существующая практика показала, что без цифровой техники не возможно дальнейшее развитие промышленности в целом и измерительной техники в частности.

На сегодняшний день метрологическое общество столкнулось с рядом проблем: получение и обработка больших массивов измерительной информации, обеспечение достоверности полученных данных, хранение и ограничение доступа к ним, а также ряд других проблем.

Аналогичные проблемы существуют во всём мире. До настоящего момента не сформированы единые подходы к цифровым протоколам для подготовки, обработки и передачи измерительной информации. Соответственно, отсутствуют решения по получению, систематизации, обработке и хранению информации о средствах измерений и стандартных образцах (далее – СИ и СО) на государственном уровне.

Решение данных задач является одним из ключевых этапов развития системы обеспечения единства измерений в Российской Федерации на государственном уровне.

В рамках научно-исследовательской работы предлагается сформировать единый подход к созданию параметрического справочника для СИ и СО и формированию описания типа СИ и СО на его основе, а также формирование универсального идентификатора СИ и СО, позволяющего однозначно идентифицировать конкретный физический объект в любых информационных системах. Данная работа реализуется в инициативном порядке в рамках глобального проекта «Метрологическое облако» (www.metrology-cloud.ru). Данный проект направлен на создание программы по управлению мастер-данными справочника средств измерений с целью сбора, накопления, очистки данных, их сопоставления, консолидации (стандартизации), проверки качества и распространения данных в организации, обеспечение их последующей согласованности и контроль использования в различных операционных и аналитических приложениях.

Предполагаемые результаты внедрения полученных исследования, а также применение универсального идентификатора СИ и СО, позволят обобщить информацию о применяемой измерительной технике (вне зависимости от сферы государственного регулирования), а также обеспечат возможность дальнейшего развития цифровизации промышленности в целом и метрологического обеспечения в частности.

ЛИТЕРАТУРА

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. Собр. Рос. Федерации 18 июня 2008 г. (в редакции от 11 июня 2021 г. № 170-ФЗ) // Официальный интернет-портал правовой информации. URL: http://pravo.gov.ru/proxy/ips/?docbody=&firstDoc=1&lastDoc=1&nd=102122832 (дата обращения: 19.07.2022).

2. ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: Стандартинформ, 2021. 32 с.

3. Попов А.А., Иванов Р.Н. Постановка задачи путей интеграции современных облачных сервисов с концепцией цифровизации и Индустрии 4.0// Мир измерений. 2020. № 3. С.36-41

УДК: 615.322+543.062
ГРНТИ 84.15.19

Вопросы использования стандартных образцов при анализе лекарственного растительного сырья и лекарственных растительных препаратов

Рязанова Т. К., Куркин В. А.

ФГБОУ ВО «Самарский государственный медицинский университет» Министерства здравоохранения Российской Федерации, г. Самара, Россия, e-mail: v.a.kurkin@samsmu.ru

Аннотация: В результате исследования разработаны и валидированы методики количественного определения действующих компонентов в лекарственном растительном сырье и лекарственных растительных препаратах на его основе, содержащих биологически активных соединения ароматической и терпеноидной природы (простые фенолы, сапонины, фенилпропаноиды, флавоноиды, антраценпроизводные).

Ключевые слова: лекарственное растительное сырье, лекарственные растительные препараты, биологически активные соединения, стандартные образцы, стандартизация, высокоэффективная жидкостная хроматография, спектрофотометрия

Лекарственные растительные препараты (ЛРП) составляют значительную часть объемов продаж на фармацевтическом рынке. В то же время одними из проблем при разработке ЛРП является идентификация лекарственного растительного сырья (ЛРС). Решение этой проблемы заключается в комбинации физических, физико-химических, химических и биологических методов анализа [1]. При этом проблемными моментами являются условия пробоподготовки, выбор анализируемых веществ (индивидуальное вещество, группа действующих веществ), метода анализа и стандартного образца (СО) вещества, в пересчете на которое рассчитывается содержание биологически активных соединений (БАС) [2-7]. Сравнение методик анализа ЛРС и ЛРП показывает, что актуальной проблемой остается неабсолютное применение принципа «сквозной» стандартизации в ряду «сырье-субстанция-препарат» [5-7].

Одними из примеров необходимости актуализации фармакопейных требований являются несовершенства методик анализа ЛРС, содержащего различные группы БАС: простые фенолы (листья толокнянки обыкновенной, брусники обыкновенной), фенилпропаноиды (корневища и корни элеутерококка колючего, родиолы розовой, кора сирени обыкновенной), флавоноиды (цветки бессмертника песчаного), сапонины (корни аралии маньчжурской, солодки), антраценпроизводные (листья алоэ древовидного) [8, 9].

Целью исследования являлось усовершенствование методик количественного анализа для перечисленных выше видов ЛРС с позиции химического состава, стабильности и физико-химических свойств БАС.

Регистрацию УФ-спектров проводили с помощью спектрофотометра «Specord 40» (Analytik Jena). ВЭЖХ-анализ осуществляли с использованием хроматографа «Милихром-6» (НПАО «Научприбор»). Результаты измерений обрабатывались с помощью программ WinASPECT и Microsoft Excel 2016.

С использованием метода ВЭЖХ разработаны и валидированы методики количественного определения глицирама и ликуразида в ЛРС и ЛРП солодки обыкновенной, сирингина в ЛРС и ЛРП сирени обыкновенной и элеутерококка колючего, розавина и салидрозида в ЛРС и ЛРП родиолы розовой, арбутина в ЛРС и ЛРП толокнянки обыкновенной и брусники обыкновенной, алоэнина в ЛРС и ЛРП алоэ древовидного, изосалипурпозида в ЛРС и ЛРП бессмертника песчаного. Разработаны и валидированы методика количественного определения суммы антраценпроизводных методом

дифференциальной спектрофотометрии в пересчете на барбалоин в ЛРС и ЛРП алоэ древовидного. Предложены спектрофотометрические методики определения суммы биологически активных фенилпропаноидов в пересчете на элеутерозид В (сирингин) в ЛРС и ЛРП элеутерококка колючего и суммы аралозидов в корнях аралии маньчжурской.

Научно обосновано использование в методиках анализа СО сирингина (сирени обыкновенной кора, элеутерококка колючего корневища и корни), розавина и салидрозида (родиолы розовой корневища и корни), глицирама и ликуразида (солодки корни), суммы аммонийных солей аралозидов (аралии маньчжурской корни), арбутина (толокнянки обыкновенной и брусники обыкновенной листья), смеси алоинов А и В и алоэнина (алоэ древовидного листья свежие).

ЛИТЕРАТУРА

1. Самылина И.А., Куркин В.А., Яковлев Г.П. Научные основы разработки и стандартизации лекарственных растительных средств // Ведомости Научного центра экспертизы средств медицинского применения. Регуляторные исследования и экспертиза лекарственных средств. 2016. № 1. С. 41–44.

2. Современные проблемы стандартных образцов лекарственных средств в Российской Федерации / Р.А. Волкова [и др.] // Фармация. 2020. Т. 69. № 2. С. 5-11. https://doi.org/10.29296/25419218-2020-02-01

3. Воронин А.В., Малкова А.В. Методология исследования отдельных многокомпонентных объектов аналитического контроля в судебно-химической экспертизе и фармацевтическом анализе : монография. Самара: Инсома-пресс, 2020. 328 с.

4. Леонтьев Д.А., Подпружников Ю.В., Воловик Н.В. Роль стандартных образцов в обеспечении качества лекарственных средств: регуляторные и метрологические аспекты // Разработка и регистрация лекарственных средств. 2016. № 3 (16). С. 180-188.

5. Современные требования к качеству лекарственных средств растительного происхождения / Е.И. Саканян [и др.] // Ведомости Научного центра экспертизы средств медицинского применения. Регуляторные исследования и экспертиза лекарственных средств. 2018. Т. 8. № 3. С. 170 –178. https://doi.org/ 10.30895/1991-2919-2018-8-3-170-178

6. Сокольская Т.А., Шемерянкина Т.Б., Даргаева Т.Д. Использование стандартных образцов для анализа лекарственных растительных препаратов // Ведомости Научного центра экспертизы средств медицинского применения. Регуляторные исследования и экспертиза лекарственных средств. 2011. № 2. С. 43–46.

7. Требования к качеству и методам анализа фармакопейных стандартных образцов растительного происхождения / Т.Б. Шемерянкина [и др.] // Ведомости Научного центра экспертизы средств медицинского применения. Регуляторные исследования и экспертиза лекарственных средств. 2014. № 1. С. 51–54.

8. Актуальные аспекты стандартизации лекарственного растительного сырья и лекарственных растительных препаратов / В.А. Куркин [и др.] // Современные проблемы фармакогнозии. Сборник материалов I Межвузовской студенческой научно-практической конференции, посвященной 45-летию фармацевтического факультета Самарского государственного медицинского университета, Самара, 22 октября 2016 г. / ФГБОУ ВО Самарский государственный медицинский университет Минздрава России. Самара: 2016. С. 123–127.

9. Оленников Д.Н., Зилфикаров И.Н., Ибрагимов Т.А. Исследование химического состава алое древовидного (Aloe arborescens Mill.) // Химия растительного сырья. 2010. № 3. С. 77–82.

УДК 57.088.1
ГРНТИ 90.27.39

Проблемы разработки стандартных образцов для идентификации личности в судебной медицине

Рунов А. Л., Вонский М. С.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева, г. Санкт-Петербург, Россия, e-mail: a.l.runov@vniim.ru

Аннотация: Идентификация личности молекулярно-биологическими методами является неотъемлемой частью современной судебной медицины. Для стандартизации измерительных методов ДНК-анализа, метрологического обеспечения методов секвенирования и фрагментного анализа необходимо создание стандартных образцов, охарактеризованных по последовательности, в том числе - по содержанию коротких тандемных повторов. Создание государственного первичного эталона единицы числа копий ДНК позволит начать разработку СО для судебной медицины.

Ключевые слова: стандартные образцы, идентификация личности, судебная медицина, ДНК, последовательность нуклеотидов, число копий последовательности

Идентификация личности является одной из важнейших задач судебной медицины, востребованной при исследовании вещественных доказательств, установлении кровного родства в экспертизах спорного отцовства, детоубийства, подмены или хищения детей, при эксгумациях неопознанных трупов, массовых катастрофах, террористических актах. Использование молекулярно-генетического анализа позволяет проводить убедительную судебно-медицинскую идентификацию даже в случаях, когда она не может быть проведена другими методами [1, 2].

В основе методов идентификации лежит исследование отдельных участков геномной ДНК человека, которые строго специфичны для каждого индивидуума. Ведущее место занимают методы, основанные на анализе гипервариабельных последовательностей – так называемых мультиаллельных генетических локусов [3]. При этом в роли индивидуализирующих личность признаков выступают конкретные последовательности ДНК, свойственные данному человеку — своего рода маркеры индивидуальности [4].

На современном этапе развития судебная молекулярно-генетическая экспертиза носит вероятностный характер, который зависит от распространенности выявленного геномного профиля в популяции [5]. Тем не менее, точная идентификация генетического профиля позволяет достоверно утверждать о его принадлежности конкретному человеку [6].

Проведение молекулярно-генетической экспертизы требует использования сложного калибруемого оборудования [7]. Как правило, для этой цели применяют калибраторы, входящие в состав используемых тест-систем. До недавнего времени присвоение значений калибраторам реализовывали с использованием стандартных образцов иностранного производства. При этом в Российской Федерации отсутствуют стандартные образцы утвержденного типа, обеспечивающие метрологическую прослеживаемость измерений в области судебной молекулярно-генетической экспертизы.

Повышение достоверности получаемых результатов, являющееся критическим при принятии судебных решений, требует использования аттестованных методик выполнения измерений, а прослеживаемость результатов измерений может быть достигнута с помощью государственных стандартных образцов, охарактеризованных по содержанию конкретных последовательностей ДНК (профилю генетических локусов) [8].

В настоящее время ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» проводит работы по созданию Государственного первичного эталона единицы числа копий последовательности ДНК, в состав которого входит в том числе генетический анализатор, позволяющий охарактеризовывать мультиаллельные генетические локусы. Создание ГПЭ позволит

установить прослеживаемость измерений, выполняемых в судебной медицине с использованием аттестованных методик измерений профилей ДНК и стандартных образцов концентрации копий конкретных последовательностей ДНК.

ЛИТЕРАТУРА

1. Типирование митохондриальной ДНК - новый уровень решения идентификационных задач при судебно-медицинской экспертизе неопознанных останков жертв террористических актов в Москве и вооруженного конфликта в Чеченской Республике / П.Л. Иванов [и др.] // Судебно-медицинская экспертиза. 2001. № 3. С. 20–25.

2. Molecular DNA analysis in forensic identification / R. Dumache [et al.] // Clinical laboratory. 2016. Vol. 62. P. 245–248. https://doi.org/10.7754/Clin.Lab.2015.150414

3. Panneerchelvam S., Norazmi M.N. Forensic DNA profiling and database // Malays J Med Sci. 2003. Vol. 10. no. 2. P. 20–26.

4. Brdicka R., Nürnberg P. Checking of individuality by DNA profiling // Journal of Chromatography B: Biomedical Sciences and Applications. 1993. Vol. 25, No 618(1-2). P. 167–179. https://doi.org/10.1016/0378-4347(93)80033-z

5. Genetic structure of human populations / N.A. Rosenberg [et al.] // Science. 2002. V. 298. P. 2381–2385. https://doi.org/10.1126/science.1078311

6. Пучков А.А., Лаврентьев В.П., Кузнецов С.В. Методика безрасчетной судебногенетической идентификации применительно к чрезвычайным ситуациям // Медико-биологические и социально-психологические проблемы безопасности в чрезвычайных ситуациях. 2016. № 3. С. 85–89. https://doi.org/10.25016/2541-7487-2016-0-3-85-89

7. Yuan Li. Study on problems in forensic DNA identification standardization in China and countermeasures for the same // Journal of forensic science and medicine. 2018. Vol. 4. P. 49-58. https://doi.org/10.4103/jfsm.jfsm_84_17

8. An brief introduction of DNA standard reference materials in forensic science of United States / X. Zhao [et al.] // Chinese journal of forensic medicine. 2009. Vol. 24. P. 263–266. https://doi.org/10.1016/j.amjcard.2008.02.056

УДК 543.426
ГРНТИ 29.31.26

Классификация алкогольной продукции по спектрам флуоресценции с обработкой данных методом машинного обучения

Саакян А. В.[1], Аленичев М. К[2], Левин А. Д.[1,2]

[1] ФГАОУ ВО «Московский физико-технический институт» (национальный исследовательский университет), г. Долгопрудный, Московская область, Россия
[2] ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений», г. Москва, Россия, e-mail: levin-ad@vniiofi.ru

Аннотация: Разработан экспресс-метод определения географического происхождения (ГП) коньяков по спектрам эмиссии и синхронного сканирования флуоресценции. Исследовались 43 образца бренди и коньяков, которые по ГП были разделены на три класса – произведенные в регионах России за исключением Дагестана, произведенные в Дагестане и произведенные в Армении. Обработка спектров производилась на основе машинного обучения с построением обучающего и тестового наборов. Правильность классификации для образцов тестового набора

Ключевые слова: спектры флуоресценции, коньяки и коньячные дистилляты, машинное обучение, контроль подлинности, географическое происхождение.

При контроле подлинности алкогольной продукции одной из важных задач является подтверждение ГП. В современных условиях актуальной является разработка экспресс-методов определения ГП, требующих минимальной пробоподготовки и реализуемых на простом и обладают методы оптической молекулярной спектроскопии. В докладе представлены результаты классификации бренди и коньяков по ГП на основе спектров флуоресценции с обработкой данных методами машинного обучения (МО). Преимущества флуоресцентной спектрометрии по сравнению с известными методами определения ГП, такими как газовая и жидкостная хроматография, масс-спектрометрия, заключаются в экспрессности, существенно более простой пробоподготовке, более дешевых измерительных приборах. Спектры флуоресценции оказываются чувствительными к небольшим различиям в химическом составе образцов, обусловленными, в частности, разным ГП коньячных спиртов. В нашем исследовании для распознавания географического происхождения образцов были выбраны 3 вида флуоресцентных спектров: синхронного сканирования при разности длин волн 50 нм, эмиссии при длинах волн возбуждения 250 нм и 280 нм. Пробоподготовка сводилась к разбавлению образцов коньяка дистиллированной водой в 30 раз. Измерения проводились на спектрофотометре-флуориметре СФФ-2 «Флуоран», разработка ФГУП «ВНИИОФИ». Было исследовано 43 образца бренди и коньяков, которые по ГП были разделены на 3 класса – произведенные в различных регионах Российской Федерации, за исключением Республики Дагестан, произведенные в Республике Дагестан и произведенные в Республике Армения. При этом напитки, произведенные в Дагестане и Армении изготавливались исключительно из местных коньячных дистиллятов, а в состав напитков, произведенных в регионах РФ могли входить коньячные дистилляты из Франции и Испании. Был выделен обучающий набор, состоявший из 33 образцов. Для спектров флуоресценции каждого вида строилась модель МО, обучение которой проводилось методом экстремального градиентного бустинга – одного из современных алгоритмов дискриминантного анализа. Для всех моделей имело место правильное на 100 % распознавание при перекрестной валидации. Правильность распознавания образцов тестового набора (состоявшего из всех 43 образцов) составила 97,6% для моделей на основе спектров синхронного сканирования и эмиссии при длине волны возбуждения 250 нм, и 93,0% для модели на основе спектров эмиссии при длине волны возбуждения 280 нм. Разработанная методика и алгоритм машинного обучения могут быть использованы для классификации по географическому происхождению других видов алкогольной продукции, например, вин.

УДК 53.089.68:543.3:681.518
ГРНТИ 90.01.85

Рабочий эталон для испытаний и поверки средств измерений, входящих в системы автоматического контроля сбросов загрязняющих веществ

Сергеева А. С., Шохина О. С., Голынец О. С., Туринцева А. Б.

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: annakaty@mail.ru

Аннотация: Работа посвящена разработке рабочего эталона контроля качества воды для воспроизведения и передачи единиц содержания компонентов воды. В его основе предусмотрено применение замкнутого контура с контролируемым давлением и скоростью потока, а также дополнительного безнапорного контура с циркулирующей водой, оснащенного точкой проботбора и единой магистралью для последовательного размещения датчиков измерительных каналов систем автоматического контроля (САК) сбросов сточных вод.

Ключевые слова: системы автоматического контроля, сброс загрязняющих веществ, безопасность и качество воды, рабочий эталон, прослеживаемость, испытания в целях утверждения типа, поверка

Система автоматического контроля - комплекс технических средств, обеспечивающих автоматические измерения и учет показателей выбросов загрязняющих веществ и (или) сбросов загрязняющих веществ, фиксацию и передачу информации о показателях выбросов загрязняющих веществ и (или) сбросов загрязняющих веществ в государственный реестр объектов, оказывающих негативное воздействие на окружающую среду [1]. Обязательные требования к метрологическому обеспечению САК установлены в Федеральном законе от 26.06.2008 № 102-ФЗ [2], Приказах Минпромторга от 31.07.2020 № 2510 [3] и от 20.08.2020 № 2905 [4], Постановлениях Правительства Российской Федерации от 13.03.2019 № 262 [5] и № 263 [6], от 22 мая 2020 № 728 [7]. Работы по метрологическому обеспечению систем автоматического контроля сбросов сточных вод (САК сбросов) ведутся в УНИИМ с 2016 года [8]. Цель настоящего исследования – разработка рабочего эталона контроля качества воды для испытаний в целях утверждения типа и поверки средств измерений, входящих в САК сбросов.

Особенностью испытаний САК сбросов является необходимость проведения испытаний в два этапа. На первом этапе испытания проводятся в условиях лаборатории. И далее, после опытного пуска САК сбросов, проводится второй этап испытания в данной точке сброса.

В 2018 году в УНИИМ был введен в эксплуатацию испытательный стенд (рисунок 1) на основе замкнутого контура с циркулирующей водой, оснащенный единой магистралью для размещения анализаторов и датчиков контроля свойств и состава воды, вторичных преобразователей, измерительных каналов испытуемых САК сбросов для проведения испытаний средств измерений состава и свойств воды. Специалистами УНИИМ ежегодно проводятся испытания в целях утверждения типа как серийно выпускаемых САК, так и анализаторов воды многопараметрических и датчиков промышленных непрерывного действия, которые могут использоваться самостоятельно и в составе САК. Объемы проводимых поверок с использованием стенда – более двухсот штук в год.

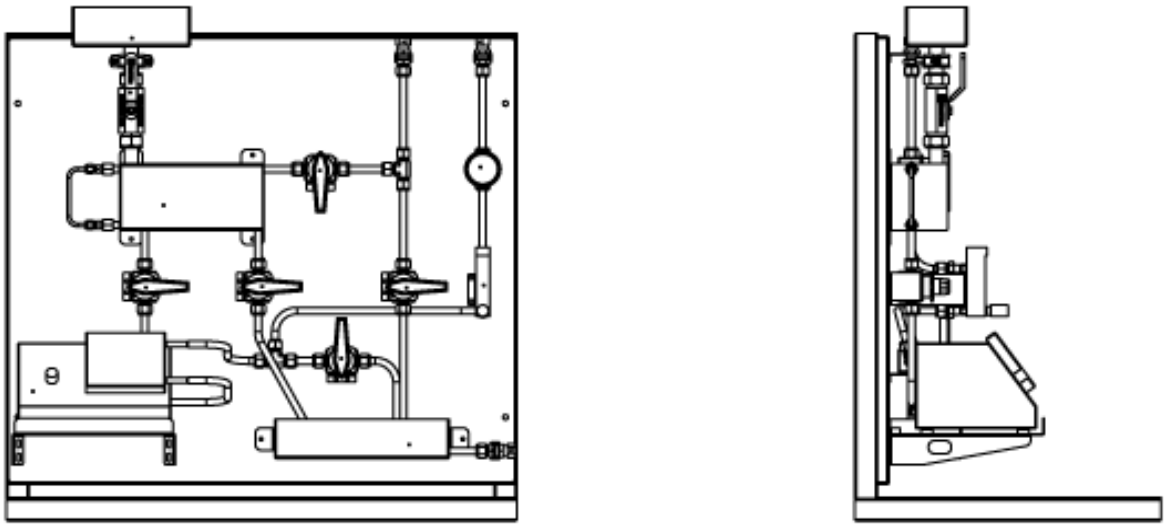


Рис.1. Схема лабораторного стенда

Следующим этапом разработки метрологического обеспечения САК сбросов является создание и применение при испытаниях в лабораторных условиях рабочих эталонов контроля качества воды (далее – РЭ ККВ), предназначенных для воспроизведения и передачи единиц содержания компонентов воды, характеризующих ее качество и безопасность, утвержденные в соответствии в установленном порядке [9]. В настоящее время в УНИИМ – филиале ФГУП «ВНИИМ им Д.И.Менделеева» ведется разработка первого РЭ ККВ. В его основе предусмотрено применение имеющегося и зарекомендовавшего себя замкнутого контура с контролируемым давлением и скоростью потока, а также дополнительного безнапорного контура, оснащенного точкой проботбора и единой магистралью для последовательного размещения анализаторов, датчиков измерительных каналов САК сбросов, предназначенных для работы с самотечной водой.

Планируемый РЭ ККВ при анализе основных компонентов воды должен отвечать требованиям по прослеживаемости к Государственным первичным эталонам в соответствии с поверочными схемами, утвержденными в установленном порядке [10].

ЛИТЕРАТУРА

1. Об охране окружающей среды: Федер. закон Рос. Федерации от 10 января 2002 г. №7-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 20 декабря 2001 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 26 декабря 2001 г. (в редакции от 26 марта 2022 г. № 71-ФЗ) // Официальный интернет-портал правовой информации. Дата опубликования: 26.03.2022. Номер опубликования: 0001202203260008.

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

3. Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке: Приказ Министерства промышленности и торговли Рос. Федерации от 31 июля 2020 г. № 2510 // Официальный интернет-портал правовой информации. Дата опубликования: 23.11.2020. Номер опубликования: 0001202011230010.

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 Министерства промышленности и торговли Рос. Федерации от 28 августа 2020 г. № 2905 // Официальный интернет-портал правовой информации. Дата опубликования: 23.11.2020. Номер опубликования: 0001202011230062.

5. Об утверждении Правил создания и эксплуатации системы автоматического контроля выбросов загрязняющих веществ и (или) сбросов загрязняющих веществ: Постановление Правительства Рос. Федерации от 13 марта

2019 г. № 262 // Официальный интернет-портал правовой информации. Дата опубликования: 15.03.2019. Номер опубликования: 0001201903150003.
6. О требованиях к автоматическим средствам измерения и учета показателей выбросов загрязняющих веществ и (или) сбросов загрязняющих веществ, к техническим средствам фиксации и передачи информации о показателях выбросов загрязняющих веществ и (или) сбросов загрязняющих веществ в государственный реестр объектов, оказывающих негативное воздействие на окружающую среду: Постановление Правительства Рос. Федерации от 13 марта 2019 г. № 263 // Официальный интернет-портал правовой информации. Дата опубликования: 15.03.2019. Номер опубликования: 0001201903150011.
7 Об утверждении Правил осуществления контроля состава и свойств сточных вод и о внесении изменений и признании утратившими силу некоторых актов Правительства Российской Федерации/ Постановление Правительства Рос. Федерации от 22.05.2020 № 728 // Официальный интернет-портал правовой информации. Дата опубликования: 26.05.2020. Номер опубликования: 0001202005260012
8. Создание системы автоматического контроля и учета сбросов загрязняющих веществ в водные объекты / С.В. Медведевских [и др.] // Стандартные образцы в измерениях и технологиях: сб. труд. III Междунар. науч. конф., Екатеринбург, 11-14 сентября 2018 г. / Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии [и др.]. Екатеринбург: УНИИМ, 2018. С. 126–128.
9. Об эталонах единиц величин, используемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений: Постановление Правительства Рос. Федерации от 23 сентября 2010 г. № 734 (с изменениями и дополнениями от 21 октября 2019 № 1355) // Официальный интернет-портал правовой информации. Дата опубликования: 22.10.2019. Номер опубликования: 0001201910220024.
10. Об утверждении требований к содержанию и построению государственных поверочных схем и локальных поверочных схем, в том числе к их разработке, утверждению и изменению, требований к оформлению материалов первичной аттестации и периодической аттестации эталонов единиц величин, используемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, формы свидетельства об аттестации эталона единицы величины, требований к оформлению правил содержания и применения эталона единицы величины, формы извещения о непригодности эталона единицы величины к его применению: Приказ Министерства промышленности и торговли Рос. Федерации от 11 февраля 2020 г. № 456 // Официальный интернет-портал правовой информации. Дата опубликования: 25.08.2020. Номер опубликования: 0001202008250060.

УДК 006.9:53.089.68:621.318.13
ГРНТИ 90.27.34:90.29.00

Разработка стандартных образцов динамических магнитных свойств стали электротехнической холоднокатаной изотропной

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

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: serdyukovsv@uniim.ru

Аннотация: в докладе представлены сведения об аспектах разработки стандартных образцов динамических магнитных свойств стали электротехнической холоднокатаной изотропной, выполненных в форме полос для аппарата Эпштейна.

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

Электротехнические стали являются широко применяемыми промышленными магнитомягкими материалами (далее – МММ). Они используются при изготовлении генераторов, трансформаторов и прочего электротехнического оборудования. Ключевыми характеристиками, определяющими качество электротехнической стали, являются динамические магнитные свойства (удельная мощность магнитных потерь и магнитная индукция при перемагничивании в переменном магнитном поле) [1, 2, 3].

В настоящий момент утверждены типы стандартных образцов (далее – СО) динамических магнитных свойств, изготовленных из анизотропной электротехнической стали и выполненных в виде колец [4], листов [5] и полос для аппарата Эпштейна [6]. Основной аттестуемой характеристикой для данных СО является величина удельной мощности магнитных потерь, воспроизводимая Государственным первичным эталоном единиц мощности магнитных потерь, магнитной индукции постоянного магнитного поля в диапазоне от 0,1 до 2,5 Тл и магнитного потока в диапазоне от $1 \cdot 10^{-5}$ до $3 \cdot 10^{-2}$ Вб (далее – ГЭТ 198) [7, 8]. В соответствии с утверждённой Государственной поверочной схемой для средств измерений мощности магнитных потерь МММ и магнитных характеристик магнитотвёрдых материалов [9] величина удельных магнитных потерь передаётся непосредственно от ГЭТ 198 к СО, которые используются для метрологического обеспечения средств измерений магнитных свойств МММ. Кроме этого, для определения аттестованных значений СО по величине магнитной индукции была разработана и аттестована методика измерения магнитной индукции в переменных магнитных полях образцов МММ индукционным методом [10].

В разрабатываемых СО динамических магнитных свойств стали электротехнической холоднокатаной изотропной передача размера единицы величины удельной мощности магнитных потерь происходит путём прямых измерений на ГЭТ 198, а определение величины магнитной индукции проводится по аттестованной методике. Форма образцов, выполненных в виде полос для аппарата Эпштейна, на данный момент является наиболее востребованной у предприятий металлургии и электротехнической промышленности. Однако в дальнейшем авторы планируют также заняться разработкой СО динамических магнитных свойств, выполненных в форме колец и листов, изготовленных для нужд более широкого круга потребителей и производителей МММ.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ 21427.2-83 Сталь электротехническая холоднокатаная изотропная тонколистовая. Технические условия (с Изменениями N 1-5, с Поправкой). М.: ИПК Издательство стандартов, 2003.
2. ГОСТ 32482-2013 Прокат тонколистовой холоднокатаный из электротехнической анизотропной стали для трансформаторов. Технические условия. М.: Стандартинформ, 2014.

3. ГОСТ 33212-2014 Прокат тонколистовой холоднокатаный из электротехнической изотропной стали. Технические условия. М.: Стандартинформ, 2015.
4. ГСО 10270-2013 Стандартный образец динамических магнитных свойств стали электротехнической холоднокатаной анизотропной // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/389912 (дата обращения: 28.07.2022)
5. ГСО 2129-89 Стандартный образец удельных магнитных потерь (сталь электротехническая холоднокатаная анизотропная) комплект СОТЭСЛ // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/393998 (дата обращения: 28.07.2022)
6. ГСО 10271-2013 Стандартный образец динамических магнитных свойств стали электротехнической холоднокатаной анизотропной (СОТЭС) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/389911_(дата обращения: 28.07.2022)
7. ГЭТ 198 Государственный первичный эталон единиц мощности магнитных потерь, магнитной индукции постоянного магнитного поля в диапазоне от 0,1 до 2,5 Тл и магнитного потока в диапазоне от $1 \cdot 10^{-5}$ до $3 \cdot 10^{-2}$ Вб / институт-хранитель УНИИМ // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397884 (дата обращения: 28.07.2022)
8. Volegova E. A. et al. GET 198–2017, State Primary Standard of Unit of Power of Magnetic Losses and Unit of Magnetic Induction of Constant Magnetic Field in Range from 0.1 to 2.5 T and Magnetic Flux from 1· 10[^–5] to 3· 10[^–2] Wb // Measurement Techniques. 2018. Vol. 61. №. 3. P. 199-202. https://doi.org/10.1007/s11018-018-1409-2
9. Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений мощности магнитных потерь магнитомягких материалов и магнитных характеристик магнитотвердых материалов: Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 декабря 2018 № 2816 // Росстандарт [сайт]. URL: https://www.rst.gov.ru/portal/gost/home/activity/documents/orders#/order/67530 (дата обращения: 28.07.2022)
10. М.261.0059/RA.RU.311866/2022 Методика измерений магнитной индукции в переменных магнитных полях образцов магнитомягких материалов индукционным методом // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/16/items/1400432 (дата обращения: 28.07.2022)

УДК 543.551:53.089.68
ГРНТИ 90.03.19

О способах реализации метрологической прослеживаемости к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019

Собина А. В., Собина Е. П., Кремлева О. Н.

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И.Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: sobinaav@uniim.ru

Аннотация: Рассмотрены способы установления метрологической прослеживаемости результатов аналитических измерений к ГЭТ 176 с использованием стандартных образцов состава чистых химических веществ, вторичного эталона ГВЭТ 176-1-2010, применения аттестованных методик измерений с установленной прослеживаемостью, расчетно-экспериментальных процедур и межлабораторного эксперимента.

Ключевые слова: государственный первичный эталон, ГЭТ 176, государственная поверочная схема, неорганические компоненты, стандартный образец, метрологическая прослеживаемость, аналитические измерения

Вопросам обеспечения прослеживаемости измерений в последние годы уделяется большое внимание как в международном метрологическом сообществе, так и в отечественном. Так, к новеллам 2022 г. можно отнести закрепленное в МИ 3650-2022 [1] требование указывать в тексте методики поверки средств измерений сведения о том, к какому государственному первичному эталону обеспечена прослеживаемость результатов измерений, полученных с помощью этого средства измерений. Для производителей стандартных образцов (СО) требование указания информации о прослеживаемости аттестованных значений не является новым, ранее она приводилась в паспорте на СО, а с недавнего времени указывается и в описании типа. Эти меры направлены на помощь калибровочным и испытательным аналитическим лабораториям в доказательстве прослеживаемости своих результатов измерений во исполнение требований стандарта ГОСТ ISO/IEC 17025 [2].

Вопросы установления метрологической прослеживаемости СО подробно рассмотрены в [3,4]. Одним из предпочтительных способов является установление прослеживаемости к первичному эталону одноименной единицы величины. Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019 (далее ГЭТ 176) [5,6] и СО состава чистых веществ и их растворов, выпускаемые на ГЭТ 176, являются примером реализации цепочки метрологической прослеживаемости по международно признанным правилам. Метод кулонометрии, положенный в основу ГЭТ 176, является первичным и с использованием константы Фарадея и справочных данных о молярной массе вещества обеспечивает прослеживаемость непосредственно до единиц СИ – килограмма, ампера, секунды. СО, аттестуемые на ГЭТ 176, можно отнести к первичным СО (primary reference materials) [7]. Некоторые из этих СО (ГСО 2215-81, ГСО 2216-81, ГСО 4391-88, ГСО 9969-2011, ГСО 10498-2014, ГСО 11713-2021) по результатам успешного участия ГЭТ 176 в международных ключевых сличениях внесены в базу данных измерительных и калибровочных возможностей Международного бюро мер и весов в качестве средства оказания метрологического сервиса национальным метрологическим институтом (ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»), что для стандартных образцов является высшим уровнем международного признания.

Наличие классификации СО по типам химических реакций, реализуемых в титриметрии, позволяет с помощью относительно небольшой номенклатуры СО осуществлять передачу широкому списку определяемых компонентов [8,9]. Именно структурированная схема передачи единиц величин, характеризующих химический состав веществ и материалов, и наличие разработанных первичных СО позволило ГЭТ 176 стать на данный момент одним из самых востребованных государственных первичных эталонов, до которого чаще всего реализована метрологическая прослеживаемость аттестованных значений СО состава веществ, материалов и растворов веществ, выпускаемых различными производителями. Так, по данным Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений в 2021 году из 199 новых утвержденных типов СО 124 типа аттестованы по показателям состава, из них 72 типа прослеживаются к ГЭТ 176 (15 типов посредством применения вторичного эталона ГВЭТ 176-1-2010).

Метрологическая прослеживаемость аттестованных значений СО к ГЭТ 176 обеспечена одним из следующих способов:

- измерения с целью установления аттестованных значений выполнены непосредственно на ГЭТ 176 (на одной из трех эталонных установок, реализующих методы кулонометрического титрования, кулонометрии с контролируемым потенциалом, масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой);

- измерения с целью установления аттестованных значений выполнены на вторичном эталоне единиц массовой доли и массовой молярной концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе объемного титриметрического метода анализа ГВЭТ 176-1-2010 (далее ГВЭТ 176-1);

- реализована расчетно-экспериментальная процедура приготовления с установлением массовой доли основного компонента в исходном материале стандартного образца посредством измерений на ГЭТ 176, ГВЭТ 176-1 или по аттестованной методике измерений с установленной прослеживаемостью до ГЭТ 176 (то есть предусматривающей применение СО, прослеживаемых к ГЭТ 176, для выполнения измерений или для контроля точности измерений);

- организован межлабораторный эксперимент, включающий результаты измерений на ГЭТ 176 или ГВЭТ 176-1;

- применена аттестованная методика измерений в одной лаборатории с подтверждением аттестованного значения стандартного образца посредством измерений на ГЭТ 176 или ГВЭТ 176-1;

- применена аттестованная методика измерений в одной лаборатории с использованием стандартных образцов утвержденных типов, прослеживаемых к ГЭТ 176.

Рекомендации по формулированию некоторых типовых утверждений о прослеживаемости аттестованных значений СО приведены в документе «Рекомендация по оформлению заявок, заявлений и прилагаемых к ним документов при утверждении типа стандартных образцов и внесении изменений в сведения о них, содержащиеся в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений», разработанном УНИИМ – филиалом ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» взамен МИ 3300-2010 [10] и находящемся сейчас в стадии согласования.

Порядок передачи единиц величин, воспроизводимых ГЭТ 176, средствам измерений регламентирован государственной поверочной схемой для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта № 148 от 19.02.2021 с изменениями, утвержденными приказом Росстандарта № 761 от 17.05.2021. Как видно из названия, поверочная схема распространяется на средства измерений содержания неорганических компонентов. Однако существует достаточно много органических веществ, которые при растворении диссоциируют на ионы, то

есть переходят в те же титруемые формы, что и неорганические вещества, поэтому результаты их количественного определения так же могут быть прослеживаемы к ГЭТ 176. Такие СО состава органических веществ предназначены для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений, калибровки средств измерений, аттестации и контроля точности методик измерений. Для поверки СИ содержания органических компонентов необходимо использовать СО, прослеживаемые 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.

Еще одним способом установления прослеживаемости результатов измерений к ГЭТ 176 является участие в межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаниях (МСИ), в которых приписанное значение измеряемого показателя состава в образце для МСИ установлено на ГЭТ 176 или с применением первичных СО, прослеживаемых к ГЭТ 176. Получить положительное заключение об участии в таком раунде МСИ бывает сложнее, чем в раунде, где приписанное значение устанавливается как согласованное между участниками, но и ценность такого положительного заключения значительно выше. Вывод о положительном участии в случае установления приписанного значения по согласованному значению между участниками можно интерпретировать как «мой результат согласуется с результатами других испытательных лабораторий», тогда как в случае участия в раунде с метрологической прослеживаемостью приписанного значения к ГЭТ 176 положительный вывод означает «мой результат согласуется с результатом государственного первичного эталона ГЭТ 176» (а в случае успешного участия государственного первичного эталона в международном ключевом сличении по данному показателю - и с национальными эталонами других стран). Очевидно, что это качественно разные уровни признания компетентности лабораторий, участвующих в МСИ. При организации МСИ отдел физико-химических измерений УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» используют свой обширный опыт участия в международных сличениях, в том числе опыт координирования международных ключевых сличений под эгидой Консультативного комитета по количеству вещества – Метрология в химии и биологии Международного Бюро мер и весов.

Таким образом, благодаря наличию

- современного высокоточного и хорошо исследованного оборудования в составе ГЭТ 176, высококвалифицированного персонала, обеспечивающего регулярное участие ГЭТ 176 в международных ключевых сличениях и подтверждающего измерительные и калибровочные возможности России на международном уровне;

- выстроенной системы передачи единиц величин, основанной на стандартных образцах состава как носителях единиц, характеризующих химический состав веществ и материалов,

- а также относительно новому и пока развивающемуся направлению МСИ с прослеживаемостью к ГЭТ 176

создана основа для обеспечения метрологической прослеживаемости результатов аналитических измерений как для производителей стандартных образцов состава веществ и материалов, так и для широкого круга испытательных лабораторий.

ЛИТЕРАТУРА

1. МИ 3650-2022 Государственная система обеспечения единства измерений. Рекомендация по оформлению заявок, заявлений и прилагаемых к ним документов при утверждении типа средств измерений и внесении изменений в сведения о них, содержащиеся в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений. М.: ФГУП ВНИИМС, 2022. 177 с.

2. ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 Межгосударственный стандарт. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: Стандартинформ. 2021. 32 с.
3 Метрологическая прослеживаемость стандартных образцов КООМЕТ. Часть 1. Международная практика по установлению прослеживаемости сертифицированных значений стандартных образцов / С.В. Медведевских [и др.] // Измерительная техника. 2021. № 8. С. 25–29. https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-8-25-29
4. Метрологическая прослеживаемость стандартных образцов КООМЕТ. Часть 2. Характеризация стандартных образцов / С.В. Медведевских [и др.] // Измерительная техника. 2021. № 8.С. 30–37. https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-8-30-37
5. 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.
6. Создание эталонной установки на основе кулонометрии с контролируемым потенциалом в рамках совершенствования Государственного первичного эталона ГЭТ 176 и ее измерительные возможности / В.М. Зыскин [и др.] // Стандартные образцы. 2016. №2. С. 44–54.
7. Quinn T.J. Primary methods of measurement and primary standards // Metrologia. 1997. Vol. 34. P. 61–65. https://doi.org/10.1088/0026-1394/34/1/9
8. Разработка принципов обеспечения единства измерений при химическом анализевеществ на основе исходных стандартных образцов, аттестованных методом кулонометрического титрования: отчет о НИР (заключительный) : 01850038347 / Всесоюзный научно-исследовательский институт метрологии стандартных образцов ; рук. А.А. Проскурников; исполн.: Ю.Н. Левченко [и др.]. Екатеринбург, 1989. 170 с.
9. Собина А.В. Разработка государственного первичного эталона единиц массовой доли и массовой концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрического титрования: дисс. канд. техн. наук: 05.11.15. ВНИИМ им. Д. И. Менделеева, С-Петербург, 2014. 149 с.
10. МИ 3300-2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Рекомендации по подготовке, оформлению и рассмотрению материалов испытаний стандартных образцов в целях утверждения типа. ФГУП УНИИМ, Екатеринбург, 2010 г. 44 с.

УДК 53.089.68:519.2
ГРНТИ 90.29.25:83.03.51

Совершенствование алгоритмов оценивания однородности стандартных образцов дисперсных и монолитных веществ

Собина Е. П.[1], Аронов П. М.[1], Мигаль П. В.[1], Кремлева О. Н.[1], Фирсанов В. А.[1], Медведевских С. В.[2]

[1] Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии и имени Д.И. Менделеева», г. Екатеринбург, Россия, e-mail: sobina_egor@uniim.ru

[2] ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия

Аннотация: В работе рассмотрены алгоритмы по оцениванию неоднородности стандартных образцов, изложенные в ГОСТ 8.531 и обозначены их недостатки. На основе международного стандарта ISO Guide 35 предложены усовершенствованные алгоритмы оценивания однородности стандартных образцов дисперсных и монолитных веществ, которые планируется использовать при актуализации ГОСТ 8.531.

Ключевые слова: стандартная неопределенность от неоднородности, однофакторный и двухфакторный дисперсионный анализ, стандартный образец

Стандартные образцы широко используются для поверки и калибровки средств измерений, а также для построения градуировочной (калибровочной) характеристики и контроля точности в аттестованных и стандартизованных методиках измерений. Одним из источников неопределенности стандартных образцов является стандартная неопределённость от неоднородности. В странах СНГ для оценивания неоднородности широкое распространение получил ГОСТ 8.531 [1]. При этом на международном уровне применяется ISO Guide 35 [2], в котором имеются заметные отличия и рекомендации в части обработки результатов измерений при оценивании неоднородности. В качестве основных предпосылок по внесению изменений в алгоритмы, изложенные в ГОСТ 8.531 можно выделить следующие:

I - не изложены статистические модели, на которых базируется оценка стандартного отклонения от неоднородности;

II - в случае, когда стандартная неопределенность от неоднородности сравнима со стандартной неопределённостью измерений типа А, алгоритмы ГОСТ 8.531 отличаются от международного стандарта ISO Guide 35;

III - для оценки однородности монолитных материалов приведён лишь частный алгоритм обработки данных для числа аналитических поверхностей и числа повторных измерений, равных 2;

IV - отсутствует возможность обработки данных с пропущенными данными, что неизбежно происходит на практике ввиду появления выбросов;

V - область применения ограничена только для стандартного образца состава, хотя общее алгоритмы могут быть справедливы и для стандартных образцов свойств.

Для решения данных проблем разработаны статистические модели результатов измерений для оценки однородности дисперсных и монолитных веществ и на основе однофакторного и двухфакторного дисперсионного анализа; конкретные алгоритмы обработки данных по оценке неоднородности материала стандартного образца для произвольного количества повторных измерений в группах, отбираемых для исследований экземпляров стандартных образцов. При опробовании алгоритмов использованы реальные экспериментальные данные, полученные при оценке неоднородности стандартных образцов различных материалов. Показано, что, если стандартная неопределенность от неоднородности стандартного образца сравнима со стандартной неопределённостью измерений значений

аттестуемых характеристик стандартного образца типа А, алгоритмы ГОСТ 8.531 отличаются от международного стандарта ISO Guide 35 и приводят, как правило, к заниженным значениям оценок стандартной неопределенности от неоднородности материала стандартного образца в дисперсном или монолитном виде.

Проработаны алгоритмы для оценки неоднородности для случая неполных данных, что часто происходит в практике оценивания неоднородности стандартных образцов из-за появления выбросов в результатах измерений, отсутствия возможности повторения измерений, например, при применении разрушающих материал стандартного образца методов измерений.

Разработанные новые алгоритмы для оценки однородности стандартных образцов дисперсных и монолитных материалов предлагается использовать при актуализации ГОСТ 8.531.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ 8.531-2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности. М.: Стандартинформ, 2008.
2. ISO Guide 35:2017 Reference materials — Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability // ISO [website]. URL: https://www.iso.org/ru/standard/60281.html

УДК 006.86
ГРНТИ 90.03.03

Совершенствование методологии по внедрению методик (методов) измерений (испытаний) в деятельность испытательных лабораторий

Степанов А. С., Канаева Ю. С.

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»,
Екатеринбург, Россия, e-mail: stepanovas@uniim.ru

Аннотация: В УНИИМ были разработаны рекомендации по метрологии Р 50.2.060-2008, содержащие способы верификации методик количественного химического анализа, прошедших аттестацию. В настоящий момент требуется разработка серии документов с целью стандартизации методологии по внедрению широкой номенклатуры методик (методов) измерений (испытаний), в том числе не содержащих метрологических характеристик, в деятельность испытательных лабораторий.

Ключевые слова: методика измерений, метод испытаний, верификация, внутрилабораторная вадидация, неопределенность измерений, аккредитация лабораторий

Задача по внедрению в деятельность испытательных лабораторий методик (методов) измерений (испытаний) обусловлена требованиями ГОСТ ISO/IEC 17025 [1], а также требованиями законодательства в области обеспечения единства измерений, и распространяется на все внешние, признанные методики (методы), в разработке которых лаборатория непосредственно не участвовала. Испытательная лаборатория согласно ГОСТ ISO/IEC 17025 «должна подтвердить, что она может надлежащим образом применять выбранные методы, обеспечивая требуемое исполнение». Процитированное требование содержит дефект перевода в части «…обеспечивая, требуемое исполнение» – оригинальный документ [2] указывает: «The laboratory shall verify that it can properly perform methods before introducing them by ensuring **that it can achieve the required performance»,** и выделенный фрагмент необходимо понимать «что она (*лаборатория*) сможет достичь требуемую эффективность». Понятие «эффективность (performance)» в области измерений в зарубежных документах напрямую ассоциировано с методиками (методами), что продемонстрировано в Таб. 1.

Таблица 1

Документ	**Понятие**	**Примеры, раскрывающие понятие**
Технический отчет ИЮПАК [3]	Характеристики эффективности метода	Применимость; селективность; калибровка и линейность; правильность; прецизионность; извлечение; диапазон; предел обнаружения; предел определения; чувствительность; устойчивость; соответствие назначению; вариация матриц; неопределенность измерений
Технический отчет ИЮПАК [4]	Эффективность метода	Предел повторяемости; предел воспроизводимости
Руководство Еврахим [5]	Характеристики эффективности метода	Селективность; предел обнаружения; предел количественного определения; рабочий диапазон; аналитическая чувствительность; правильность; прецизионность; неопределенность измерений; устойчивость

В отечественной практике вместо понятия «характеристики эффективности методики (метода)» широко применяются схожие понятия «показатели качества методики», «метрологические характеристики методики».

Документы на методики (методы), содержат сведения о разных характеристиках эффективности, также сведения могут отсутствовать. В зависимости от этого внедрение методик (методов) должно быть реализовано либо путем верификации, либо путем внутрилабораторной (неполной) валидации.

Верификация проводится лабораторией в том случае, когда при разработке методика (метод) была надлежащим образом метрологически исследована. Данное метрологическое исследование реализуется в рамках аттестации или полной валидации методики (метода). Для проведения верификации методика (метод) должна как минимум содержать: диапазон измерений с обеими границами, показатель точности (характеристика погрешности или расширенная неопределенности измерений), показатель воспроизводимости (если предполагается периодическое сопоставление результатов измерений, получаемых в двух лабораториях), показатель повторяемости (если предусмотрены параллельные определения). Документ Р 50.2.060 [6] содержит два способа верификации методик количественного химического анализа. В настоящее время необходимо стандартизовать дополнительные способы верификации, например, для методик, содержащих только диапазон измерений и показатель точности.

Внутрилабораторная валидация проводится лабораторией в том случае, когда при разработке методика (метод) не была надлежащим образом метрологически исследована, то есть не была проведена ее аттестация или валидация не выполнена в полном объеме – не проведено оценивание ключевых характеристик эффективности. Внутрилабораторная валидация должна предусматривать установление требуемых характеристик эффективности в качестве критериев валидации, что может быть реализовано:

- принятием сведений о необходимой эффективности методики (метода) в соответствии с требованиями нормативных актов, документов;
- оцениванием части характеристик эффективности методики (метода) на основе других с известными оценками – применение «формул перехода»;
- заимствованием сведений о необходимой эффективности методик (методов) из других подобных;
- экспертной позицией уникальной лаборатории.

При внутрилабораторной валидации проводят экспериментальные исследования, оценивают характеристики эффективности при реализации методики (метода) в лаборатории и сравнивает их с требуемыми, часть которых также может быть приведена в документе на методику (метод). В настоящее время отсутствует широко признанный национальный документ, описывающий внедрение методик (методов), предусматривающий внутрилабораторную валидацию, однако для планирования эксперимента и оценивания части характеристик эффективности доступны РМГ 61 [7], РМГ 76 [8].

Совершенствование методологии по внедрению методик (методов) в деятельность лабораторий требует разработки серии документов. Основной документ должен содержать общие положения по проведению внедрения, а также содержать рекомендуемые формы документального оформления материалов внедрения. Дополнительные документы должны учитывать специфику объекта, измеряемой величины в части особенностей регламентации проведения экспериментальных исследований и алгоритмов обработки данных. На текущий момент видится возможным создание документов для химического анализа, биотестирования, количественной микробиологии, механическим испытаниям.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: Стандартинформ, 2019.
2. ISO/IEC 17025:2017 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
3. Thompson M, Ellison S, Wood R. Harmonized guidelines for single-laboratory validation of methods of analysis (IUPAC Technical Report) // Pure and Applied Chemistry. 2002. Vol. 74, no. 5. P. 835–855. https://doi.org/10.1351/pac200274050835
4. Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Method-Performance Studies (Technical report) // Pure and Applied Chemistry. 1995. Vol. 67, no. 2. P. 331–343.
5. Magnusson B., Örnemark U. (eds.) Eurachem Guide: The Fitness for Purpose of Analytical Methods – A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics. 2nd ed. Eurachem, 2014.
6. Р 50.2.060-2008 Рекомендации по метрологии. Государственная система обеспечения единства измерений. Внедрение стандартизованных методик количественного химического анализа в лаборатории. Подтверждение соответствия установленным требованиям. Стандартинформ, 2009. С. 15.
7. РМГ 76-2014 Рекомендации по межгосударственной стандартизации. Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа. Стандартинформ, 2015. С. 114.
8. РМГ 61-2010 Рекомендации по межгосударственной стандартизации. Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки. М.: Стандартинформ, 2013. С. 62.

УДК 53.089.68
ГРНТИ 90.03.19

Метрологическая прослеживаемость аттестованных характеристик матричных стандартных образцов

Степановских В. В., Хузагалеева Р. К., Колпакова Е. К.

ЗАО «Институт стандартных образцов», г. Екатеринбург, Россия, e-mail: v.stepanovskikh@icrm-ekb.ru

Аннотация: Утверждение о прослеживаемости аттестованных характеристик является обязательным разделом паспорта сертифицированного стандартного образца (ССО). Рассмотрены подходы к обеспечению и демонстрации метрологической прослеживаемости результатов аналитических измерений при характеризации ССО матричных материалов. Предложена формулировка утверждения о прослеживаемости для включения в паспорт ССО.

Ключевые слова: сертифицированные стандартные образцы, ССО, матричные ССО, метрологическая прослеживаемость.

В аналитических измерениях, ввиду сложности и многообразия объектов анализа, задача метрологической прослеживаемости еще далека до своего решения и является весьма актуальной, в том числе при производстве сертифицированных стандартных образцов (ССО) [1-4]. Одним из важнейших принципов, на которых базируется количественный химический анализ, считают обеспечение прослеживаемости *к эталону* [физической величины]. Этот принцип может быть указан в числе основных, при этом основная физическая величина, определяющая количество вещества – «Моль» не имеет своего эталона [5].

В международной системе SI (2019 г.), моль определен как *единица количества вещества.* Один моль содержит точно 6,02214076 × 10^{23} структурных элементов. Это число – фиксированное числовое значение постоянной Авогадро (N_A, число Авогадро). Структурными элементами могут быть атомы, молекулы, ионы, электроны и любые другие частицы или определенные группы частиц [6].

Количество химического элемента или стехиометрического соединения *в молях* может быть вычислено в единицах массы – килограмм, и наоборот, масса любого элемента или стехиометрического соединения может быть выражена в молях, используя данные технического отчета IUPAC [7], в котором приведены наиболее точные, согласованные значения атомных масс элементов и изотопов с указанием неопределенности. Любая лаборатория имеет возможность сделать это. Нет необходимости иметь единый эталон единицы величины «моль».

В паспорте ССО должно быть приведено утверждение о метрологической прослеживаемости [8]. На практике, при проведении количественного химического анализа содержание определяемого элемента выражают в *единицах массовой доли*. Поскольку массовая доля определяемого элемента – это отношение *массы* определяемого элемента *m* к *массе* навески, задача химика-аналитика состоит в том, чтобы выделить и измерить тем или иным методом *массу* определяемого элемента.

Наиболее приемлемыми для характеризации стандартных образцов (СО) являются методы, основанные на принципах стехиометрии (гравиметрия, титриметрия, кулонометрия и др.). Измерения другими физико-химическими методами (атомно-эмиссионная спектроскопия с ИСП, атомно-абсорбционная спектроскопия, фотометрия и др.) основаны, как правило, на применении градуировочной зависимости измеряемого аналитического сигнала от массы (массовой концентрации) определяемого элемента, построенной непосредственно перед анализом. Результатом этих измерений также является *масса* этого элемента в навеске пробы.

Установление значений массовой доли элементов в ССО матричных материалов проводят как правило методом межлабораторной аттестации с использованием различных методик измерений в различных лабораториях. При этом лаборатории используют

аналитические методы по своему выбору. Межлабораторная и «межметодическая» характеризация базируется на усреднении по различным источникам смещения для достижения снижения неопределенности. При этом повышается надежность приписанного значения ССО [9].

Авторами предложена следующая формулировка утверждения о метрологической прослеживаемости аттестованных характеристик ССО, производимых ЗАО «ИСО»: Аттестованные значения массовой доли компонентов установлены путем межлабораторной аттестации; результаты измерений массовой доли компонентов получены с применением поверенных (калиброванных) средств измерений, методик измерений, основанных на принципах стехиометрии либо градуировках (калибровках) с применением чистых металлов и/или стехиометрических соединений, и/или сертифицированных стандартных образцов, в том числе стандартных образцов утвержденного типа; аттестованные значения массовой доли компонентов прослеживаются к единице Международной системы единиц (SI) килограмм.

ЛИТЕРАТУРА

1. Koeber R., Linsinger T.P.J., Emons H. An approach for more precise statements of metrological traceability on reference material certificates // Accreditation and quality assurance. 2010. Vol. 15. no. 4. P. 255–262. https://doi.org/10.1007/s00769-010-0644-2

2. ISO/TR 16476:2016 Reference materials — Establishing and expressing metrological traceability of quantity values assigned to reference materials.

3. Sargent M.. The provision and use of traceability statements for reference materials // Accreditation and quality assurance. 2020. Vol. 25. P. 367–372 https://doi.Org/10.1007/s00769-020-01450-8

4. Метрологическая прослеживаемость в химических измерениях: под ред. В.Б. Барановской, И.В. Болдырева. М.: Техносфера, 2022. 106 с.

5. Карпов Ю.А. Филиппов М.Н., Барановская В.Б. Решенные и нерешенные проблемы метрологии химического анализа // Журнал аналитической химии. 2019. Т. 74, № 9.

6. Международная система единиц (SI): издание 9-е. 2019 г. https://www.vniim.ru/files/SI-2019.pdf

7. Standard atomic weights of the elements 2021 (IUPAC Technical Report) / T. Prohaska [et al.] // Pure and Applied Chemistry. 2022. Vol. 94. no. 5. P. 573–600. https://doi.org/10.1515/pac-2019-0603

8. ГОСТ ISO Guide 30-2019 Стандартные образцы. Некоторые термины и определения. М.: Стандартинформ, 2019. С. 15.

9. ISO Guide 35:2017 Reference materials — Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability // ISO [website]. URL: https://www.iso.org/ru/standard/60281.html

УДК 006.9:006.91:669
ГРНТИ 90.29.25:53.49.19

Производство стандартных образцов для металлургии. Состояние и перспективы

Степановских В. В.

ЗАО «Институт стандартных образцов», г. Екатеринбург, Россия, e-mail: v.stepanovskikh@icrm-ekb.ru

Аннотация: В марте 2023 года ЗАО «ИСО» будет отмечать 60-летний юбилей. Созданная за предыдущие годы система стандартных образцов позволяет обеспечивать деятельность аналитических лабораторий металлургических предприятий необходимыми стандартными образцами. Рассмотрены новые СО, разработанные за последние 5 лет и планируемые к производству в ближайшие годы.

Ключевые слова: стандартный образец; стандартные образцы черных металлов, испытания стандартных образцов

ЗАО «Институт стандартных образцов» почти 60 лет обеспечивает аналитические лаборатории стандартными образцами (СО). Институт аккредитован в соответствии с требованиями международного стандарта ISO 17034:2016, аккредитован в национальной системе аккредитации на право испытаний СО в целях утверждения типа. и имеет два основных направления деятельности:

1. Производство повторных партий ССО, для обеспечения потребности предприятий, поскольку образцы расходуются и заканчиваются.

2. Разработка новых ССО, исходя из тенденций развития металлургических технологий и потребностей промышленных предприятий.

По первому направлению: ЗАО «ИСО» осуществляет прогнозирование возможной потребности в действующих образцах, проводит исследования с целью продления срока годности (при наличии достаточного количества СО), либо планирует производство новой партии данного типа СО. В 2021 году наши образцы были приобретены 529 предприятиями. Продано более 900 кг дисперсных образцов для химического анализа и около 5000 экз. монолитных образцов для спектрального анализа.

Новые типы дисперсных СО, а также СО с аттестацией только газообразующих примесей углерода, серы, кислорода, азота, водорода, разработанные за последние 5 лет в рамках *второго направления деятельности* показаны в таблице.

Таблица 1. Перечень новых типов СО, разработанных за последние 5 лет

Индекс СО	**Номер ГСО**	**Наименование**	**Примечание**
ИСО У7/1	11757-2021	СО стали (ИСО УС 9)	Инструментальная углеродистая сталь типа У10А Аттестовано 9 элементов
ИСО Р35-1	11645-2020	СО руды сульфидной медной Гайского ГОК	Аттестовано 8 компонентов, в том числе Pb, As, Ag и Au.
ИСО Р41	11871-2022	СО концентрата железорудного Оленегорского ГОК	Аттестовано 10 компонентов, в том числе оксиды Mg, Mn (II), Ti (IV), P
ИСО Ф23-1	10809-2016	СО ферросиликомарганца типа МнС17	Аттестовано 9 элементов, в том числе микропримеси B, Al, Ca, Ti дополнительно аттестованы в 2022 г.
ИСО Ф36/1	11138-2018	СО хрома металлического типа Х99Н1	Аттестованные характеристики: хром и 9 микропримесей, массовая доля каждой не превышает 0,005%.
ИСО Ф46/1	11412-2019	СО феррохрома высокоуглеродистого ФХ650Б	Аттестовано 6 элементов.
ИСО Ф47/1	11588-2020	СО феррохрома высокоуглеродистого ФХ900Б	Аттестовано 6 элементов.

Индекс СО	Номер ГСО	Наименование	Примечание
ИСО Ш17	11438-2019	СО шлака металлургического	Шлак высокоосновный Аттестовано 11 компонентов.
ИСО Ш18	11610-2020	СО шлака доменного	Шлак низкоосновный. Аттестовано 7 компонентов.
ИСО 1-1	11777-2021	СО массовой доли H, O, N в материале на основе титана	СО изготовлен из Ti сплава типа 2В в виде цилиндров диаметром 2,5 мм, высотой не более 7 мм.
ИСО 1-2	11777-2021	СО массовой доли водорода, кислорода и азота в материале на основе титана (ИСО 1)	СО изготовлен из титана типа ВТ1-00 (ГОСТ 19807-91) в виде цилиндров диаметром 2,5 мм, высотой не более 7 мм.
ИСО 8-1	11870-2022	СО массовой доли кислорода и серы в меди (ИСО 8)	СО изготовлен из меди типа М00 (ГОСТ 859-2014) в виде прутков диаметром 3 мм, длиной (80-90) мм.

За последние 5 лет были разработаны новые СО для спектрального анализа 5 типов чугунов, 4 – бронзы, 13 – стали. Информация о разработанных монолитных СО для спектрального анализа представлена в докладе Третьяковой М.В., Лащеновой Е.А., Игнатенко Т.И. [3].

К своему 60-летию институт подходит в стабильном состоянии и «бесценным» накопленным опытом. Уже сверстаны планы на 2023-2024 гг.

Если оглянуться назад можно увидеть, как деятельность по разработке, СО обрастала бюрократическими барьерами, и псевдометрологическим «туманом». Например, раздел «Утвержденные типы стандартных образцов» Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений «Аршин» (ФИФ), содержит по состоянию на 18.08.2022 г. 9293 записи [1]. При этом невозможно посмотреть сколько-же *действующих* образцов в базе. На примере нашего института, можно сказать точно, что записей (!) об образцах ЗАО «ИСО» содержится 579, однако есть 2 записи об образцах АО «ИСО», 660 записей – ИСО ЦНИИЧМ (наименование нашего института до 1992 г.) и 178 записей – ВНИИСО (наименование нашего института с 1963 по 1974 г.). Считаем, что раздел «Утвержденные типы стандартных образцов» ФИФ «Аршин» требует чистки, реконструкции и создания более полезного поискового интерфейса.

Уже много лет действует процедура *испытаний* стандартных образцов в целях утверждения типа[1], а также процедура *проверки результатов испытаний* в едином центре – УНИИМ. Улучшило ли это качество СО, включаемых в ФИФ?

Широко внедряется в практику демонстрирование и подтверждение метрологической прослеживаемости при установлении аттестованных значений СО. Однако, более-менее прозрачные схемы метрологической прослеживаемости в аналитических измерениях отсутствуют.

ЛИТЕРАТУРА

1. ISO 17034:2016 General requirements for the competence of reference material producers. // ISO [website]. URL: https://www.iso.org/standard/29357.html

2. Утвержденные типы стандартных образцов // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений [сайт]. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19

3. Третьякова М.В., Лащенова Е.А., Игнатенко Т.И. Новые тенденции формирования номенклатуры стандартных образцов для спектрального анализа, выпускаемых ЗАО «ИСО» // Стандартные образцы в измерениях и технологиях: сб. труд. Часть «Ru». V Междунар. науч. конф., Екатеринбург, 13-16 сентября 2022 г. / Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии [и др.]. Екатеринбург: ВНИИМ, 2022. С.153-154.

[1] ЗАО «ИСО» аккредитован Федеральной службой по аккредитации в области обеспечения единства измерений на право испытаний СО в целях утверждения типа.

УДК 006.91: 539.14 + 664:539. 1.047:539.1.04 + 621.039.83
ГРНТИ 90.03.00+90.27.38+90.29.00+90.29.27

Стандартные образцы поглощенной дозы: расширение динамического диапазона и усовершенствование неопределенности измерений

Тенишев В. П.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений», г.п. Менделеево, Московская область, Россия, e-mail: tenishev@vniiftri.ru

Аннотация: В работе предложены способы расширения динамического диапазона измерения поглощенной дозы (ПД) высокоинтенсивного ионизирующего излучения радиохромными пленочными дозиметрическими системами. Проведены оценки неопределенности измерений в зависимости от толщины и начальной оптической плотности радиационно-чувствительного слоя радиохромной композиции. Показано, что метод многослойной технологии одно-, двух- трёх- и четырёхслойных радиохромных плёнок расширяет диапазон измеряемых поглощенных доз (ПД) в область малых доз от единиц Гр до 1000 Гр.

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

Согласно государственной поверочной схеме [1] передача мощности поглощённой дозы интенсивного фотонного, электронного и бета-излучений в радиационных технологиях должна осуществляться вторичными (***Меры***) и рабочими эталонами к средствам измерений с указанием погрешностей и основных методов поверки (калибровки). В качестве рабочих эталонов и средств измерений дозы утверждены стандартные образцы ПД на основе пленки окрашенной радиохромной со слоем радиационно-чувствительной композиции (РЧК). К настоящему времени вторичных эталонов поглощенной дозы нет. В данной работе показана возможность использования существующих стандартных образцов утвержденного типа ПД в качестве вторичных эталонов **(Мер)** ПД ионизирующего излучения, воспроизводящих и (или) хранящих одну или несколько точек выбранной шкалы измерений ПД с достаточной неопределенностью измеряемых значений поглощенной дозы в широком динамическом диапазоне.

Методика создания таких **Мер** на базе существующих стандартных образцов утвержденного типа поглощенной дозы утвержденного типа заключается в следующем. Из комплекта подготовленного по ТУ [2] и в соответствии с описанием стандартных образцов утвержденного типа [3] из одной исходной партии пленки сырца с оптической плотностью А

$$A_0 - 0{,}01 \le A \le A_0 + 0{,}01\ , \qquad (1)$$

(где A_0 –средние значения ОП от 0.15 до 0,2 от партии к партии пленки сырца) отбираются отдельные подпартии по значению начальной оптической плотности A_{0i}. Каждая i-ая партия комплектуется путем отборочных измерений на двухлучевом спектрофотометре SPECORD® 210PLUS (Analytik Jena, Германия) со значениями начальной ОП в диапазоне

$$A_{0i} - 0{,}001 \le A_i \le A_{0i} + 0{,}001, \qquad (2)$$

где A_{0i} – средняя оптическая плотность i-й отдельной подпартии.

Как видно из выражений (1) и (2), по данной методике будут отобраны подпартии образцов пленки со стандартной неопределенностью ***u***, существенно превосходящей стандартной неопределенности исходной партии пленки. Очевидно, предложенная методика приведет к созданию нового поколения высокоточных пленочных стандартных образцов ПД, значительно превышающих существующие стандартные образцы утвержденного типа как по динамическому диапазону, так и по точностным характеристикам. Такие стандартные образцы могут быть использованы как **Мера** воспроизводящая и (или) хранящая одну выбранную точку шкалы поглощенной дозы, так и как многозначная **Мера**, воспроизводящая

и (или) хранящая две или более точек шкалы, например, при калибровке СО во всем диапазоне допущенных доз.

ЛИТЕРАТУРА

1. Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений мощности поглощённой дозы интенсивного фотонного, электронного и бета-излучений для радиационных технологий: Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 ноября 2018 № 2515 // Росстандарт : официальный сайт. URL: https://www.rst.gov.ru/portal/gost/home/activity/documents/orders#/order/59524
2. ТУ 2379-026-13271746-2006 Пленка окрашенная радиационно-чувствительная типа ПОР. 2006, 13 стр.
3. ГСО 8916-2007 Стандартный образец поглощенной дозы фотонного и электронного излучений (сополимер с 4-диэтиламиноазобензоловым красителем) СО ПД(Э) - 1/10) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/391269

УДК 681.2: 006.91-027-21
ГРНТИ 90.29.25

Научные исследования и разработка методик измерений содержания патогенных биологических агентов в биологической матрице и стандартных образцов состава и свойств патогенных биологических агентов

Ткачук А. П.[1], Гущин В. А.[1], Кулябина Т. В.[2], Морозова В. В.[2, 3], Кулябина Е. В.[2]

[1] ФГБУ «Национальный исследовательский центр эпидемиологии и микробиологии имени почётного академика Н.Ф. Гамалеи» Минздрава России, г. Москва, Россия, e-mail: artem.p.tkachuk@gmail.com

[2] ФГБУ «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы», г. Москва, Россия

[3] Fresno State University, USA, California, Fresno

Аннотация: Создание метрологического обеспечения для приборов контроля качества дезинфекции требует разработки стандартных образцов патогенных биологических агентов и методики измерений для идентификации и количественного определения таких агентов в различных средах. Исследуется возможность разработки стандартных образцов имитаторов патогенных биологических агентов.

Ключевые слова: патогенные биологические агенты, обеззараживание, стандартные образцы патогенных биологических агентов, методики измерений патогенных биологических агентов, имитаторы патогенных биологических объектов, контроль эффективности дезинфекции

Патогенные биологические агенты (ПБА) – микроорганизмы (бактерии, вирусы, хламидии, риккетсии, простейшие, грибы, микоплазмы), прионы, яды биологического происхождения (токсины), гельминты, любые микроорганизмы, включающие фрагменты генома патогенных биологических агентов, способные при попадании в организм человека или животного вызвать выраженное заболевание или носительство микроорганизмов [1].

Для индикации ПБА в биологических матрицах применяются различные приборы и технические устройства, которые позволяют по спектральной характеристике проб, приготовленных в биологических матрицах, определить наличие патогенных биологических агентов и классифицировать с заданной достоверностью их таксономическую групповую принадлежность [2-3].

Создание метрологического обеспечения для такого класса приборов требует разработки стандартных образцов имитаторов патогенных биологических агентов и методики измерений для идентификации и количественного определения ПБА в различных средах, на поверхностях с разными потребностями в эксплуатации и пр. для соответствующих методов [4-5].

Стандартные образцы будут представлять собой растворы, содержащие заданное число колониеобразующих единиц ПБА в виде имитаторов бактериальных клеток, вирионов и/или молекул белковых соединений. Такие стандартные образцы позволят оценить эффективность приборов по обеззараживанию различных сред, а также стандартизировать эту оценку [6-8].

В настоящее время единого подхода к оценке обеззараживающих приборов разных классов и принципов действия не существует. Создание такого подхода позволит повысить уровень безопасности рабочих мест и социального благополучия населения.

ЛИТЕРАТУРА

1 Об утверждении санитарных правил и норм СанПиН 3.3686-21 "Санитарно-эпидемиологические требования по профилактике инфекционных болезней" (в ред. от 25.05.2022): . Постановление Главного государственного санитарного врача РФ от 28 января 2021 № 4 // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. Дата опубликования: 18.02.2021. Номер опубликования: 0001202102180019.

2. О специальной оценке условий труда: Федер. закон Рос. Федерации от 28 декабря 2013 г. № 426-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 23 декабря 2013 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос.

Федерации 25 декабря 2013 г. // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. Дата опубликования: 30.12.2013. Номер опубликования: 0001201312300056
3. Правила проведения дезинфекции и дезинвазии объектов государственного ветеринарного надзора Утверждены Министерством сельского хозяйства Российской Федерации 15 июля 2002 г. № 13-5-2/0525
4. Методические указания МУ 4.2.1103-02 Методы контроля. Биологические и микробиологические факторы. Приготовление проб с имитаторами патогенных биологических агентов. М.: Минздрав России, 2002. С. 32.
5. Об утверждении Правил осуществления мониторинга ветеринарной безопасности территории Российской Федерации: Приказ Минсельхоза России от 22 января 2016 № 22 // Электронный фонд правовой нормативно-технической документации. URL: http://docs.cntd.ru/document/420336883.
6. Осинцева Е.В., Медведевских С. В. Тенденции в области стандартных образцов в России // Стандартные образцы. 2015. № 4. С. 3–21. https://doi.org/10.20915/2077-1177-2015-0-4-3-21
7. Студенок В.В., Кремлева О.Н. Стандартные образцы в области здравоохранения и фармацевтической промышленности. Механизмы планирования необходимой номенклатуры стандартных образцов // Проблемы метрологического обеспечения в здравоохранении и производстве медицинской техники: сб. тез. докладов IX Научно-технической конференции. ФГУП ВНИИОФИ. Сочи. 2019. С. 47–49.
8. ГОСТ 8.315–2019 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения, М.: Стандартинформ, 2019. 39 с.

УДК 006.9:53.089.68:543:669.1
ГРНТИ 90.29.00

Новые тенденции формирования номенклатуры стандартных образцов для спектрального анализа, выпускаемых ЗАО «ИСО»

Третьякова М. В., Лащенова Е. А., Игнатенко Т. И.

ЗАО «Институт стандартных образцов», г. Екатеринбург, Россия,
ORCHID: 0000-0002-2333-6370, e-mail: spectral@icrm-ekb.ru

Аннотация: В современной аналитической практике спектрального анализа стандартные образцы (СО) применяют с основном для получения градуировочных зависимостей, и контроля качества выпускаемой продукции. С учетом этих тенденций ЗАО «ИСО» выпускает комплекты СО для градуировки, наборы СО и единичные образцы для контроля химического состава на соответствие марке.

Ключевые слова: сертифицированный стандартный образец, металлургия, атомно-эмиссионный спектральный анализ, рентгенофлуоресцентный анализ, контроль состава

Развитие технологий производства средств измерений для спектрального анализа выявляет потребность и указывает новые тенденции для развития, расширения номенклатуры монолитных стандартных образцов (СО).

В настоящее время «Институт стандартных образцов» сохранил выпуск традиционных комплектов образцов, в первую очередь предназначенных для градуировки при создании аналитических программ. К ним относятся комплекты серии УГ0 – УГ9 (ГСО 10504-2014, ГСО 11018-2018), ИСО ЛГ51 – ИСО ЛГ55 (ГСО 9975-2011), ИСО ЛГ76 – ИСО ЛГ82 (ГСО 10744-2016), ИСО ЧГ41 – ИСО ЧГ45 (ГСО 10215-2013), ИСО ЧГ50 – ИСО ЧГ55 (ГСО 11017-2017) и другие. Образцы комплекта редко соответствуют химическому составу марки, т.к. важно обеспечить диапазон концентраций анализируемых элементов, а не соответствие марке.

Современные спектрометры часто (но не всегда) поставляют с заранее установленными градуировочными зависимостями и в дальнейшем требуется лишь небольшая коррекция графиков, учитывающая работу с конкретным объектом анализа. Таким образом с течением времени и благодаря техническому прогрессу, область применения стандартных образцов несколько изменилась, сместившись от градуировки средств измерений к необходимости контроля качества проводимых испытаний.

Для контроля отдельных групп марок сталей и сплавов в последние годы выпущены наборы СО, например:

- конструкционная сталь ИСО УГ130 – ИСО УГ132 (ГСО11264-2019 / ГСО 11266-2019);
- инструментальная сталь ИСО УГ133 – ИСО УГ136 (ГСО 11592-2020 / ГСО 11595-2020);
- штамповая сталь ИСО УГ137 – ИСО УГ140 (ГСО 11829-2021/ГСО 11832-2021) и другие.

Образцы, входящие в набор, по химическому составу соответствуют ГОСТу на марку. По возможности получены и аттестованы значения массовых долей элементов на границе марки. В наборах собраны марки близкие по составу, но при этом позволяющие получить минимальную градуировочную зависимость. Таким образом наборы стандартных образцов подходят для уточнения уже имеющихся градуировочных зависимостей с широким динамическим диапазоном определяемых концентраций, и для контроля марок.

В номенклатуре образцов для спектрального анализа есть и единичные образцы: ИСО УГ125 (ГСО 10811-2016), ИСО ЛГ53/2 (ГСО 11916-2022), ИСО ЛГ69 (ГСО 11367-2019), соответствующие конкретным маркам.

Большая часть образцов выпускаемых ЗАО «ИСО» имеют статус стандартных образцов утвержденного типа, что, по сути, соответствует международному статусу «сертифицированный стандартный образец». Такие образцы можно применять с целью аттестации, валидации, верификации методик (методов) измерений, для различных видов

метрологического контроля, обеспечения прослеживав мости результатов измерений и любых иных целей, где требуется применение СО от компетентного производителя, аккредитованного в соответствии с ISO 17034.

ЛИТЕРАТУРА

1. Степановских В.В. Институт стандартных образцов – 55 лет! Разработка и производство стандартных образцов материалов металлургического производства // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2018. Т. 84 № 1(II). С. 14–22. https://doi.org/10.26896/1028-6861-2018-84-1(II)-14-22

2. Самарина Г.А., Игнатенко Т.И. Разработка новых комплектов стандартных образцов для спектрального анализа чугунов // Стандартные образцы. 2012. № 4. С. 28–32.

3. Разработка новых комплектов стандартных образцов сталей для спектрального анализа / М.В. Третьякова [и др.] // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2018. Т. 84 № 1(II). С. 33–37. https://doi.org/10.26896/1028-6861-2018-84-1(II)-33-37

4. Третьякова М.В., Лащенова Е.А. Исследование материала нового комплекта стандартных образцов ИСО ЧГ50 – ИСО ЧГ55 для спектрального анализа чугунов // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2018. Т. 84 № 1(II). С. 38–41. https://doi.org/10.26896/1028-6861-2018-84-1(II)-38-41

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

6. Студенок В.В., Кремлева О.Н. Стандартные образцы в системе метрологического обеспечения количественного анализа // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2019. Т. 85. № 1(II). С. 38–41. https://doi.org/10.26896/1028-6861-2019-85-1-II-130-134

7. ГОСТ 8.315-2019 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения. М.: Стандартинформ, 2019.

8. ГОСТ Р ИСО 17034–2021 Общие требования к компетентности производителей стандартных образцов. М.: Российский институт стандартизации, 2021.

УДК 615.03:006.91
ГРНТИ 76.31.29:90.29.25

Разработка стандартных образцов фармацевтических субстанций. Особенности определения чистоты веществ, являющихся органическими солями

Ушал И. Э.[1], Михеева А. Ю. [1], Гегечкори В. И.[2], Максакова И. Б. [1], Иванова А. Ю. [1], Елисеева Л. В. [1], Коршунова А. В. [1], Крылов А. И. [1]

[1]ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева», г. Санкт Петербург, Россия, ORCID: 0000-0001-5857-3637, e-mail: i.e.ushal@vniim.ru

[2] ФБУ «Государственный институт лекарственных средств и надлежащих практик», г. Москва, Россия

Аннотация: Разработка стандартных образцов (СО) в интересах фармацевтической промышленности является особо актуальной задачей текущего момента. В связи с тем, что действующие вещества в фармацевтических препаратах нередко содержатся в виде органических солей, а также могут являться координационными соединениям металлов, необходимы дополнительные предметные исследования с целью формирования единого подхода к анализу неорганической составляющей, обеспечивающего точность и надежность аттестованных значений СО.

Ключевые слова: разработка стандартных образцов, фармацевтические субстанции, чистота органического вещества, органические соли

Разработка стандартных образцов (СО) в интересах фармацевтической промышленности для контроля качества продукции, а также для изучения фармакокинетики и/или фармакогенетики лекарственных средств является особо актуальной задачей текущего момента, в том числе, в связи с серьезными ограничениями в поступлении референтных материалов иностранного производства.

Создание СО фармацевтических субстанций предполагает определение массовой доли основного компонента в материале, то есть чистоты органического вещества. Существуют общепринятые международные подходы к определению чистоты органических соединений, однако действующие вещества в фармацевтических препаратах нередко содержатся в виде органических солей (гидрохлоридов, сульфатов, гидратов, солей металлов) а также могут являться координационными соединениям металлов. Единой стратегии по измерению неорганической части органических солей на данный момент не выработано, в том числе и на международном уровне. Хорошо понимая важность этой задачи, в настоящее время BIPM реализует интернациональный проект по исследованию чистоты тетрациклина гидрохлорида.

Для количественного определения анионов (сульфат-иона, хлорид-иона и др.) представлялось целесообразным использовать ионную хроматографию и капиллярный электрофорез. В субстанциях ципрофлоксацин гидрохлорид гидрат и триметазидина дигидрохлорид было выполнено определение хлорид-ионов методом капиллярного электрофореза. Полученные результаты соответствовали расчетному содержанию хлорид-иона в субстанциях, относительная расширенная неопределенность результатов измерений не превышала 4,4 %. Применение метода ионной хроматографии, вероятнее всего, позволит повысить точность полученных результатов.

При исследовании аторвастатина кальция тригидрата были опробованы несколько подходов к количественному определению кальция: масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС), термогравиметрический анализ (ТГА), гравиметрия после озоления вещества. Результаты измерений разными методами сопоставимы как между собой, так и с расчетным значением кальция в исследуемом образце в рамках погрешности методов. Тем не менее, только метод ИСП-МС позволил подтвердить наличие кальция и обнаружить в материале примеси других металлов.

Таким образом, для определения возможностей и ограничений аналитических методов, которые потенциально могут быть применены при определении чистоты органических солей, необходимы дополнительные предметные исследования с целью формирования единого подхода, обеспечивающего точность и надежность аттестованных значений СО.

УДК 006.91
ГРНТИ 90.29.27

Проблемы выбора и применения стандартных образцов и реактивов в лабораториях

Фалкин Д. В.

ООО «Центр аккредитации «Стандарт», г. Самара, Россия, e-mail:adar-rf@mail.ru

Ключевые слова: аккредитация лабораторий, общие требования к компетентности лабораторий, управление ресурсами лаборатории, применение стандартных образцов и реактивов

Одним из ключевых ресурсов обеспечения качества химических анализов, являются стандартные образцы и реактивы. Закупка происходит через систему торгов и у конечного заказчика нет возможности оценить качество и соответствие потребностям и требованиям. Однако это задача лаборатории обеспечивать пригодность используемых ресурсов. Требования к СО и реактивам могут быть сформулированы в методиках измерений, методиках поверки.

Требования к статусу СО и реактивов сформулированы в ФЗ 102 «Об обеспечении единства измерений» [1], ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 [2] и в редких случаях в контрактах на проведение измерений.

Применение некачественных реактивов и СО могут привести к недостоверным результатам, штрафным санкциям, подрыву репутации.

Использование реактивов и СО, которые не соответствуют требованиям, может привести к отказу в аккредитации, отзыву протоколов и срыву поставок продукции.

Лабораториям следует внимательнее относиться к приемке реактивов и стандартных образцов, особенно в тех случаях, когда эти закупки происходят через систему торгов.

ЛИТЕРАТУРА

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. Собр. Рос. Федерации 18 июня 2008 г. (в редакции от 11 июня 2021 г. № 170-ФЗ) // Официальный интернет-портал правовой информации. URL: http://pravo.gov.ru/proxy/ips/?docbody=&firstDoc=1&lastDoc=1&nd=102122832 (дата обращения: 19.07.2022).
2. ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: Стандартинформ, 2021. 32 с.

УДК 006.91
ГРНТИ 90.29.27

Особенности применения стандартных образцов-имитаторов для метрологического обеспечения газоаналитических приборов

Фатина О. В., Колобова А. В, Конопелько Л. А., Соколов Т. Б.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, Россия, e-mail: akol@b10.vniim.ru

Аннотация: Рассмотрены особенности применения стандартных образцов состава газовых смесей в баллонах под давлением в качестве имитаторов реальных сред при метрологическом обеспечении газоаналитических средств измерений. Описаны основные различия имитаторов по их эквивалентности с реальной средой. Разработаны подходы к оценке возможности применения имитаторов, особенности проведения испытаний в целях утверждения типа и поверки средств измерений с применением имитаторов.

Ключевые слова: газовые смеси, имитаторы, содержание компонентов, реальные среды, газоанализаторы, анализаторы паров этанола

Одной из проблем газоаналитических измерений является определение метрологических характеристик средств измерений при поверке и техническом обслуживании с применением поверочных газовых смесей, соответствующих по своим характеристикам реальной анализируемой среде. В ряде случаев создание такой поверочной газовой смеси невозможно или имеет высокую стоимость и трудоемкость.

Разработан подход по применению имитаторов реальных сред. Применение имитаторов реальных сред, например, газовых смесей в баллонах под давлением, существенно упрощает поверку и обслуживание средств измерений, а также значительно снижает затраты пользователя при эксплуатации средств измерений.

Газовая смесь – имитатор, как правило, представляет собой эквивалентную газовую смесь, в которой:

– заменен основной компонент, т.е. вместо определяемого компонента в реальной среде в имитаторе используется эквивалент – поверочный компонент, обладающий схожими физико-химическими свойствами;

– заменен фоновый компонент, характеризующий реальную среду, на эквивалент (например, газовая смесь водород – кислород заменяется газовой смесью водород – азот);

– характеристики имитатора не в полной мере соответствуют реальной среде (например, по содержанию влаги, температуре, наличию неизмеряемых компонентов).

Разработаны подходы к оценке возможности применения газовых смесей – имитаторов для поверки и обслуживания газоаналитических средств измерений:

– выбор имитатора, исходя из принципа действия и конструкции средства измерения;

– экспериментальные исследования по определению коэффициента пересчета (или функции пересчета) в диапазоне измерений с применением газовых смесей, соответствующих характеристикам реальной среды, и газовых смесей – имитаторов (с учетом сведений от изготовителя средств измерений);

– экспериментальные исследования разброса коэффициента пересчета внутри партии средств измерений одного типа;

– экспериментальные исследования стабильности коэффициента пересчета;

– установление особых требований к выполнению измерений и обработке результатов измерений при применении имитатора;

– оценка погрешности метода поверки с учетом погрешности имитатора и коэффициента пересчета.

В некоторых случаях по результатам исследований устанавливается, что при применении газовых смесей – имитаторов использование коэффициента пересчета не требуется в связи с тождественностью показаний средств измерений при анализе реальной среды и имитатора. В особых случаях устанавливается, что применение имитаторов невозможно, например, в связи со значительным разбросом коэффициента внутри партии средств измерений или его нестабильностью во времени.

Приведены результаты исследований и особенности поверки с применением газовых смесей – имитаторов газоанализаторов горючих газов и паров горючих жидкостей в воздухе рабочей зоны и анализаторов паров этанола в выдыхаемом воздухе.

ЛИТЕРАТУРА

1. Коллеров Д.К. Метрологические основы газоаналитических измерений. М., Издательство стандартов, 1967. 395 с.
2. Колобова А.В., Конопелько Л.А., Попов О.Г. Государственный первичный эталон единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019 // Эталоны. Стандартные образцы. 2020. Т. 16. № 3. С. 23-35. https://doi.org/10.20915/2687-0886-2020-16-3-23-35
3. Контроль довзрывоопасных концентраций газов и паров с помощью акустического детектора / А.А. Михайлов [и др.] // Химическая безопасность. 2018. Т. 2. № 2. С. 139-150. https://doi.org/10.25514/CHS.2018.2.14111
4. ГОСТ Р 8.838–2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы паров этанола. Методика поверки. М.: Стандартинформ, 2019. 20 с.
5. ГОСТ Р 8.922-2016 Государственная система обеспечения единства измерений. Газоанализаторы и сигнализаторы довзрывоопасных концентраций паров горючих жидкостей. Методы испытаний. М.: Стандартинформ, 2016. 18 с.
6. ГОСТ 8.618-2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Газоанализаторы и сигнализаторы горючих газов и паров горючих жидкостей в воздухе рабочей зоны. Методика поверки. М.: Стандартинформ, 2019. 22 с.
7. ГОСТ 8.629-2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Средства поверки стационарные и мобильные для газоанализаторов и сигнализаторов горючих газов и паров горючих жидкостей. Общие технические требования. М.: Стандартинформ, 2019. 9 с.
8. Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах: Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31.12.2020 № 2315// Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии: официальный сайт. 2020. URL: https://www.gost.ru/portal/gost/home/activity/documents/orders#/order/217676 (дата обращения: 28.07.2022)
9. ГЭТ 154 Государственный первичный эталон единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах / институт хранитель ВНИИМ им. Д.И. Менделеева // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. 2019. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/1365155 (дата обращения: 28.07.2022).

УДК 615.072
ГРНТИ 90.29.00

Актуальные проблемы метрологического обеспечения в здравоохранении

Филимонов И. С., Левин А. Д.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений», г. Москва, Россия,
ORCID: 0000-0001-6617-6584, e-mail: filimonov@vniiofi.ru

Аннотация: Спектроскопия комбинационного рассеивания (КР) применяется для контроля лекарственных препаратов. Для метрологического обеспечения стоящих в фармацевтике задач необходимо обеспечить аппаратную независимость измеряемых спектров КР и наличие стандартных образцов, воспроизводящих массовые концентрации соответствующих веществ. Несмотря на создание в 2020 году Метрологической службы в сфере обращения лекарственных средств Минздрава России, слабая межведомственная координация затрудняет их решение.

Ключевые слова: фармакопейные стандартные образцы, рамановское рассеяние, эталон, эталонные меры, относительная интенсивность

Согласно Федеральному закону от 26.06.2008 №102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» сфера государственного регулирования обеспечения единства измерений распространяется и на измерения в области здравоохранения [1]. Основные направления метрологического обеспечения в здравоохранении представлены на рис. 1.

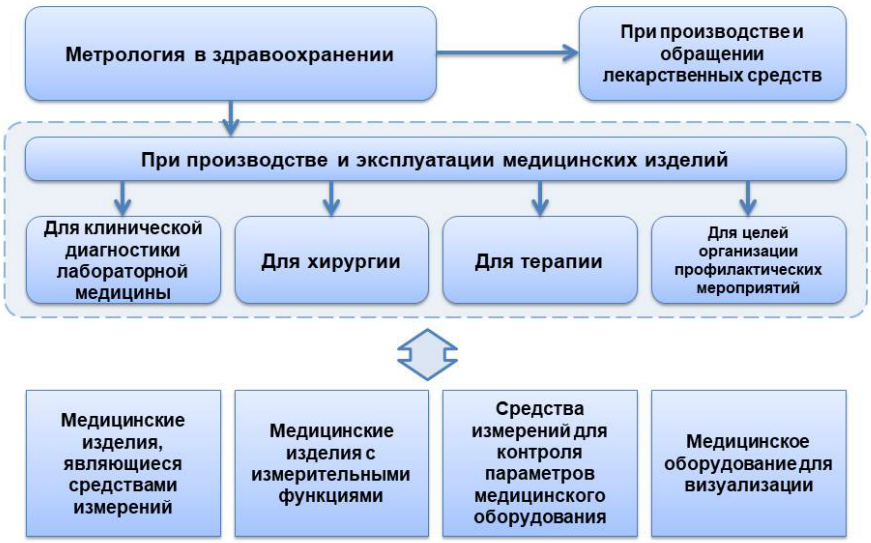


Рис.1. Основные направления метрологического обеспечения в здравоохранении.

В 2020 году при Минздраве России создана Метрологическая служба в сфере обращения лекарственных средств [2]. К обязанностям службы относится организация и ведение банка фармакопейных стандартных образцов на лекарственные средства, обеспечение всем необходимым для проведения исследований качества, эффективности и безопасности лекарственных препаратов [3].

ФГБУ «НЦЭСМП» Минздрава России в соответствии с приказом Министерства здравоохранения Российской Федерации от 20 марта 2020 г. № 202 [2] осуществляет работу по аттестации фармакопейных стандартных образцов (далее – ФСО), включая ФСО биологического, химического и природного происхождения. В настоящее время для реализации доступны 60 ФСО биологического происхождения и 5 ФСО химического происхождения [4].

Одной из проблем на настоящий момент является слабая межведомственная координация усилий по разработке и аттестации фармакопейных стандартных образцов, в том числе в ранге государственных стандартных образцов. В 2021-2022 годах во

ФГУП «ВНИИОФИ» проводятся работы по совершенствованию Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов (далее – ГЭТ 196 -2015) [5]. Данные работы направлены на обеспечение возможности получения достоверных и аппаратно-независимых спектров комбинационного рассеивания (далее – КР) на рамановском микроскопе, вводимом в состав ГЭТ 196 -2015 [6].

Уже в течение ряда лет спектроскопия КР применяется для контроля лекарственных препаратов. Этому способствуют следующие достоинства спектроскопии КР [7]:

- экспрессный, неразрушающий и бесконтактный аналитический метод;
- анализ малого количества анализируемой пробы;
- анализ органических и неорганических веществ;
- идентификация материалов с помощью библиотек спектров;
- широкий диапазон измеряемых концентраций;
- возможность создания компактных средств измерений, в частности, устройств «point-of-care» (диагностики на месте взятия пробы).

Можно выделить две группы задач, решаемых в фармацевтике с помощью спектроскопии КР [8–11]:

1) контроль подлинности лекарственных препаратов (задача качественного анализа);

2) контроль содержания действующего вещества в образцах лекарств, прежде всего в таблетках (задача количественного анализа).

Для метрологического обеспечения указанных задач необходимо обеспечить аппаратную независимость измеряемых КР спектров, для количественного анализа требуются стандартные образцы, воспроизводящие массовые концентрации соответствующих веществ.

ЛИТЕРАТУРА

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. Собр. Рос. Федерации 18 июня 2008 г. (в редакции от 11 июня 2021 г. № 170-ФЗ) // Официальный интернет-портал правовой информации [сайт]. URL: http://pravo.gov.ru/proxy/ips/?docbody=&firstDoc=1&lastDoc=1&nd=102122832.

2. О Метрологической службе Министерства здравоохранения Российской Федерации в сфере обращения лекарственных средств для медицинского применения: Приказ Мин. здравоохранения Рос. федерации от 20 марта 2020 г. № 202 (с изменениями на 20 декабря 2021 г.) // Электронный фонд правовых и нормативно – технической информации [сайт]. URL: https://docs.cntd.ru/document/564962488.

3. Центр Минздрава создаст собственный банк образцов лекарственных средств // Информационное агентство ТАСС. Дата публикации 17 апреля 2022 г. URL: https://tass.ru/obschestvo/14398335.

4. ФГБУ «НЦЭСМП» Минздрава России начинает реализацию фармакопейных стандартных образцов химического происхождения. Новость от 27 января 2022 г. // Официальный интернет-портал ФГБУ «НЦЭСМП» Минздрава России [сайт]. URL: https://www.regmed.ru/Content/News/News_20220127_SPhRS-chem_Purchase.

5. Problems of metrological support of Raman spectroscopy / A. D. Levin [et al.] // Journal of physics: conference series. 2022. no. 2192: 012008. http://dx.doi.org/10.1088/1742-6596/2192/1/012008

6. ГЭТ 196 -2015 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов / институт хранитель ФГУП ВНИИОФИ // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2015. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397882 (дата обращения: 01.08.2022).

7. Raman spectroscopy for pharmaceutical quantitative analysis by low-rank estimation / X. Ma [et al.] // Frontiers in Chemistry. 2018. no. 6: 400. http://dx.doi.org/10.3389 /fchem.2018.00400

8. Raman spectroscopy for quantitative analysis of pharmaceutical solids / C.J. Strachan [et al.] // Journal of pharmacy and pharmacology. 2007. no. 59. P. 179–192. http://dx.doi.org/10.1211/jpp.59.2.0005

9. Qualitative analysis and the answer box: a perspective on portable Raman spectroscopy / K. Carron [et al.] // Analytical Chemistry. 2010. no. 82. P. 3419-3425. https://doi.org/10.1021/ac901951b

10. Recent advances in the application of transmission Raman spectroscopy to pharmaceutical analysis / K. Buckley [et al.] // Journal of pharmaceutical and biomedical analysis. 2011. no. 55. P. 645-652. http://dx.doi.org/10.1016/j.jpba.2010.10.029

11. Screening of unapproved drugs using portable Raman spectroscopy / C. Tondepu [et al.] // Analytica Chimica Acta. 2017. no. 973. P. 75–81. http://dx.doi.org/10.1016/j.aca.2017.04.016

УДК 006.91
ГРНТИ 90.29.27

Учет в бюджете неопределенности прослеживаемости к стандартному образцу утвержденного типа ГСО 11934-2022 при испытании на ударный изгиб

Ченцова Ю. С., Толмачев В. В., Забелина А. А.

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: sertif@uniim.ru

Аннотация: В докладе представлено использование концепции прослеживаемости результатов измерений механических свойств металлов при испытании на ударный изгиб к стандартному образцу утвержденного типа ГСО 11934-2022, разработанного УНИИМ-филиалом ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева».

Ключевые слова: механические свойства, ударный изгиб, работа удара, метрологическая прослеживаемость, стандартный образец, бюджет неопределенности

Прочность металлов при испытании на ударный изгиб является одним из основных показателей механических свойств конструкционных материалов [1-3]. Испытание на ударный изгиб [4, 5] не является прямым измерением, характеристики ударопрочности (работа удара, поглощенная энергия) определяет автоматизированный комплекс маятникового копра с соответствующим программным обеспечением, используя соответствующие уравнения измерения при заданных условиях испытания. Поэтому результаты при испытании на ударный изгиб нельзя соотнести с основой для сравнения в виде эталона физической величины, но возможно в качестве основы для сравнения использовать стандартный образец. Однако вопросы применения стандартного образца ударопрочности по Шарпи (работы удара, поглощанной энергии) качестве основы для сравнения имеют специфические особенности.

Использование стандартного образца утвержденного типа работы удара стали марки 45 ГСО 11934-2022 [6], разработанного УНИИМ-филиалом ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева», как основы для сравнения и прослеживаемости результата, при оценивании неопределенности результатов испытаний на статическое растяжение приводит к необходимости учета систематической составляющей лаборатории при расчете неопределенности результатов испытания или как поправки, или как вклада в суммарную стандартную неопределенность.

Оценка неопределенности измерения работы удара (поглощенной энергии) KV авторами проводится на основе статистической модели результата измерения [7]:

$$KV = F \cdot L \cdot (Cos\beta - Cos\,\alpha) + \xi_{ГСО} + g_{KV} + e_{KV}\,, \quad (1)$$

где F – вес маятника копра, Н; L – расстояние от оси до центра удара (точкой приложения силы F), м; β – угол падения, °С; α – угол подъёма, °С; $\xi_{ГСО}$ – смещение, обусловленное прослеживаемостью к стандартному образцу; g_{kv} – округление результата измерений; e_{KV} – случайная составляющая неопределенности измерений в условиях повторяемости.

При анализе бюджета неопределенности, составленного для уравнения измерения (1), анализируются следующие вклады в суммарную стандартную неопределенность:

- от веса маятника,
- от расстояния от оси до центра удара,
- угол падения маятника,
- угол подъема маятника,
- прослеживаемость к стандартному образцу,
- случайная составляющая измерений в условиях повторяемости.

Неопределенность, обусловленная прослеживаемостью к стандартному образцу утвержденного типа, описывается уравнением:

$$u^2(\xi_{\text{ГСО}}) = u^2(KV_{\text{ГСО}}) + \frac{(KV_{\text{ГСО}} - \overline{KV})^2}{2}, \quad (2)$$

где $u^2(KV_{\text{ГСО}})$ - неопределенность, соответствующая паспортному значению $KV_{\text{ГСО}}$, используемому для оценки правильности.

Вклад от прослеживаемости к стандартному образцу включает в себя 2 основных источника неопределенности:

- систематическая составляющая, связанная с реализацией методики испытаний в лаборатории, в том числе за счет подготовки образца,
- неоднородность материала стандартного образца.

Основные влияющие на неопределенность результата испытаний на ударный изгиб значения величин должны определяться при калибровке копра маятникового по международному стандарту ИСО 148-2 [8],:

- неопределенность веса маятника,
- неопределенность расстояния от оси до центра удара,
- неопределенность измерения копром угла падения маятника,
- неопределенность измерения копром угла подъема маятника.

Использование стандартного образца утвержденного типа как основы для сравнения является одним из основных инструментов обеспечения прослеживаемости и контроля точности результатов испытаний на ударный изгиб. Подход, основанный на составлении бюджета неопределенности для уравнения измерения (1), позволит лабораториям проводить надлежащую оценку неопределенности результатов испытаний на ударный изгиб, с учетом совокупного эффекта от всех источников неопределенности, включая смещение, обусловленное прослеживаемостью. Авторы считают, что приведенные теоретические принципы и алгоритмы расчетов могут быть использованы аккредитованными лабораториями при оценке неопределенности согласно требованию п.7.6 ГОСТ ISO/IEC 17025-2019.

ЛИТЕРАТУРА

1. Овчинников В., Гуреева М. Механические испытания: металлы, сварные соединения, покрытия. М.: Форум, 2015. 272 с.
2. Золоторевский В.С. Механические свойства металлов: учебник для вузов. М.: Металлургия, 1983. 352 с.
3. Czichos H., Saito T., Smith L. Springer handbook of metrology and testing. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2011. 1229 p. https://doi.org/10.1007/978-3-642-16641-9
4. ГОСТ 9454-78 Металлы. Метод испытания на ударный изгиб при пониженных, комнатной и повышенных температурах. М.: ИПК Издательство стандартов, 2002. С. 10.
5. ГОСТ Р ИСО 148-1-2013 Материалы металлические. Испытание на ударный изгиб на маятниковом копре по Шарпи. Часть 1. Метод испытания. М.: Стандартинформ, 2008. С. 24.
6. ГСО 11934-2022 Стандартный образец механических свойств стали марки 20 // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1400120
7. ГОСТ Р ИСО 21748-2021 Статистические методы. Руководство по использованию оценок повторяемости, воспроизводимости и правильности при оценке неопределенности измерений. М.: Российский институт стандартизации, 2021. С. 36.
8. ISO 148-2:2016 Metallic materials — Charpy pendulum impact test — Part 2: Verification of testing machines // International Standard Organization. URL: https://www.iso.org/ru/standard/63812.html
9. ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: Стандартинформ, 2021. С. 26.

УДК 54.027
ГРНТИ 90.29.00

Разработка стандартных образцов изотопного состава

Чубченко Я. К.

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

Аннотация: Рассмотрены особенности разработки и испытаний стандартных образцов изотопного состава на примере стандартного образца отношения стабильных изотопов углерода и кислорода в воздухе (СИУК-ВНИИМ-ЭС), разработанного в рамках СЧ ОКР «Система-2020-М». Оцениваются возможности разработки комплекса стандартных образцов отношений изотопов углерода, кислорода, водорода, криптона на существующей эталонной установке.

Ключевые слова: метрология, стабильные изотопы, изотопная масс-спектрометрия, изотопная инфракрасная спектроскопия, стандартные образцы изотопов, изотопный дыхательный тест, международные ключевые сличения

В настоящее время в РФ применяется более 30 стандартов и аттестованных методик измерений, например [1-8], по определению отношений изотопов элементов в газообразных, жидких и твердых средах, в том числе для контроля качества и подтверждения безопасности соковой продукции (технический регламент ТР ТС 023/2011) и алкогольной продукции (технический регламент ТР ЕАЭС 047/2018). Реализованные в данных документах методики основаны на применении стандартных образцов зарубежного производства (МАГАТЭ, NIST, IRMM, USGS и др.). Аналогичные стандартные образцы отечественного производства не выпускаются, в связи с чем широкое применение данного метода в ближайшее время будет существенно ограничено.

В докладе приводятся результаты разработки эталонной установки для метрологического обеспечения диагностики заболеваний, вызванных инфекцией *Helicobacter Pylori* на основе определения изотопов углерода и кислорода в выдыхаемом воздухе.

Обсуждаются результаты разработки способа приготовления стандартного образца с заданным значением отношений изотопов углерода в диапазоне от минус 42 ‰ до минус 2 ‰. Приводятся результаты создания результата интеллектуальной деятельности (РИД) — «Способ получения газовой смеси с заданным отношением стабильных изотопов углерода и кислорода».

В докладе приводятся результаты испытаний, в частности результаты исследования однородности и стабильности с использованием метода изохронного старения, стандартного образца отношения стабильных изотопов углерода и кислорода в воздухе (СИУК-ВНИИМ-ЭС), разработанного в рамках СЧ ОКР «Система-2020-М».

Оцениваются возможности разработки комплекса стандартных образцов отношений изотопов углерода, кислорода, водорода, криптона на разработанной эталонной установке.

Приводится обоснование необходимости создания Государственного первичного эталона отношений изотопов углерода, кислорода, водорода для обеспечения метрологического суверенитета РФ.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ 31714-2012 Соки и соковая продукция. Идентификация. Определение стабильных изотопов углерода методом масс-спектрометрии. М.: Стандартинформ, 2013. 15 с.
2. ГОСТ Р 55460-2013 Продукция алкогольная. Идентификация. Метод определения отношения изотопов $^{13}C/^{12}C$ диоксида углерода в игристых винах и напитках брожения. М.: Стандартинформ, 2014. 11 с.
3. ГОСТ 32710-2014. Продукция алкогольная и сырье для ее производства. Идентификация. Метод определения отношения изотопов $^{13}C/^{12}C$ спиртов и сахаров в винах и суслах. М.: Стандартинформ, 2014. 11 с.
4. ГОСТ 31718-2012 Соки и соковая продукция. Идентификация. Определение стабильных изотопов кислорода методом масс-спектрометрии. М.: Стандартинформ, 2013. 12 с.

5. ГОСТ 32688-2014 Продукты пищевые. Определение сахаросодержащих ингредиентов методом масс-спектрометрии стабильных изотопов кислорода. М.: Стандартинформ, 2015. 12 с.
6. ГОСТ 34795-2021 Сидры и пуаре. Идентификация. Метод определения отношения изотопов кислорода $^{18}O/^{16}O$ водной компоненты. М.: ФГБУ РСТ, 2021. 16 с.
7. ГОСТ Р 59570-2021 Продукция винодельческая. Идентификация компонентов в части определения природы этанола и других соединений физико-химического состав. М.: Стандартинформ, 2021. 106 с.
8. ГОСТ Р 55518-2013 Продукция винодельческая. Определение состава растворенного диоксида углерода методом изотопного уравновешивания. М.: Стандартинформ, 2014. 14 с.

УДК 543.544:006.91:53.089.68
ГРНТИ 90.29.25

Разработка стандартного образца состава кофеина

Шимолин А. Ю., Собина А. В.

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: alex-shimolin@yandex.ru

Аннотация: Кофеин является традиционным установочным веществом для метрологического обеспечения высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ). Однако в России отсутствовали ранее стандартные образцы (СО) состава кофеина. Данная публикация содержит основные сведения об этапах разработки СО состава кофеина, предназначенного для метрологического обеспечения ВЭЖХ в области обеспечения единства измерений. Расширенная неопределённость аттестованного значения СО составляет не более 1%.

Ключевые слова: ГЭТ 176, ГВЭТ 208-1, кулонометрия, ВЭЖХ, стандартный образец, кофеин, йодометрия

В настоящее время метод высокоэффективной жидкостной хроматографии (далее – ВЭЖХ) находит широкое применение в химической, фармацевтической, пищевой, нефтеперерабатывающей и др. отраслях промышленности России. ВЭЖХ применяют для контроля качества сырья и готовой продукции, контроля технологических процессов, научных исследований, а также контроля показателей экологической безопасности. Однако в Российской Федерации на данный момент отсутствует достаточное количество типов стандартных образцов (далее – СО), необходимых для поверки, калибровки, испытаний средств измерений (далее – СИ), в том числе в целях утверждения типа, а также построения градуировочных характеристик жидкостных хроматографов и контроля точности методик измерений в процессе их применения.

Кофеин является одним из традиционно применяемых веществ для поверки жидкостных хроматографов. Согласно сведениям из Федерального информационного фонда (ФГИС «АРШИН») по состоянию на май 2022 г.[1], из 62 типов жидкостных хроматографов кофеин применяется для поверки 14 типов, и только в 2021 году было поверено 1421 единиц таких хроматографов. Таким образом, разработка СО состава кофеина является актуальной метрологической задачей.

Материалом стандартного образца состава кофеина (далее – СО Кфн) был выбран промышленно выпускаемый реактив кофеина для фармакопеи. Материал СО Кфн представляет собой белые кристаллы, растворимые в воде и темнеющие на свету. Молярная масса – 194,1908 г/моль [2].

Установление метрологических характеристик СО Кфн проводили методом кулонометрического титрования на Государственном первичном эталоне единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019 (далее – ГЭТ 176) [3] и методом высокоэффективной жидкостной хроматографии на Государственном вторичном эталоне единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе газовой и жидкостной хроматографии ГВЭТ 208-1-2016 (далее ГВЭТ 208-1)[4].

Подлинность вещества была установлена по УФ-спектру с применением ГВЭТ 208-1 с точностью до 2 нм по [5], а также по ИК-спектру с применением ИК-Фурье спектрометра Nicolet iS5 и баз данных HR Spectra IR Demo, Georgia State Forensic Drugs, Georgia State Crime Lab Sample Library. Соответствие исследуемого вещества соединению «кофеин» установлено со степенью соответствия 97,70%.

Исследование однородности материала СО, а также кратковременной и долговременной стабильности, проведены с учетом положений ГОСТ ISO Guide 35-2015[6] на ГЭТ 176 методом кулонометрического титрования с применением ГСО 11713-2021 СО состава йодата калия (KIO_3 СО УНИИМ) [7] в качестве источника йода [8].

Установление аттестованного значения массовой доли кофеина, а также суммарного среднего квадратического отклонения от способа определения аттестованного значения СО и стандартной неопределенности от способа определения аттестованного значения СО проведено с учетом положений ГОСТ Р 8.736-2011 на ГВЭТ 208-1 в соответствии с [5].
Метрологические характеристики СО Кфн (партия № 1) приведены в таблице 1.

Таблица 1.

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 кофеина, %	99,97	0,45	± 0,45

В результате исследований был разработан стандартный образец состава кофеина (Кфн СО УНИИМ), ГСО 11873-2022 [9], предназначенный для поверки, калибровки, испытаний средств измерений СИ, в том числе в целях утверждения типа, а также построения градуировочных характеристик жидкостных хроматографов и контроля точности методик измерений в процессе их применения.

ЛИТЕРАТУРА

1. Федеральная государственная информационная система “Аршин” [Электронный ресурс]. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry (дата обращения 09.05.2022)
2. Atomic weights of the elements 2019 // IUPAC Commission on Isotopic Abundances and Atomic Weights : официальный сайт. 2021. URL: https://www.qmul.ac.uk/sbcs/iupac/AtWt/. (дата обращения 04.08.2022)
3. ГЭТ 176-2019 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах на основе кулонометрии / институт хранитель УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/1382712 (дата обращения: 04.08.2022).
4. 2.1.ZZC.0259.2017 Государственный вторичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе газовой и жидкостной хроматографии ГВЭТ 208-1-2016 / институт хранитель УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/11/items/399340 (дата обращения: 04.08.2022).
5. ГФ 14 ФС.2.1.0116.18 Государственная фармакопея Российской Федерации XIV издание // Федеральная электронная медицинская библиотека : официальный сайт. 2011. URL: https://femb.ru/record/pharmacopea14 (дата обращения: 04.08.2022)
6. ГОСТ ISO Guide 35-2015 Стандартные образцы. Общие и статистические принципы сертификации (аттестации). М. : Стандартинформ, 2017. С. 59.
7. ГСО 11713-2021 Стандартный образец состава йодата калия (KIO_3 СО УНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1391862 (дата обращения: 04.08.2022).
8. Shimolin A.J., Sobina A. V., Zyskin V.M. Potassium iodate purity determination by high precision coulometric titration: new measurement procedure implementation // proceedings of the 2nd International Ural Conference on Measurements (Uralcon), Chelyabinsk, 17-19th October 2017. 2017, p. 311-315, https://doi.org/10.1109/URALCON.2017.8120729
9. ГСО 11872-2022 Стандартный образец состава кофеина (Кфн СО УНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1396509 (дата обращения: 04.08.2022).

УДК 53.082.63
ГРНТИ 90.29.25

Исследование стандартных образцов температуры фазовых переходов органических веществ на основе ацетата натрия безводного и метансульфоната натрия

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

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: kazantsev@uniim.ru

Аннотация: В докладе представлены результаты исследования стандартных образцов температуры фазовых переходов органических веществ на основе ацетата натрия безводного и метансульфоната натрия. Работа проведена в целях расширения метрологического обеспечения анализаторов температур фазовых переходов.

Ключевые слова: стандартные образцы, термический анализ, температура фазового перехода

Термический анализ (ТА) органических веществ является востребованным видом измерений в фармацевтической, химической и других отраслях промышленности [1-3]. В данном виде измерений применяются различные типы анализаторов температур фазовых переходов, в частности температур плавления, кипения и различных промежуточных температур веществ и материалов. В федеральный информационный фонд внесено порядка 10 типов анализаторов.

Основным средством обеспечения единства измерений указанных выше анализаторов являются стандартные образцы (СО) температур плавления на основе бензофенона с температурой плавления ($T_{пл}$ = 48 °С), бензойной кислоты ($T_{пл}$ = 122 °С) и кофеина ($T_{пл}$ = 238 °С). Но в связи с развитием приборостроения в данной области ТА, а именно расширения диапазона измерений температуры до 400 °С, возникла потребность в метрологическом обеспечении расширяемого диапазона температур. Что и было реализовано благодаря разработке набора СО ТПКР, который состоит из двух веществ ацетата натрия ($T_{пл}$ = 329 °С) и метансульфоната натрия ($T_{пл}$ = 353 °С). Исследования СО были проведены при помощи аттестованной методики измерений на приборе синхронного термического анализа. Прослеживаемость аттестованных значений температуры фазового перехода обеспечена к единице величины температура (°С), воспроизводимой Государственным первичным эталоном единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С ГЭТ 34, посредством применения при измерениях температуры фазового перехода стандартных образцов температур и теплот фазовых переходов (комплект СОТСФ) ГСО 2312-82/2316-82. Сопоставление значений $T_{пл}$ разработанных СО со справочными значениями $T_{пл}$ [4] показывает, что аттестованные характеристики СО достаточно хорошо согласуются.

ЛИТЕРАТУРА

1. Применение метода дифференциальной сканирующей калориметрии для изучения устойчивости композиционных материалов на основе сверхвысокомолекулярного полиэтилена к облучению электроннымпучком / Т.Ю. Киселева [и др.] // Журнал физической химии. 2021. Т. 95, № 5. С. 678-685. https://doi.org/10.31857/S0044453721050174
2. Ларина О.М., Синельщиков В.А., Сычёв Г.А. Термогравиметрический анализ топливных смесей из биомассы и высокозольных углесодержащих отходов. Теплофизика высоких температур. 2020. Том 58, № 5. С. 782-788. https://doi.org/10.31857/S0040364420050051
3. New aspects of relationship between the enthalpies of fusion of aromatic compounds at the melting temperatures and the enthalpies of solution in benzene at 298.15 K. Part I / M.I. Yagofarov [et al.] The Journal of Chemical Thermodynamics. 2018. Vol. 116. P. 152-158.
4. IUPAC. Volume 33: P. Franzosini, Molten Alkali Metal Alkanoates. 1988.

УДК 53.082.63
ГРНТИ 90.29.25

Исследование стандартных образцов температуры фазовых переходов (температуры Кюри)

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

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: kazantsev@uniim.ru

Аннотация: В докладе представлены результаты исследования стандартных образцов температуры фазовых переходов (температуры Кюри), в целях создания метрологического обеспечения термогравиметрических анализаторов.

Ключевые слова: стандартные образцы, термогравиметрический анализ, температура фазового перехода (температура Кюри)

Согласно [1], термогравиметрический анализ (ТГА) это метод при котором масса вещества измеряется как функция температуры или времени, в то время как вещество подвергается воздействию контролируемой температуры в заданной атмосфере. Данный метод анализа нашёл широкое применение практически во всех областях химии. Для реализации данного метода измерений применяются термогравиметрические анализаторы температуры, либо приборы синхронного термического анализа (СТА), реализующие помимо ТГА метода, метод дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК). В федеральный информационный фонд внесено порядка 20 типов анализаторов.

Основным средством обеспечения единства измерений указанных выше анализаторов являются стандартные образцы (СО) температур фазовых переходов первого рода, указанные в [2]. Но если для метрологического обеспечения СТА данные СО подходят, то для ТГА приборов существуют определённые сложности. Основная сложность связана с тем, что для градуировки приборов используется так называемый метод c-DTA (расчётный дифференциальный термический анализ), который не является стандартизованным. В то же время стандартизованным является метод с использованием температуры Кюри (температуры фазового перехода второго рода) [3]. Для данного метода различными группами исследователей были проведены и продолжают вестись работы по созданию СО [4]. УНИИМ не стал исключением и как следствие в результате проведённой работы был разработан набор СО ТК, который состоит из трёх материалов (Ni, SiFe и $NiMn_3Al$). Исследования СО были проведены при помощи аттестованной методики измерений на приборе синхронного термического анализа. Прослеживаемость аттестованных значений температуры фазового перехода обеспечена к единице величины температура (°С), воспроизводимой Государственным первичным эталоном единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С ГЭТ 34, посредством применения при измерениях температуры фазового перехода стандартных образцов температур и теплот фазовых переходов (комплект СОТСФ) ГСО 2312-82/2316-82 и стандартного образца термодинамических свойств (хлористый калий) (СОТС-5) ГСО 1363-78. Подходы и методы определения, а также характеристики разработанных СО согласуются с другими группами исследователей [4-6].

ЛИТЕРАТУРА

1. ASTM E 473–16 Standard Terminology Relating to Thermal Analysis and Rheology.
2. Непомилуев А. М., Казанцев В. В., Шипицын А. П. Перспективы разработки стандартных образцов термодинамических свойств для метрологического обеспечения измерений в области термического анализа и калориметрии в Российской Федерации // Стандартные образцы. 2019. Т. 15. No 3. С. 15–22. https://doi.org/10.20915/2077-1177-2019-15-3-15-22
3. ASTM E 1582 Standard Test Method for Temperature Calibration of Thermogravimetric Analyzer.

4. Certification of reference materials of Alumel, nickel and iron for Curie point / T. Wang [et al.] // Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. 2017. Vol. 131. P. 1979–1985. https://doi.org/ 10.1007/s10973-017-6618-4
5. Legendre B., Sghaier M. Curie temperature of nickel // Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. 2011. Vol. 105, no. 1. P. 141–143. https://doi.org/10.1007/s10973-011-1448-2
6. Handbook of thermal analysis and calorimtery / P.K. Gallagher [et all]. Elsevier, 1998. Vol.1, P. 225–278.

УДК 006.91
ГРНТИ 90.29.25

Работы по производству стандартных образцов, выполненные АО «Западно-Сибирский Испытательный центр» в 2021-2022 гг.

Шушунова С. Н.

АО «Западно-Сибирский Испытательный центр», г. Новокузнецк, Россия, e-mail: main@zsic.ru

Аннотация: АО «ЗСИЦентр» продолжает работы по производству ГСО. За период 2021-2022 гг. продлен срок действия четырех ГСО угля, разработаны и утверждены четыре новых ГСО угля.

Ключевые слова: стандартные образцы угля, стандартные образцы минерального сырья, ЗСИЦентр

Работы по производству стандартных образцов проводятся в организации с 1986 г.

На данный момент 19 стандартных образцов АО «ЗСИЦентр» имеют статус ГСО (СО угля и кокса, горных пород, руд, золошлаковых отходов), один стандартный образец руды включен в международный реестр «КООМЕТ» (указаны в таблице).

За последние годы объем производства СО на предприятии значительно возрос, также увеличился интерес потребителей к СО производства АО «ЗСИЦентр». Интересу потребителей и наращиванию объема продаж способствует расширившийся перечень СО угля, включающий в себя марки А, Т, Ж, ГЖО, Г, Д, ОС с разными величинами показателей состава и свойств угля, позволяющий успешно решать аналитические задачи испытательных лабораторий.

В течение двух последних лет АО «ЗСИЦентр» были проведены следующие работы в рамках производства СО:

- 2021 г. – разработан и утвержден ГСО 11591-2020 (СО-48), стандартный образец состава угля марки Т с аттестованным содержанием массовой долей серы общей 0,73 %;
- 2022 г. – продлены сроки действия следующих СО угля:

-ГСО 10893-2017, СО состава и свойств угля каменного марки ГЖО (СО-41);
-ГСО 10894-2017, СО состава и свойств угля каменного марки ОС (СО-42);
-ГСО 10895-2017, СО состава и свойств угля каменного марки Г (СО-43);
-ГСО 10896-2017, СО состава и свойств угля каменного марки Т (СО-44);

- 2022 г. – разработаны и утверждены следующие СО угля:

-ГСО 11908-2022, стандартный образец состава и свойств угля каменного марки Г (СО-50);
-ГСО 11909-2022, стандартный образец состава и свойств угля каменного марки Д (СО-51);
-ГСО 11910-2022, стандартный образец состава и свойств угля каменного марки А (СО-52);
-ГСО 11911-2022, стандартный образец состава и свойств угля каменного марки ОС (СО-53).

В данный момент АО «ЗСИЦентр» проводит разработку четырех государственных стандартных образцов углей (марки А, Д, Т), в том числе с массовой долей серы общей более 1,0 %. Аттестация СО будет проводиться методом межлабораторного эксперимента, в котором планируют участвовать более 20 лабораторий России и ближнего зарубежья.

На 2023-2024 гг. запланировано производство СО марок КС, Д, А, среди них также имеются образцы с высоким содержанием массовой доли серы общей.

В ИЛ АО «ЗСИЦентр» постоянно ведется набор статистических данных по оценке стабильности материала и аттестованных характеристик действующих СО.

Таблица 1. Информация по ГСО состава и свойств угля, состава пород, руд и золошлаковых отходов, разработанных АО «ЗСИЦентр»

№ п/п	Наименование СО	Аттестованные показатели	Срок годности экземпляра
1	ГСО 10230-2013 Кокс каменноугольный (СО-40)	A^d (зольность), S_t^d (сера общая), P^d (фосфор), K_2O (оксид калия в золе), Na_2O (оксид натрия в золе)	До 2023 г.
2	ГСО 10893-2017 Уголь каменный марки ГЖО (СО-41)	A^d (зольность), S_t^d (сера общая), d_r^d (действительная плотность)	До 2026 г.
3	ГСО 10894-2017 Уголь каменный марки ОС (СО-42)	A^d (зольность), S_t^d (сера общая), d_r^d (действительная плотность), V^d (выход летучих веществ)	До 2027 г.
4	ГСО 10895-2017 Уголь каменный марки Г (СО-43)	A^d (зольность), S_t^d (сера общая), d_r^d (действительная плотность), P^d (фосфор)	До 2026 г.
5	ГСО 10896-2017 Уголь каменный марки Т (СО-44)	A^d (зольность), S_t^d (сера общая), d_r^d (действительная плотность), P^d (фосфор), V^d (выход летучих веществ)	До 2027 г.
6	ГСО 11299-2019 Уголь каменный марки Д (СО-46)	A^d (зольность), S_t^d (сера общая), d_r^d (действительная плотность), P^d (фосфор общий)	До 2024 г.
7	ГСО 11300-2019 Уголь каменный марки Ж (СО-47)	A^d (зольность), S_t^d (сера общая), d_r^d (действительная плотность), P^d (фосфор общий)	До 2024 г.
8	ГСО 11591-2020 Уголь каменный марки Т (СО-48)	A^d (зольность), S_t^d (сера общая)	До 2025 г.
9	ГСО 11908-2022 Уголь каменный марки Г (СО-50)	A^d (зольность), S_t^d (сера общая), Q_s^d (высшая теплота сгорания), V^d (выход летучих веществ), P^d (фосфор общий)	До 2024 г.
10	ГСО 11909-2022 Уголь каменный марки Д (СО-51)	A^d (зольность), S_t^d (сера общая), P^d (фосфор общий)	До 2024 г.
11	ГСО 11910-2022 Уголь каменный марки А (СО-52)	A^d (зольность), S_t^d (сера общая), Q_s^d (высшая теплота сгорания), P^d (фосфор общий)	До 2024 г.
12	ГСО 11911-2022 Уголь каменный марки ОС (СО-53)	A^d (зольность), S_t^d (сера общая), Q_s^d (высшая теплота сгорания), V^d (выход летучих веществ), H^d (водород)	До 2024 г.
13	ГСО 7221-96 Нефелиновая порода (СО-4)	Al_2O_3, CaO, MgO, TiO_2, Na_2O, K_2O, P_2O_5, MnO	без ограничения
14	ГСО 7222-96 Доломит (СО-6)	SiO_2, Al_2O_3, Fe_2O_3, CaO, MgO	без ограничения
15	ГСО 7223-96 Аргиллит (СО-11)	SiO_2, Al_2O_3, Fe_2O_3, CaO, MgO, TiO_2, Na_2O, K_2O, P_2O_5, MnO	без ограничения
16	ГСО 7224-96 Гранит (СО-12)	SiO_2, TiO_2, Al_2O_3, Fe_2O_3, MgO, Na_2O, K_2O, P_2O_5, MnO	без ограничения
17	ГСО 7460-98 Зола каменного угля (СО-1)	SiO_2, Al_2O_3, Fe_2O_3, CaO, MgO, TiO_2, Na_2O, K_2O, P_2O_5, Mn_3O_4, Co, Cr, Ni, Pb	До 2038 г.
18	ГСО 8488-2003 Золото-серебряная руда (СО-24), СО КООМЕТ 0035-2005-RU	Au, Ag, Cu, Pb, Zn, Al_2O_3, TiO_2, MgO, K_2O	До 2023 г.
19	ГСО 11039 - 2018 (СО-45) Полиметаллическая руда месторождения "Кварцевая сопка"	Pb, Zn, Cu, BaO, As, Cd, Co, Ni, TiO_2, Al_2O_3, SiO_2, $Fe_2O_{3\ общ.}$, $S_{общ.}$, MnO, CaO, MgO, Na_2O, K_2O, Au, Ag	До 2028 г.

УДК 681.2: 006.91-027-21
ГРНТИ 90.29.25

Стандартные образцы содержания биологических препаратов и коньюгатов, состава фармацевтических субстанций противомикробных препаратов, лекарственного растительного сырья

Щекотихин А. Е.[1], Тевяшова А. Н.[1], Кулябина Е. В.[2], Кулябина Т. В.[2]

[1] ФГБНУ «Научно-исследовательский институт по изысканию новых антибиотиков имени Г.Ф. Гаузе», г. Москва, Россия, e-mail: shchekotikhin@mail.ru

[2] ФГБУ «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы», г. Москва, Россия

Аннотация: Разработка стандартных образцов содержания биологических препаратов и коньюгатов, состава фармацевтических субстанций противомикробных препаратов, лекарственного растительного сырья позволяет решать насущные вопросы укреплении технологического суверенитета России, минимизации импортозависимости отраслей российской экономики, обеспечения достижения целевых показателей Стратегии научно-технологического развития РФ.

Ключевые слова: биологические препараты, коньюгаты, ГСО состава фармацевтических субстанций противомикробных препаратов, ГСО лекарственного растительного сырья**,** Стратегия научно-технологического развития РФ

Стандартные образцы содержания биологических препаратов и коньюгатов, состава фармацевтических субстанций противомикробных препаратов, лекарственного растительного сырья (далее ГСО фарм. субстанций) востребованы в фармацевтической промышленности именно сейчас. Связана такая острая необходимость с нарушением цепи поставок зарубежных стандартных образцов состава и свойств фармацевтических субстанций, производимых NIBSC (Национальным институтом биологических стандартов и контроля, Великобритания), национальными метрологическими институтами других стран.

Разрабатываются такие ГСО фарм. субстанций в помощь отечественным производителям как альтернатива зарубежным образцам. Цель работы заключается в укреплении технологического суверенитета России, минимизации импортозависимости отраслей российской экономики. Основное направление работы находится среди мировых научных фронтиров, влияющих на мировую науку в целом, и определенных с применением передовых технологий искусственного интеллекта и включающих анализ более 500 млн. документов (научных публикаций, патентов, нормативной правовой базы, рыночной аналитики и т.п.), а именно относится к биотехнологиям, физической химии, клеточным технологиям [1].

Работы по разработке ГСО фарм. субстанций являются ответом на специфичные для РФ вызовы и угрозы экономической безопасности, связанные с отсутствием отечественных стандартных образцов активных фармацевтических субстанций, противомикробных препаратов [2-4], в том числе аминогликозидов, оксалзолидинов, гликопептидов, макролидов и линкомицинов, а также стандартных образцов состава и свойств лекарственного растительного сырья.

Прогрессивными методами анализа растительного сырья, могут стать методы физико-химического анализа [5-7], представленные в Государственной фармакопее РФ [8] ЯМР-спектроскопия, масс-спектрометрия, ИК-спектрометрия, УФ спектрофотометрия, ВЭЖХ, тонкослойная хроматография и др.

Обеспокоенность отсутствием ГСО лекарственного сырья выражают ученые и исследователи многих научно-исследовательских институтов и университетов России. В их числе ФГАОУ ВПО «Российский университет дружбы народов» [6], ФГБНУ «Всероссийский научно-исследовательский институт лекарственных и ароматических растений» [6], ФГБНУ «НИИНА», ФГБУ «Научный центр экспертизы средств медицинского применения» [7].

Биологические препараты, производимые при помощи живых клеток или организмов и являющиеся сложными молекулами с большой молекулярной массой, обладают

функциональной и структурной изменчивость. Поэтому стандартизация системы экспрессии рекомбинантной ДНК и обеспечение качества каждой серии изготавливаемых биопрепарата приобретают важное значение. В то же время описание структуры действующих веществ многих биопрепаратов является трудной задачей.

Так, например, учитывая вышеприведенные факторы, при изготовление разных партий препаратов необходимо проводить анализ и сравнение различных партий каждого препарата между собой. Такую же процедуру необходимо проводить и в случае изменения технологического процесса или замены вспомогательных веществ, что возможно осуществить при наличии стандартных образцов состава и свойств указанных препаратов.

Создание стандартных образцов содержания биологических препаратов и коньюгатов, состава фармацевтических субстанций противомикробных препаратов, лекарственного растительного сырья позволят обеспечить достижение целевых показателей Стратегии научно-технологического развития РФ, приоритетов и перспектив научно-технологического развития Российской Федерации – п. 20в "персонализированная медицина, высоко-технологичное здравоохранение и технологии здоровьесбережения, в том числе за счет рационального применения лекарственных препаратов (прежде всего антибактериальных)" [9].

ЛИТЕРАТУРА

1. Гохберг Л.М., Гребенюк А.Ю. Топ-20 фронтиров мировой науки. М.: Высшая школа экономики, 2022.
2. Synthesis and Characterization of Novel 2-Acyl-3-trifluoromethylquinoxaline 1,4-Dioxides as Potential Antimicrobial Agents / Galina I. Buravchenko [et al.] // Pharmaceuticals. 2022. Vol. 15. no. 2. P. 155; https://doi.org/10.3390/ph15020155
3. Recent advances in antifungal drug discovery based on polyene macrolide antibiotics / Olga A. Omelchuk [et al.] // Russian Chemical Reviews., 2018., Vol. 87, № 12. https://doi.org/10.1070/RCR4841
4. Chemical modification of antifungal polyene macrolide antibiotics / Solovieva S.E. [et al.] // Russian Chemical Reviews. 2011., Vol. 80, № 2., P.103-126. https://doi.org/10.1070/RC2011v080n02ABEH004145
5. Новые лазерные методы определения подлинности и контроля качества ЛС / В.В. Гончарук [и др.] // Вестник РУДН, сер. Медицина. 2006. № 2(34). С. 90–95.
6. Контроль качества лекарственного сырья и фитопрепаратов валерианы лекарственной (valeriana officinalis l.) / И.Е. Станишевская [и др.] // Разработка и регистрация лекарственных средств., 2015., № (10)., С.122–127.
7. Требования к качеству и методам анализа фармакопейных стандартных образцов растительного происхождения / Т.Б. Шемерянкина [и др.] // Ведомости научного центра экспертизы средств медицинского применения. Регуляторные исследования и экспертиза лекарственных средств. 2014. № 1. С. 51–54
8. XIV издание Государственной фармакопеи Российской Федерации, 2018. https://minzdrav.gov.ru/poleznye-resursy/xiv-izdanie-gosudarstvennoy-farmakopei-rossiyskoy-federatsii https://femb.ru/record/pharmacopea14
9. О Стратегии научно-технологического развития Российской Федерации: Указ Президента Российской Федерации от 1декабря 2016 г. № 642 // Администрация Президента России: официальный сайт. URL: http://kremlin.ru/acts/bank/41449

УДК 54-42, 54.062
ГРНТИ 90.29.25

Разработка комплекта стандартных образцов молярной концентрации глюкозы в растворе

Щукина Е. П., Горяева Л. И.

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И.Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: ShchukinaEP@uniim.ru

Аннотация: Содержание глюкозы является одним из важнейших показателей при диагностике состояния здоровья человека. Разработан комплект стандартных образцов (СО) молярной концентрации глюкозы в растворе (комплект РГ), предназначенный для контроля точности методик измерения содержания глюкозы, поверки и калибровки средств измерений. СО комплекта РГ аттестованы по расчётно-экспериментальной процедуре приготовления с применением аттестованной методики измерений массовой доли основного вещества в глюкозе. Аттестованные значения СО прослеживаются к национальным эталонам единиц величин.

Ключевые слова: глюкоза, определение содержания глюкозы, титриметрический метод измерений, стандартный образец

Основным энергоресурсом для поддержания жизнедеятельности человека является глюкоза. В организме человека моносахарид глюкоза образуется из углеводов и аминокислот в процессе расщепления и ферментации пищи. Большая часть образовавшейся глюкозы всасывается в кровь и с помощью инсулина (гормона поджелудочной железы) доставляется в клетки организма. Оставшаяся часть глюкозы трансформируется печенью в высокомолекулярный гликоген – углеводный резерв, который организм использует при недостатке глюкозы. При полноценной выработке инсулина поджелудочной железой и рациональном его использовании клетками организма в крови сохраняется стабильный уровень глюкозы. Содержание глюкозы в крови является одним из наиболее важных биохимических показателей, характеризующих состояние здоровья человека и, в силу этого, нуждающемся в постоянном контроле. Стойкое отклонение содержания глюкозы от нормы в сторону увеличения – характерный признак заболевания сахарным диабетом.

Разработано достаточно много методик определения содержания глюкозы в крови и других биологических жидкостях организма человека и животных, основанных на титриметрических, колориметрических и ферментативных методах [1]. В клинико-диагностических [2] и судебно-медицинских лабораториях [3] наиболее часто используются методики измерений, представляющие собой различные модификации глюкозооксидазного метода, признанного одним из самых точных количественных методов определения глюкозы [4]. Метод предложен в 1956 году [5–7] и основан на стехиометрической реакции образования перекиси водорода при взаимодействии глюкозы с содержащимся в крови кислородом в присутствии фермента глюкозооксидазы в качестве катализатора. Количество перекиси водорода, стехиометрически связанное с содержанием глюкозы, затем измеряется биохимическими, электрохимическими и другими методами, как правило, предусматривающими применение отградуированных и поверенных или калиброванных средств измерений (фотометров, колориметров и др.).

Помимо методик измерений, применяемых в лабораторных условиях, в настоящее время создано большое количество различных приборов, позволяющих контролировать уровень глюкозы в крови в домашних условиях. Эти приборы также градуируются и поверяются при выпуске из производства. В качестве средств градуировки и поверки таких средств измерений, как правило, применяются водные растворы безводной D-глюкозы. Молярная концентрация глюкозы в подобных растворах обычно устанавливают расчетным путем, принимая массовую долю основного вещества в препарате глюкозы за 100 %. Вместе с

тем, анализ глюкозы, выпускаемой российскими и зарубежными производителями, показывает, что массовая доля основного вещества в глюкозе обычно не превышает 98,5 %. При приготовлении растворов глюкозы обычно не учитывается и тот факт, что глюкоза является достаточно гигроскопичным веществом.

В 2020 г. УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» разработал комплект из четырех СО молярной концентрации глюкозы в растворе (комплект РГ). СО комплекта РГ предназначены для градуировки средств измерений содержания глюкозы в биологических жидкостях организма человека и в водных растворах. СО могут быть использованы для поверки и калибровки средств измерений содержания глюкозы, контроля точности результатов измерений, для аттестации методик измерений содержания глюкозы в биологических жидкостях и водных растворах.

Аналогичными по составу, аттестуемой характеристике и назначению являлись стандартные образцы состава раствора глюкозы комплекта ГЛ (ГСО 9053-2008), выпускавшиеся до 2013 года филиалом ФГУП «НПО «Микроген» и ООО «Биоспектр». СО комплекта РГ отличается от ГСО 9053-2008 способом установления значений метрологических характеристик – СО комплекта РГ аттестуются не по результатам межлабораторного эксперимента, а по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления.

Материалом СО комплекта РГ являются растворы D-глюкозы в 0,2 % водном растворе бензойной кислоты.

Для установления массовой доли основного вещества в глюкозе, используемой для производства СО, была разработана и аттестована методика измерений М.УНИИМ 251.1-2020 Методика измерений массовой доли основного вещества в глюкозе методом весового титрования с натрием серноватистоксилым (ФР.1.31.2020.37594), основанная на окислении глюкозы до глюконовой кислоты йодатом натрия, получаемым при взаимодействии раствора йода с раствором гидроокиси натрия, дальнейшем образовании йода при добавлении раствора серной кислоты, который титруют раствором натрия серноватистокислого в присутствии крахмала в качестве индикатора до перехода окраски из тёмно-синей в бесцветную. Точную концентрацию раствора натрия серноватистокислого устанавливают по стандартному образцу состава калия двухромовокислого (бихромата калия) 1-го разряда ГСО 2215-81 методом косвенного йодометрического титрования. Метрологические характеристики методики измерений приведены в таблице 1.

Таблица 1. Метрологические характеристики методики измерений М.УНИИМ 251.1-2020

Диапазон измерений	**Стандартная неопределенность повторяемости, u_r**	**Стандартная неопределенность внутрилабораторной прецизионности, $u_{Rл}$**	**Расширенная неопределённость смещения при k=2, $U_Θ$**
От 95 % до 100 %	0,7	0,9	0,5

Для обеспечения возможности использования СО комплекта РГ при поверке средств измерений помимо значений показателей неопределенности при аттестации методики измерений были установлены значения характеристик погрешности измерений.

При проведении измерений массовой доли основного вещества в глюкозе, используемой для приготовления материала СО комплекта РГ, выполняют не менее пяти измерений в условиях внутрилабораторной прецизионности.

В качестве растворителя при производстве СО комплекта РГ используется 0,2 % раствор бензойной кислоты квалификации ч.д.а. по ГОСТ 10521-78 [8] в воде 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005 [9].

Поскольку материал СО представляет собой растворы, специальных исследований однородности не проводят.

Стабильность материала СО комплекта РГ в течение срока годности (1 год) была подтверждена результатами измерений, выполненных на материале опытной партии СО с молярной концентрацией глюкозы 5 ммоль/дм^3 в течение 18 месяцев. Результаты измерений были обработаны с учетом рекомендаций ГОСТ Р 8.694-2010 [10].

Границы погрешности аттестованных значений СО комплекта РГ были установлены с учетом вкладов от установления массовой доли глюкозы в используемом реактиве, от процедуры приготовления (взвешивания и растворения) и от возможной нестабильности.

Номинальные аттестованные значения СО комплекта РГ приведены в таблице 2.

Таблица 2. Номинальные аттестованные значения СО комплекта РГ

Индекс СО	**РГ-1**	**РГ-2**	**РГ-3**	**РГ-4**
Молярная концентрация глюкозы, ммоль/дм^3	1,00	5,00	10,00	20,00

Относительная погрешность аттестованных значений СО при P=0,95 (относительная расширенная неопределенность при k=2) не превышает 3 %.

Аттестованные значения СО прослеживаются:

- к единице массы (кг) посредством использования при измерениях поверенных весов;
- к единице объема (м^3) посредством использования при измерениях поверенной мерной лабораторной посуды;
- к единице молярной концентрации посредством использования при измерении массовой доли основного вещества в D-глюкозе стандартного образца состава калия двухромовокислого (бихромата калия) 1 разряда ГСО 2215-81 с установленной прослеживаемостью к единице величины, воспроизводимой Государственным первичным эталоном массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019.

Комплект стандартных образцов молярной концентрации глюкозы в растворе внесен в Государственный реестр утвержденных типов СО под номером ГСО 11683-2021.

ЛИТЕРАТУРА

1. Тимофеев А.В. Измерение глюкозы по месту лечения: вопросы качества и безопасности. Сообщение 1. Классификация и аналитические характеристики методов измерения глюкозы // Эндокринология: новости, мнения, обучение. 2014. № 1/2. С. 38–46.
2. Биохимический практикум: пособие для самостоятельной аудиторной работы студентов, обучающихся по специальности 020400.62 – Биология, профиль Микробиология. Ч. 2 / Камилов Ф. Х. [и др.]. Уфа : Изд-во ГБОУ ВПО БГМУ Минздрава России, 2014. 99 с.
3. Жаров В.В., Асташкина О.Г., Наумова А.М. Биохимические методы исследования в судебно-медицинской практике. Методические рекомендации (№ 47). М.: Департамент здравоохранения Москвы, 2008. 20 с.
4. Тимофеев А.В. Измерения глюкозы крови по месту лечения: вопросы качества и безопасности. Сообщение 2. Прецизионность и точность систем измерения глюкозы и их устойчивость к интерферирующим факторам // Эндокринология: новости, мнения, обучение. 2014. № 2. С. 18–27.
5. Froesch E., Renold A. Specific enzymatic determination of glucose in blood and urine using glucose oxidase // Diabetes, 1956. Vol. 5, N 1. P. 1–6.
6. Keston A. S. Specific colorimetric enzymatic analytical reagents for glucose // Abstr. Am. Chem. Soc. 129th Meeting / Washington: Am. Chem. Soc., 1956. P. 31–32.
7. Teller J.D. Direct, quantitative, colorimetric determination of serum or plasma glucose // Abstr. Am. Chem. Soc. 129th Meeting / Washington: Am. Chem. Soc., 1956. P. 69.
8. ГОСТ 10521-78 Реактивы. Кислота бензойная. Технические условия. М.: Издательство стандартов, 1993. 10 с.
9. ГОСТ Р 52501-2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия. М.: Стандартинформ, 2006. 8 с.
10. ГОСТ Р 8.694-2010 (Руководство ИСО 35: 2006) Стандартные образцы материалов (веществ). Общие статистические принципы определения метрологических характеристик. М.: Стандартинформ, 2012. 68 с.

УДК 543.424.2
ГРНТИ 29.31.26

Меры и стандартные образцы для метрологического обеспечения спектроскопии комбинационного рассеяния

Юшина А. А.[1], Асеев В. А.[2], Левин А. Д.[1]

[1] ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений», г. Москва, Россия, e-mail: yushina@vniiofi.ru
[2] ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский университет ИТМО», г. Санкт-Петербург, Россия

Аннотация: Разработаны меры на основе неорганических стекол, активированных ионами переходных металлов, предназначенные для калибровки спектрометров и микроскопов комбинационного рассеяния (КР) по относительным интенсивностям. При возбуждении на заданной длине волны мера воспроизводит относительные интенсивности флуоресценции. Для калибруемого прибора с помощью аттестованных мер будет находиться функция спектральной коррекции, позволяющая определять спектры КР, прослеживаемые к усовершенствованному эталону ГЭТ 196-15.

Ключевые слова: стандартный образец, спектроскопия комбинационного рассеяния, калибровка по относительной интенсивности, метрологическое обеспечение, меры, линия флуоресценции

Спектроскопия комбинационного рассеяния (КР), или рамановская, является одной из разновидностей колебательной спектроскопии и в последние годы получает все большее распространение благодаря совершенствованию оборудования, появлению достаточно компактных и недорогих устройств и возрастающему интересу к экспрессному определению веществ [1]. Однако спектры КР, измеренные с помощью разных приборов, могут демонстрировать значительные различия в относительных интенсивностях пиков исследуемых соединений, что объясняется преимущественно особенностями конструкции приборов. На регистрируемую интенсивность спектра в совокупности оказывают влияние функции пропускания оптических элементов, дифракционная эффективность решетки и спектральная чувствительность фотоприемника, и для каждого спектрометра вклад этих элементов будет разным. Кроме того, изменения отклика прибора, влияющие на форму спектров КР, могут также возникать на одном и том же приборе после замены компонента или выполнения работ по обслуживанию [2,3].

В то же время применение спектроскопии КР как для идентификации веществ, так и для количественного анализа требует измерения аппаратно-независимых спектров, что приводит к необходимости разработки специальных средств метрологического обеспечения, а именно стандартных образцов или мер для калибровки КР спектрометров и микроскопов по шкале относительных интенсивностей.

В качестве материала мер Национальным исследовательским университетом ИТМО (Санкт-Петербург) были разработаны экспериментальные образцы специальных стекол на основе фосфатной матрицы с заданными флуоресцентными свойствами. Каждое из стекол активировано ионами переходного металла, подобранного для возбуждения широкой линии флуоресценции излучением заданной длине волны 532 нм (ионами марганца), 633 нм (ионами хрома) и 785 нм (ионами титана). Меры, изготовленные из этих стекол, воспроизводят относительные интенсивности флуоресценции в диапазоне частотных сдвигов от 150 до 4500 $см^{-1}$.

Аттестация мер будет производиться на рамановском модуле первичного эталона ГЭТ 196-15, который войдет в состав эталона по завершении его совершенствования. Путем сравнения относительных интенсивностей флуоресценции, измеренных для меры на эталоне и на калибруемом приборе, будет определяться функция спектральной коррекции для этого прибора. Таким образом, будет обеспечена возможность измерять на калибруемом приборе рамановские спектры, прослеживаемые к эталону, т.е. аппаратно-независимые.

ЛИТЕРАТУРА
1. Das R.S., Agrawal Y.K. Raman spectroscopy: recent advancements, techniques and applications // Vibrational spectroscopy. 2011. Vol. 57. no. 2. P. 163-176. https://doi.org/10.1016/J.VIBSPEC.2011.08.003
2. ASTM International. Standard guide for relative intensity correction of Raman spectrometers, 2013. P. 12.
3. Spectral standards based on glasses activated with rare-earth element ions for the calibration of fluorescence and Raman spectrometers / A.Yu. Sadagov [et al.] // Optics and spectroscopy. 2020. Vol. 128. no. 10. P. 1658-1666. https://doi.org/10.1134/S0030400X20100215

УДК 006.91:331.363
ГРНТИ 90.01.45

Базовая кафедра «Метрология стандартных образцов» ФГАОУ ДПО АСМС

Рудницкая Е. В.

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И.Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: rev@uniim.ru

Аннотация: Представлен информационный доклад, в котором рассматриваются вопросы повышения квалификации специалистов различных организаций и предприятий по дополнительным профессиональным программам, в том числе в области стандартных образцов.

Ключевые слова: повышение квалификации, обучение, стандартные образцы

Базовая кафедра «Метрология стандартных образцов» Федерального государственного автономного образовательного учреждения дополнительного профессионального образования «Академия стандартизации, метрологии и сертификации (учебная)» г. Москва (ФГАОУ ДПО АСМС) начала свою работу в 2017 г. на базе Уральского научно-исследовательского института метрологии – филиала Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им.Д.И.Менделеева» г. Екатеринбург (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева») как организации, подведомственной Федеральному агентству по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт).

Основной целью кафедры является осуществление практико-ориентированного дополнительного профессионального образования (повышения квалификации) специалистов в сфере технического регулирования и метрологии в области стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов, метрологического обеспечения количественного химического анализа и межлабораторных сличительных испытаний.

Выбор УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» как организации, на базе которой была создана кафедра, обусловлен в первую очередь тем, что институт осуществляет научное и методическое обеспечение в части решения основных задач в области стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов. Также институт имеет многолетний практический опыт в области метрологического обеспечения аналитического контроля, разработки и аттестации методик (методов) измерений, организации и проведения межлабораторных сличительных испытаний; является разработчиком основополагающих нормативных документов в этих областях.

Таким образом, кафедра является учебно-методическим центром подготовки кадров в области стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов, а также в области метрологического обеспечения количественного химического анализа и межлабораторных сличительных испытаний с профессиональным преподавательским составом. Основным видом деятельности кафедры в этом направлении является повышение профессионального, интеллектуального и технического уровня знаний и навыков руководителей, специалистов различный организаций и предприятий в данных областях деятельности.

На данный момент специалистами УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» разработаны 11 дополнительных профессиональных программ повышения квалификации, которые реализуются кафедрой, а именно:

- «Разработка, испытания и применение стандартных образцов материалов (веществ)», 72 часа;

- «Теория и практика разработки и применения стандартных образцов. Установление метрологической прослеживаемости с помощью стандартных образцов», 36 часов;

- «Испытания стандартных образцов в целях утверждения типа», 18 часов;

- «Требования к изготовителям стандартных образцов (с учетом требований ISO 17034)», 18 часов;

- «Применение стандартных образцов в законодательно-регулируемой сфере (с учетом положений международных стандартов 17025, 17034, 17043)», 18 часов;

- «Система менеджмента изготовителя стандартных образцов (с учетом положений ISO 17034)», 36 часов;

- «Метрологическое обеспечение количественного химического анализа с применением стандартных образцов (с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725, ГОСТ ISO/IEC 17025, 102-ФЗ)», 72 часа;

- «Разработка, аттестация и валидация методик (методов) измерений», 36 часов;

- «Методы организации внутрилабораторного контроля качества результатов анализа (с учетом положений ГОСТ Р ИСО 5725, РМГ 61, РМГ 76)», 36 часов;

- «Организация и проведение межлабораторных сличительных испытаний (МСИ) с применением стандартных образцов. Проверка квалификации лабораторий посредством МСИ, требования к провайдерам (с учетом положений ГОСТ ISO/IEC 17043)», 36 часов;

- «Система менеджмента испытательной лаборатории (с учетом положений ГОСТ ISO/IEC 17025-2019). Критерии аккредитации», 24 часа.

Специалисты, прошедшие обучение за эти годы на кафедре, в своих отзывах отмечают высокий профессионализм преподавательского состава, доступность материала для понимания, возможность консультаций по интересующим их конкретным вопросам, наличие практических занятий и достаточно большого объема раздаточного материала в электронном виде.

Академия стандартизации метрологии и сертификации (учебная)

Черепанов М. А.

Уральский филиал ФГАОУ ДПО АСМС, г. Екатеринбург, Россия, e-mail: director@ufasms.ru

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение дополнительного профессионального образования «Академия стандартизации, метрологии и сертификации (учебная)» (далее – ФГАОУ ДПО АСМС или Академия) образована 6 июня 1968 года и является подведомственной организацией Росстандарта.

Академия воплощает и реализует образовательную политику Росстандарта в подготовке квалифицированных кадров и их переподготовке для нужд предприятий и организаций Российской Федерации.

Основные направления обучения в Академии:

– техническое регулирование и стандартизация (стандартизация и технические регламенты, подтверждение соответствия – сертификация и декларирование, испытания продукции, аккредитация, государственный контроль (надзор));

– метрологическое обеспечение производства;

– поверка и калибровка средств измерений;

– подтверждение соответствия и испытания;

– менеджмент (качества, рисков, информационной и экологической безопасности, охраны труда).

Современная экономика страны требует постоянного обновления знаний, переобучения, овладения новыми специальностями и компетенциями.

На 61-ом заседании Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации, прошедшего в июле текущего года, участниками была принята рекомендация о том, что подведомственная Росстандарту «Академия стандартизации, метрологии и сертификации» (АСМС) определена в качестве базовой организации государств-участников СНГ по обучению, повышению квалификации и переподготовке кадров в области стандартизации, метрологии, управлении качеством и сертификации.

К основным направлениям деятельности базовой организации относятся: координация образовательной деятельности в сфере профессиональной подготовки, переподготовки и повышения квалификации специалистов; разработка методических рекомендаций, позволяющих гармонизировать учебно-программную документацию для повышения профессиональной компетенции; распространение современных методик преподавания и обучения персонала и многое другое. Основными функциями Базовой организации являются: осуществление совместных с заинтересованными организациями государств-участников СНГ научных исследований и реализация проектов в сфере дополнительного профессионального образования; участие в реализации межгосударственных проектов и программ, направленных на развитие сотрудничества в области кадрового обеспечения; организация международных конференций и семинаров.

«Базовая организация по обучению, повышению квалификации и переподготовке кадров в области стандартизации, метрологии, управления качеством и сертификации учреждается для развития и укрепления научно-технического сотрудничества между государствами СНГ по вопросам совершенствования механизмов гармонизации национальных систем стандартизации на основе межгосударственных стандартов, а также в целях унификации программ подготовки специалистов для региональной инфраструктуры качества», – отметил руководитель Росстандарта Антон Шалаев.

Ежегодно Академия выпускает 15-20 тысяч слушателей.

В настоящее время структура АСМС включает 16 кафедр, 3 базовые кафедры, а также 12 филиалов в регионах России.

В г. Екатеринбург расположились Уральский филиал АСМС, крупнейший филиал Академии (адрес местонахождения: ул. Красноармейская, д. 4 Б, 2 этаж) и базовая кафедра «Метрология стандартных образцов» (адрес местонахождения: ул. Красноармейская, д. 4, УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»).

В Уральском филиале проводится круглогодичная подготовка и повышение квалификации и ежегодно проходит обучение более 2000 слушателей. Пользуются спросом программы профессиональной переподготовки.

Филиал АСМС постоянно актуализирует программы обучения и учебно-методические комплексы. При разработке образовательных программ специалисты филиала учитывают пожелания и специфику деятельности предприятий-заказчиков.

Филиал имеет успешный опыт обучения и положительные отзывы руководителей и специалистов корпораций «Газпром», «Транснефть», «Росатом», «РЖД», «Роснефть», «Ростехнологии» и крупных предприятий машиностроительной отрасли, чёрной и цветной металлургии страны.

Девиз филиала: Квалифицированные кадры – главная ценность любой организации!

Более подробная информация об Академии представлена на сайте www.asms.ru

АЛФАВИТНЫЙ УКАЗАТЕЛЬ

Н

Hibbert D.B. с. 10

K

Kuselman I. с. 10

Р

Pennecchi F.R. с. 10

А

Аверкин Д.В. с. 11
Агафонов О.С. с. 13
Акмаев Э.Р. с. 57
Аленичев М.К. с. 130
Аронов И.П. с. 15
Аронов П.М. с. 17, 101, 140
Асеев В.А. с. 178
Атаев Р.Р. с. 18
Ахметов М.Ф. с. 20
Ахметова Е.А. с. 21

Б

Балабина А.А. с. 23
Барановская В.Б. с. 25
Баринская Т.О. с. 33
Белов А.В. с. 27
Бодров В.В. с. 21
Бондаренко В.О. с. 57
Бухбиндер Г.Л. с. 29

В

Васильев А.С. с. 31
Вихрова С.В. с. 33
Владимирова Е.В. с. 73
Волегов А.С. с. 35
Волегова Е.А. с. 35, 37, 134
Вонский М.С. с. 39, 128
Востроκнутова Е.В. с. 41

Г

Габидова А.Э. с. 18
Гайко М.В. с. 123
Гегечкори В.И. с. 43, 45, 155
Голынец О.С. с. 47, 131
Горяева Л.И. с. 175
Гребенникова Т.В. с. 50, 84
Горячая Т.С. с. 39
Громов А. А. с. 52
Грязских Н.Ю. с. 55, 121
Гуляева А.Ю. с. 57
Гущин В.А. с. 151

Д

Демьянов А. А. с. 59
Добровольский В.И. с. 111
Домбровская М.А. с. 61
Дубинчик А. Г. с. 63

Е

Елисеева Л.В. с. 155
Ермакова Я.И. с. 65, 78

Ж

Жанжора А. П. с. 52

З

Забелина А.А. с. 92, 162
Заречнова А.А. с. 67
Засухин А.С. с. 69, 82
Зеленкова А.В. с. 71
Зобнина О.Н. с. 20
Зырянова И.Н. с. 73
Зыскин В.М. с. 75
Зябликов Д.Н. с. 65, 78
Зябликова И.Н. с. 65, 78

И

Иванов А.В. с. 55, 65, 78, 121
Иванова А.Ю. с. 155
Игнатенко Т.И. с. 153

К

Казанцев В.В. с. 31
Казарцев Я.В. с. 80, 90
Канаева Ю.В. с. 123, 142
Каримова Т.А. с. 29
Касилюнас А.В. с. 114
Качин С.В. с. 29
Князев А.М. с. 45
Коваленко О.И. с. 52
Колобова А.В. с. 158
Колпакова Е.К. с. 145
Колячкина С.В. с. 57
Конопелько Л.А. с. 158
Корчагина Е.Н. с. 67, 80, 90, 102
Коршунова А.В. с. 155
Кочеткова Е.М. с. 47
Кремлева О.Н. с. 17, 94, 101, 136, 140
Крылов А.И. с. 155
Кубрина Е.Д. с. 61
Кузнецова М.Ф. с. 82
Кулябина Е.В. с. 50, 84, 104, 151, 173
Кулябина Т.В. с. 50, 84, 151, 173
Куркин В.А. с. 126
Курчакова Е.В. с. 39

Л

Лапина Н.В. с. 88
Лащенова Е.А. с. 153
Лебедева Е.Л. с. 41
Левин А.Д. с. 130, 160, 178

Левко А.А. с. 43
Лисиенко Д.Г. с. 61
Лузянина П.А. с. 86

М

Майгурова В.Н с. 117
Максакова И.Б. с. 155
Максимчук Е.В. с. 71
Малов А.М. с. 88
Мальгинова Н.А. с. 90
Маслова Т.И. с. 35, 37, 134
Маланчик М.В. с. 29
Мельник Е.А. с. 98
Матвеева И.Н. с. 92
Медведевских М.Ю. с. 47
Медведевских С.В. с. 17, 94, 101, 114, 140
Мелкова О.Н. с. 84
Мигаль П.В. с. 17, 41, 69, 101, 140
Михеева А.Ю. с. 155
Мишина К.А. с. 67, 102
Морозов В.Ю. с. 84, 104
Морозова В.В. с. 84, 104, 151
Муравьева В.Б. с. 57
Мыца Д.Д. с. 107

Н

Неклюдова А.А. с. 59
Непомилуев А.М. с. 109, 168, 169

О

Оганян Н. Г. с. 111

П

Парфенова Е.Г. с. 114
Первухина О.Е. с. 117
Петухов А.Е. с. 33
Петухов П.А. с. 117
Питерских И.А. с. 33
Плясунова С.В. с. 119
Полунина Е.П. с. 55, 121
Пономарева О.Б. с. 123
Попкова Г.Н. с. 86
Попов А.А. с. 125
Прокопьева С.В. с. 71
Прудников С.М. с. 13

Р

Рутенберг О.Л. с. 33
Рыжов В.В. с. 73
Рудницкая Е.В. с. 180
Рунов А.Л. с. 39, 128
Рязанова Т.К. с. 126

С

Саакян А.В. с. 130
Самсонова Т.Ю. с. 18
Свистунов И.Н. с. 63
Сергеева А.С. с. 114, 117, 131
Сердюков С.В. с. 35, 134
Собина А.В. с. 41, 75, 82, 136, 166
Собина Е.П. с. 15, 17, 41, 69, 94, 101, 119, 136, 140
Соболева Н.И. с. 57
Соколов Т.Б. с. 158
Степанов А.С. с. 142
Степановских В.В. с. 21, 145, 147
Студенок В.В. с. 117
Сулаберидзе В.Ш. с. 59
Сысолятина А.А. с. 98

Т

Табатчикова Т.Н. с. 41
Тевяшова А.Н. с. 173
Тенишев В.П. с. 52, 149
Ткачук А.П. с. 151
Толмачев В.В. с. 92, 162
Третьякова М.В. с. 153
Туринцева А.Б. с. 131
Тюрнина А.Е. с. 31, 109, 168, 169

У

Ушал И.Э. с. 155

Ф

Фалкин Д.В. с. 157
Фатина О.В. с. 158
Филимонов И.С. с. 160
Фирсанов В.А. с. 17, 101, 140

Х

Хрущев А.Ю. с. 57
Хузагалеева Р.К. с. 145

Ц

Цай И.С. с. 35, 37, 134

Ч

Чадова Н.Н. с. 45
Ченцова Ю.С. с. 162
Черепанов М.А. с. 182
Чубченко Я.К. с. 164

Ш

Шатилина А.А. с. 43
Шемаев М.Е. с. 88
Шестаков В.Н. с. 43, 45
Шимолин А.Ю. с. 166
Шипицын А.П. с. 109, 168, 169
Шипицына М.В. с. 31
Шохина О.С. с. 131
Шульга Н.А. с. 45
Шушунова С. Н. с. 171

Щ

Щекотихин А.Е. с. 173
Щукина М.Ю. с. 21
Щукина Е.П. с. 175

Э

Эндеберя Т.С. с. 21
Эпштейн С.А. с. 47

Ю

Юшина А.А. с. 178

Тезисы докладов

V Международной научной конференции

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ В ИЗМЕРЕНИЯХ И ТЕХНОЛОГИЯХ

Екатеринбург, Россия
13-16 сентября 2022 г.

Доклады публикуются в авторском варианте,
без редактирования.

Ответственные за выпуск:
Тараева Н. С., Дубинина Е. В., Семина А. И., Сушкевич В. А.

ИЗДАТЕЛЬ
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
620075, ГСП-824, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4

ТИПОГРАФИЯ
ООО Издательство и типография «Альфа Принт»
620049, г. Екатеринбург, пер. Автоматики, д. 2. Тел.: 8 (800) 300-16-00
Подписано в печать 26.08.2022 г. Формат бумаги А4.
Бумага ВХИ 80 гр/м2.
Тираж 300 шт.

ISBN 978-5-9907104-1-2

СИБИРСКИЕ АНАЛИТИЧЕСКИЕ СИСТЕМЫ

660049 Россия, г.Красноярск, ул. Ленина, д. 52, офис 8/1
тел./факс **(391) 258 09 23, (391) 258 09 24**
www.sas24.ru e-mail: sas@sas24.ru

Компания «Сибирские аналитические системы» занимается поставками аналитического и лабораторного оборудования, комплексным оснащением лабораторий, оказывает техническую, методическую и сервисную поддержку всего поставленного оборудования.

МЫ МОЖЕМ ПРЕДЛОЖИТЬ ГОТОВЫЕ РЕШЕНИЯ ПО ОСНАЩЕНИЮ АНАЛИТИЧЕСКИХ ЛАБОРАТОРИЙ:

ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ МЕХАНИЧЕСКОЙ ПОДГОТОВКИ ПРОБ:

- мельницы;
- дробилки, грохоты;
- делители и сократители проб;

ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОЙ ПОДГОТОВКИ ПРОБ И ПОДГОТОВКИ (ОЧИСТКИ) ВОДЫ И РЕАКТИВОВ:

- системы растворения проб в пробирках HotBox300 с возможностью работать при температуре до 300° С;
- системы очистки воды, очистки кислот;

ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ ЛАБОРАТОРИЙ ПРОБИРНОЙ ПЛАВКИ:

- печи для тигельной и купеляционной плавки;
- рабочие станции для приготовления шихты и миксеры;
- системы удаления и сбора пыли, системы загрузки/разгрузки;

АНАЛИТИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ:

- элементный анализ:
  - атомно-абсорбционные спектрометры;
  - атомно-эмиссионные спектрометры с индуктивно связанной плазмой;
  - масс-спектрометры с индуктивно связанной плазмой;
  - рентгеновские спектрометры
- молекулярный анализ:
  - спектрофотометры;
  - ИК-Фурье спектрометры
- термоанализ:
  - ТГА, ДСК, СТА

ЛАБОРАТОРНАЯ МЕБЕЛЬ И ВЫТЯЖНЫЕ ШКАФЫ

Мелитэк

ООО «Мелитэк» — крупнейший поставщик исследовательского оборудования и сервисных услуг, и является официальным дистрибьютором ведущих зарубежных компаний Индии, Китая и Швейцарии.
Основным направлением деятельности компании является комплексное решение задач производственных и исследовательских организаций в области материаловедения, химического и фазового анализа, а также физико-механических испытаний.

- ПРЕМИАЛЬНЫЙ КЛАСС
- СЕРВИСНЫЙ ЦЕНТР В РОССИИ
- УНИКАЛЬНЫЕ ТЕХНИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ
- КОРОТКИЕ СРОКИ ПОСТАВКИ

ПОДГОТОВКА ОБРАЗЦОВ

ЭЛЕКТРОННЫЕ МИКРОСКОПЫ

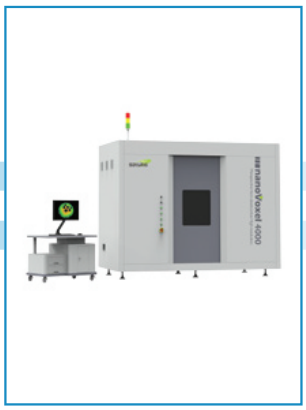
ОПТИЧЕСКИЕ МИКРОСКОПЫ

АНАЛИЗАТОРЫ ХИМИЧЕСКОГО И ФАЗОВОГО СОСТАВА

МЕХАНИЧЕСКИЕ ИСПЫТАНИЯ

ТВЕРДОМЕРЫ

ФИЗИКА ПОВЕРХНОСТИ



ПРОМЫШЛЕННАЯ ТОМОГРАФИЯ

www.melytec.ru

Москва
info@melytec.ru
+7 (495) 781-07-85

Санкт-Петербург
infospb@melytec.ru
+7 (812) 380-84-85

Екатеринбург
infoural@melytec.ru
+7 (343) 287-12-85

Таллин
info@melytec.ee
+372 (5) 620-32-81

Усть-Каменогорск
infokz@melytec.ru
+7 (723) 241-34-18