



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ФГУП ВСЕРОССИЙСКИЙ
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ им. Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА



НАУЧНЫЙ МЕТОДИЧЕСКИЙ ЦЕНТР
ГОСУДАРСТВЕННОЙ СЛУЖБЫ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ
СОСТАВА И СВОЙСТВ ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Международный метрологический форум и выставка «Метрология без границ»

III ВСЕРОССИЙСКАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ УЧАСТНИКОВ ГССО

МАТЕРИАЛЫ КОНФЕРЕНЦИИ

Российская Федерация
г. Москва
17 мая 2023 г.

УДК 006.9:53.089.68

III Всероссийская конференция участников ГССО. Тезисы докладов. Москва, Россия: УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева», 2023.

Материалы конференции, посвящены общим нормативным, метрологическим и практическим вопросам создания, 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.

ПРОГРАММА КОНФЕРЕНЦИИ

Место проведения: Центр международной торговли, Конгресс-Центр, зал «Амфитеатр»

Адрес: г. Москва, Краснопресненская набережная, дом 12

09:00 - 10:00 Регистрация участников

| Время | Наименование рассматриваемого вопроса |
|---------------|---|
| 10:00 – 10:30 | Приветственные слова участникам конференции |
| 10:30 – 10:50 | Государственная служба стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов. История становления Медведевских Сергей Викторович ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» |
| 10:50 – 11:10 | Деятельность Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов. Перспективные направления и пути их решения Собина Егор Павлович УНИИМ-филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» |
| 11:10 – 11:30 | Актуальные изменения нормативной правовой базы в части деятельности по СО Кремлева Ольга Николаевна УНИИМ-филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» |
| 11:30 – 11:45 | Стандартные образцы и библиотеки масс-спектров наркотических веществ Кулябина Елена Валериевна ФГБУ «ВНИИМС» |
| 11:45 – 12:00 | Характеризация, испытания в целях утверждения типа и сертификация стандартных образцов Степановских Валерий Васильевич ЗАО «Институт стандартных образцов» |
| 12:00 – 13:30 | <i>Перерыв, фотография, посещение выставки</i> |

| Время | Наименование рассматриваемого вопроса |
|---------------|--|
| 13:30 – 13:45 | <p>Совершенствование законодательства об обеспечении единства измерений в части применения стандартных образцов утвержденного типа</p> <p style="text-align: right;">Кулаков Станислав Александрович ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологий»</p> |
| 13:45 – 14:00 | <p>Иерархия стандартных образцов фармацевтического назначения и их применение</p> <p style="text-align: right;">Атаев Роман Романович ФГУП «Московский эндокринный завод»</p> |
| 14:00 – 14:15 | <p>Поиск путей получения современных отечественных стандартных образцов для фармации, производственные перспективы, возможности использования</p> <p style="text-align: right;">Сысуев Евгений Борисович ФБУ «УРАЛТЕСТ»</p> |
| 14:15 – 14:30 | <p>Особенности испытаний стандартных образцов в области использования атомной энергии</p> <p style="text-align: right;">Максимова Ирина Михайловна АО «ВНИИНМ им. А.А. Бочвара»</p> |
| 14:30 – 14:45 | <p>Применение стандартных образцов в качестве эталонов в соответствии с ГПС (ГЭТ 6-2016)</p> <p style="text-align: right;">Шильникова Татьяна Ивановна ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»</p> |
| 14:45 – 15:00 | <p>Стандартные образцы поглощенной дозы в обеспечении качества медицинских изделий, продукции пищевой и сельскохозяйственной промышленности при их обработке ионизирующим излучением</p> <p style="text-align: right;">Тенишев Владимир Петрович ФГУП «ВНИИФТРИ»</p> |
| 15:00 – 15:15 | <p>Международное признание стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов</p> <p style="text-align: right;">Кустиков Юрий Анатольевич ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»</p> |
| 15:15 – 15:30 | <p>Сравнение метрологических характеристик матричных СО состава цветных металлов с помощью государственного эталона и межлабораторного эксперимента</p> <p style="text-align: right;">Сергиенко Дмитрий Александрович ООО «Виктори-Стандарт»</p> |
| | <p>Обсуждение в формате Круглого стола</p> |

ТЕЗИСЫ ДОКЛАДОВ

ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ ГОСУДАРСТВЕННОЙ СЛУЖБЫ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА И СВОЙСТВ ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

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

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

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

История становления Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов

В области деятельности стандартных образцов (СО) достаточно сложно определить точную историческую веху начала работ по разработке и созданию. Но такая дата известна в части становления организационной и методической составляющей и приближается к своему столетнему юбилею. Это ли не повод обратиться к истории.

Первые упоминания в научном сообществе о необходимости применения «нормалей», «эталонных проб» и т.п. возникли на рубеже 19 и 20 веков. И первый же опыт привел к выводам о сложности задачи и целесообразности сосредоточить основную часть работ и их методическое обеспечение в специализированных организациях. Например, в США такой организацией стало Национальное бюро стандартов (ныне Национальный институт стандартов и технологии), в котором выпуск СО был начат в 1904–1905 гг. В Германии СО начали выпускать, судя по отчетам Государственной испытательной станции, в 1911–1912 гг., в Англии – в 1916 г., во Франции – в 1922 г. В СССР создание СО было начато в 1927 г. во Всесоюзном институте метрологии и стандартизации (ныне Всероссийский НИИ метрологии имени Д.И. Менделеева). В первые годы индустриализации, когда выявилась потребность в СО металлургических материалов, их выпуск был возложен на Центральную научно-исследовательскую лабораторию треста «Востокосталь» в Свердловске. Впоследствии на ее базе была организована Лаборатория стандартных образцов, действовавшая в составе Уральского НИИ черных металлов, которая затем была преобразована в Институт стандартных образцов Центрального НИИ черной металлургии имени И.П. Бардина, правопреемником которого является ЗАО «ИСО».

Период становления период характеризуется расширением номенклатуры типов СО, необходимых для удовлетворения потребностей черной и цветной металлургии и отраслей – потребителей металлургической продукции. Начинает осознаваться необходимость в СО для анализа проб сырья и продукции других отраслей промышленности и объектов, контролируемых на соблюдение экологических, санитарных, агрохимических и иных требований к их химическому составу. Организационно новые задачи решались путем выпуска СО отраслевыми институтами. Активное участие в решении указанных задач принимали лаборатории, расположенные не только на территории России, но и на Украине, в Казахстане, Киргизии и других республиках СССР.

К середине 60-х гг. усилия Академии наук СССР и научной общественности привели 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).

Основными направлениями деятельности ГССО стали изучение текущих и перспективных потребностей в СО; текущее и перспективное планирование разработок СО; организация и развитие центров по выпуску СО; создание системы нормативных и методических документов, относящихся к планированию разработок, изготовлению, аттестации и применению СО; официальное удостоверение надлежащего качества каждого типа и экземпляра СО; выполнение работ, предусмотренных соглашениями о международном сотрудничестве в данной области.

С 1973 г. работы по созданию СО в СССР были выведены на уровень государственного планирования, составляя часть раздела «Метрология» годовых и пятилетних планов стандартизации. К 1975 г. число организаций – разработчиков СО достигло 43. К началу 1983 г. разработкой и выпуском СО занимались уже 82 организации. Сегодня это число достигает 225 организаций.

Разработка нормативных документов была начата с создания и введения в действие основополагающего стандарта ГОСТ 14263–69 «Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к стандартным образцам веществ и материалов». В Государственный реестр мер и измерительных приборов СССР был включен раздел «Стандартные образцы». Как основание для включения типов СО в этот реестр была введена метрологическая экспертиза данных об изготовлении и исследовании каждого типа СО. Результаты работ по тематике СО стали обсуждаться на специализированных симпозиумах и конференциях.

Современный период деятельности Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов

В современном законодательстве Российской Федерации деятельность ГССО закреплена Федеральным законом «Об обеспечении единства измерений» и подзаконными нормативными правовыми актами. Положение о ГССО утверждено на правительственном уровне и в нем закреплены 5 основных задач ГССО:

- 1) разработка, испытание и внедрение стандартных образцов, 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 стандартных образцах, разработка программ создания стандартных образцов;
- 3) разработка технических и методических документов, устанавливающих применение стандартных образцов в промышленном производстве и научно-технической деятельности;
- 4) ведение разделов Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, содержащих сведения об утвержденных типах стандартных образцов, нормативные правовые акты Российской Федерации, нормативные и технические документы по вопросам разработки, испытаний и применения стандартных образцов;
- 5) участие в международном сотрудничестве по вопросам разработки, испытания и внедрения стандартных образцов.

Научное и методическое обеспечение работы ГССО осуществляет Научный методический центр ГССО (далее - НМЦ ГССО), функции которого выполняет ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева», а рабочим аппаратом обозначен Уральский НИИ метрологии – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева».

Создание новых утвержденных типов СО

Аналитической и регистрационной основой деятельности ГССО является Государственный реестр утвержденных типов СО Российской Федерации (далее – Госреестр), на основе данных из которого формируется Раздел «Утвержденные типы СО» Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений. За весь период деятельности ГССО в Госреестре 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. Динамика создания СО утвержденных типов в Российской Федерации за весь период деятельности ГССО показана на рис.1.



Рис.1 Динамика создания и утверждения новых типов с начала ведения Государственного реестра утвержденных типов СО

227 организаций РФ являются производителями 4437 действующих СО утвержденных типов.

В соответствии с законодательством РФ только утвержденные типы СО, сведения о которых внесены в ФИФ ОЕИ, могут применяться для метрологического обеспечения измерений, проводимых испытательными, поверочными, калибровочными лабораториями в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений. Несмотря на обширную номенклатуру и количество действующих утвержденных типов СО в нашей стране, в некоторых областях ощущается недостаточность типов СО для обеспечения единства измерений. Не стоит забывать, что метрологическое обеспечение измерений, не относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, может реализоваться посредством применения других категорий СО, к которым можно отнести СО предприятия (СОП), отраслевые СО (ОСО), сертифицированные СО отечественного и зарубежного выпуска (ССО и CRM), референтные материалы (аттестованные смеси, градуировочные растворы, RM). СО подобных категорий насчитывается большое количество.

Создание новых типов СО в настоящий момент является приоритетной задачей. Но и планомерное производство уже утвержденных типов СО как никогда актуально. 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.

Демонстрация метрологической прослеживаемости аттестованных значений СО

Одновременно с созданием новых типов СО и, как следствие, увеличением числа национальных средств передачи единиц величин наиболее актуальной остается задача достоверной демонстрации метрологической прослеживаемости, поскольку именно это способствует решению глобальной задачи сопоставимости результатов измерений, полученных для различных объектов в разное время в разных точках земного шара, а также свидетельствует о высоком уровне качества измерительных возможностей организации и страны. Планомерная и активная деятельность НМЦ ГССО и производителей СО в части информирования, пропаганды, обсуждения и принятия аналитических и метрологических решений привели к пониманию схем демонстрации метрологической прослеживаемости аттестованного значения СО к эталону единиц величин.

Вопросы методического сопровождения деятельности в части СО

Одними из основных задач, стоящих перед ГССО и НМЦ ГССО является методическое обеспечение для бесперебойного функционирования производителей СО и взаимодействие с регуляторными органами в части законодательной метрологии. Конкретизация, методическая помощь, информирование в части новых нормативных правовых актов, решений органов исполнительной власти и т.п является полем деятельности НМЦ ГССО.

В 2023 году завершены работы и зарегистрирована МИ 3670-2023 «ГСИ. Рекомендация по оформлению заявок, заявлений и прилагаемых к ним документов при утверждении типа стандартных образцов и внесении изменений о них, содержащиеся в ФИФ ОЕИ».

Поставлены задачи по пересмотру четырех документов в области стандартизации в течение 2022-2023 г. Документы связаны с пересмотром алгоритмов математической обработки результатов оценивания однородности, стабильности и характеристик стандартного образца.

Пути развития ГССО

С учетом вышесказанного видим, что приоритетные направления работы ГССО на ближайший период остаются неизменными по сравнению с 2022 г.

1) Производителям и испытателям СО необходимо при создании новых типов СО, при производстве уже действующих типов СО обеспечить достоверную метрологическую прослеживаемость до эталонов единиц величин. В то же время необходимо далее развивать эталонную базу страны, обеспечивая стандартными образцами высшей степени точности иерархическую передачу единиц величин.

2) Необходимо продолжить проведение «ревизии» всех документов в области стандартизации в части СО, пересмотр и актуализацию необходимых документов, отмены устаревших документов, исключения дублирования стандартов.

3) При возникновении проблем с наличием СО сообщать в НМЦ ГССО для информирования участников ГССО о возможности по выпуску необходимых СО потребителям.

4) Задача всех структурных звеньев ГССО, включая НМЦ ГССО, – сплотиться и мобильно реагировать на актуальные запросы рынка метрологических услуг, на появление новых и современных измерительных возможностей, создавать новые типы СО, учитывая при этом правовые требования к средствам метрологического обеспечения измерений.

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ И БИБЛИОТЕКИ МАСС-СПЕКТРОВ НАРКОТИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

Кулябина Е.В.¹, Булыгин Ф.В.¹, Козлов А.Д.⁴, Барсегян С.С.², Колобаев В.А.¹, Кирилюк А.А.¹,
Кулябина Т.В.¹, Мелкова О.Н.¹, Лошкарев В.И., Морозова В.В.^{1,3}

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

² ФГБУ «Российский центр судебно-медицинской экспертизы»

³ Fresno State University, USA, California, Fresno

В настоящее время созданы, утверждены их типы и применяются около 50 стандартных образцов наркотических субстанций, относящихся к I-IV спискам согласно Постановлению Правительства РФ от 30 июня 1998 г. № 681 «Об утверждении перечня наркотических средств, психотропных веществ и их прекурсоров, подлежащих контролю в Российской Федерации» [1]. Суммарно эти списки содержат 434 поименованные субстанции плюс изомеры (если таковые определённо не исключены) наркотических средств и психотропных веществ в тех случаях, когда существование таких изомеров возможно и соли указанных веществ, если существование таких солей возможно. Общая потребность в стандартных образцах сильнодействующих, изменяющих сознание, наркотических веществ (далее – наркотических средств), включая новые психоактивные синтетические соединения, а также их метаболиты, оценивается как минимум в несколько сотен ГСО. Как результат налицо острая нехватка таких стандартных образцов, которая влечет за собой невозможность достоверной идентификации и количественного определения наркотических средств.

Сложившаяся ситуация осложняется еще и тем, что строгость нормативно-правовых актов, предписанные меры контроля для стандартных образцов, содержащих низкие концентрации наркотических средств, не позволяют предприятиям производить такие ГСО, а бюро судебно-медицинской экспертизы, химико-токсикологическим лабораториям приобретать их и использовать для диагностики контролируемых веществ в биологическом материале. Как считает экспертное сообщество токсикологов, суд-мед экспертов, такие образцы не представляют опасности при попытках злоупотребления ими, так как низкие концентрации указанных средств или веществ не извлекаются легкодоступными способами. Следует отметить, что в странах Западной Европы и США оборот референтных материалов (в том числе контрольных и калибровочных материалов в различных биологических матрицах), содержащих малые концентрации наркотических веществ, не подлежит законодательному регулированию и контролю, поскольку не представляет никакой угрозы для населения.

Авторы полагают, что для достижения указанной цели достаточно распространить действие положения пункта 5 статьи 2 Закона № 3-ФЗ «О наркотических средствах и психотропных веществах» [2] также на препараты с малым содержанием наркотических средств, психотропных веществ и их прекурсоров, внесенных в Список I Перечня, с последующим внесением соответствующих изменений в постановление Правительства Российской Федерации от 31 марта 2022 г. № 540 «О мерах контроля в отношении препаратов, которые содержат малые количества наркотических средств, психотропных веществ и их прекурсоров, включенных в перечень наркотических средств, психотропных веществ и их прекурсоров, подлежащих контролю в Российской Федерации» [3] и приказ Минздрава России от 26 ноября 2021 г. № 1102н «Об утверждении предельно допустимого количества наркотических средств, психотропных веществ и их прекурсоров, содержащихся в препаратах, в отношении которых могут исключаться некоторые меры контроля» [4].

Стандартные образцы играют важнейшую роль при определении пределов обнаружения измерительных тест-систем, применяемых для предварительных методов анализа, определении их селективности и чувствительности, при разработке и валидации методик измерений, при поверке и калибровке средств измерений. В свою очередь, измерение количественного содержания

наркотических средств в обязательном порядке проводится при осуществлении химико-токсикологических, экспертных и клинико-диагностических исследований для установления факта употребления, состояния одурманивания или для определения причины отравления, смерти человека. Однако невозможно количественно определить содержание веществ без предварительной калибровки средства измерений по стандартным образцам искомых аналитов. Круг замкнулся.

Для метрологического обеспечения проводимых на сегодняшний день химико-токсикологических исследований предлагается следующий путь решения изложенной выше проблемы. Выход видится во введении в правовое поле масс-спектров анализируемых веществ путем аттестации и утверждения стандартных справочных данных и/или рекомендуемых справочных данных. ФГБУ «ВНИИМС», в составе которого функционирует Главный научный метрологический центр «Стандартные справочные данные о физических константах и свойствах веществ и материалов» (ГНМЦ ССД), имеет возможность выполнения таких работ. По аналогии с уже функционирующими библиотеками масс-спектров, такими как NIST Library, разработанная США (National Institute of Standards & Technology) [5], которая содержит более 242000 масс-спектров основных органических соединений, библиотека Wiley Library (John Wiley & Sons, Inc.) [6] содержит более 638000 масс-спектров основных органических соединений, библиотека компании «БелХард Групп», разработанный под названием АИПСИН [7], предлагается создать российскую библиотеку масс-спектров наркотических средств и ввести ее в правовое поле.

Создаваемая библиотека масс-спектров наркотических средств, лекарственных, психотропных, сильнодействующих и иных токсичных веществ, и продуктов их превращения или База Данных позволит проводить достоверную идентификацию сильнодействующих, наркотических и психоактивных веществ, востребованных в экспертно-криминалистических лабораториях и применяемых для обеспечения единства измерений в экспертно-криминалистической деятельности.

Решением «Межведомственной рабочей группы по формированию российской библиотеки масс-спектров психоактивных соединений и их метаболитов» (далее – рабочая группа) ФГБУ «РЦСМЭ» определено, как учреждение, ответственное за создание национальной библиотеки масс-спектров. В состав рабочей группы включены заинтересованные организации, в том числе ФГБУ «ВНИИМС».

В настоящее время рабочая группа занимается созданием Плана мероприятий («Дорожная карта») по созданию Российской библиотеки масс-спектров наркотических средств, лекарственных, психотропных, сильнодействующих и иных токсичных веществ, и продуктов их превращения, разработкой Положения о российской библиотеке масс-спектров и критериев ее пополнения, определением регламента взаимодействия учреждений, участвующих в процессе формирования российской библиотеки масс-спектров, разработкой системы метрологического обеспечения экспертной работы (судебно-химической экспертизы и химико-токсикологических исследований).

Мероприятия по созданию российской библиотеки позволят на постоянной основе организовать обмен данными между российской библиотекой масс-спектров и заинтересованными экспертными и научными организациями для идентификации и определения наркотических средств, лекарственных, психотропных, сильнодействующих и иных токсичных веществ, и продуктов их превращения в биологическом материале и вещественных доказательствах при проведении экспертно-криминалистических, судебно-химических, химико-токсикологических экспертиз (исследований), реализовать научные проекты.

В свою очередь ФГБУ «ВНИИМС», имея успешный опыт разработки стандартных справочных данных масс-спектров диагностически значимых субстанций и фармацевтических препаратов [8], разработал, и в марте 2023 г. была аттестована База Данных «Масс-спектры лекарственных препаратов, наркотических и токсических веществ» (VNIIMS 23 DB), которой был присвоен статус «Аттестована ГСССД».

Функциональное назначение Базы Данных VNIIMS 23 DB состоит в информационном обеспечении сотрудников токсикологических, экспертно-криминалистических лабораторий об имеющихся масс-спектрах сильнодействующих веществ и предоставлении информации:

- об источниках получения субстанции, применяемой для записи масс-спектра (наличие сертификата субстанции),

- ФИО, звание, должность, стаж работы на масс-спектрометре, место работы оператора, вносящего масс-спектр в БД,
- наименование прибора, на котором был записан масс-спектр,
- условия записи спектра (режим ионизации, полярность, растворитель и т.д.),
- дата записи масс-спектра ...

База Данных VNIIMS 23 DB опирается на стандартные справочные данные, например, масс-спектры антидепрессантов, снотворных и седативных веществ [9], масс-спектры психотропных субстанций [10] и др., утвержденные приказом Росстандарта от 03 апреля 2023 г. № 711.

Таким образом, вопрос метрологического обеспечения измерений, выполняемых для создание стандартных образцов ДНК, РНК, белков, пептидов, психоактивных, сильнодействующих веществ в сложных матрицах представляет из себя многоплановую, сложную, но вполне решаемую задачу и ФГБУ «ВНИИМС» в тесном взаимодействии со стейкхолдерами приступил к ее решению.

Литература

1. Постановление Правительства РФ от 30 июня 1998 г. № 681 «Об утверждении перечня наркотических средств, психотропных веществ и их прекурсоров, подлежащих контролю в Российской Федерации» <https://base.garant.ru/12112176/?ysclid=lhao9y4kwa196455250>
2. Федеральный закон от 8 января 1998 г. № 3-ФЗ «О наркотических средствах и психотропных веществах» <https://base.garant.ru/12107402/?ysclid=lhaoarms4h102573703>
3. Постановление Правительства Российской Федерации от 31 марта 2022 г. № 540 «О мерах контроля в отношении препаратов, которые содержат малые количества наркотических средств, психотропных веществ и их прекурсоров, включенных в перечень наркотических средств, психотропных веществ и их прекурсоров, подлежащих контролю в Российской Федерации» <https://base.garant.ru/403826240/?ysclid=lhaochjxj4478304782>
4. Приказ Минздрава России от 26 ноября 2021 г. № 1102н «Об утверждении предельно допустимого количества наркотических средств, психотропных веществ и их прекурсоров, содержащихся в препаратах, в отношении которых могут исключаться некоторые меры контроля» <https://www.garant.ru/products/ipo/prime/doc/403036999/?ysclid=lhaodw51o2448450479>
5. Библиотека масс-спектров NIST <https://www.nist.gov/programs-projects/nist20-updates-nist-tandem-and-electron-ionization-spectral-libraries>
6. Библиотека Wiley Library (John Wiley & Sons, Inc.) <https://spectrabase.com/spectrum/>
7. Библиотека АИПСИН <https://aipsin.com/news/aipsin/>
8. Гуськова Е.А., Кулябина Е.В., Кирилюк А.А., Мелкова О.Н. Библиотека масс-спектров диагностически значимых субстанций и фармацевтических препаратов. Законодательная и прикладная метрология, 5 (162), 2019, С. 31-34 <https://elibrary.ru/item.asp?id=41514261>
9. ГСССД 416-2023 <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/10/items/1407703>
10. ГСССД 419-2023 <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/10/items/1407706>

ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ, ИСПЫТАНИЯ В ЦЕЛЯХ УТВЕРЖДЕНИЯ ТИПА И СЕРТИФИКАЦИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

Степановских В. В.

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

Исходя из определений терминов (понятий) по характеристике СО и испытаниям СО в целях утверждения типа, они имеют одну цель:

- Характеризация (стандартного образца): **Определение значений свойств или признаков стандартного образца** – часть производственного процесса (ГОСТ ISO Guide 30-2019).
- Характеризация (для СО): **Процедура определения значений свойств СО** как часть процесса сертификации (аттестации) (ГОСТ ISO Guide 35-2015).

Характеризация является одним из этапов производства СО, поэтому её проводит разработчик (производитель) СО.

- Испытания стандартных образцов... в целях утверждения типа (далее по тексту Испытания СО) – **работы по определению метрологических и технических характеристик** однотипных СО. Решение об утверждении типа стандартных образцов принимается Росстандартом на основании положительных результатов испытаний стандартных образцов (Федеральный закон от 26.06.2008 N 102-ФЗ).

Практика производства СО, в случае характеристики (испытаний) матричных СО, например, материалов металлургического производства, показывает, что определение аттестуемых характеристик проводят разными способами (см. ISO GUIDE 35:2017), например, либо по результатам межлабораторного эксперимента (МЛЭ), либо – **прямых измерений(?)** на эталоне (испытания СО).

Способ применения МЛЭ является для указанных типов СО предпочтительным, поскольку использует ряд наборов данных, полученных с применением различных методик измерений и/или в различных лабораториях чтобы:

- продемонстрировать отсутствие существенного смещения в методиках измерений, показав, что независимые методики дают одни и те же результаты;
- продемонстрировать отсутствие значительного лабораторного смещения для каждой лаборатории путем согласования результатов;
- повысить надежность приписанного значения путем усреднения результатов, тем самым уменьшая влияние повторяемости и рандомизации и уменьшая эффект межлабораторной или межметодической вариации.

Испытания СО по результатам прямых измерений на государственном первичном эталоне вызывают ряд вопросов.

В соответствии с ФЗ-102 «измерения, относящиеся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, должны выполняться по первичным референтным методикам (методам) измерений, референтным методикам (методам) измерений и другим аттестованным методикам (методам) измерений, **за исключением методик (методов) измерений, предназначенных для выполнения прямых измерений** с применением средств измерений утвержденного типа, прошедших поверку» То есть методики для прямых измерений аттестации не подлежат!

Методики (методы) измерений, предназначенные для выполнения **прямых измерений**, **вносятся в эксплуатационную документацию на средства измерений**. Подтверждение соответствия этих методик (методов) измерений обязательным метрологическим требованиям к измерениям осуществляется в процессе утверждения типов данных средств измерений.

Исходя из перечня средств измерений, включенных в эталон ГЭТ 196, спектральный метод с применением индуктивно связанной плазмы (ИСП) должен включать несколько этапов, в зависимости от анализируемых материалов. Например, ГОСТ Р 55079-2012 «Сталь. Метод атомно-эмиссионного анализа с индуктивно связанной плазмой» включает следующую схему анализа:

- Установление градуировочных характеристик (для каждого анализируемого элемента).

Одновременно с установлением градуировочных характеристик проводят количественный учет взаимных спектральных влияний на выбранные аналитические линии определяемых элементов. Поправочные коэффициенты, учитывающие спектральные наложения, вводят в память компьютера и используют при вычислении результата анализа.

- Растворение навески анализируемой пробы:

Навеску пробы массой 0,1000 г помещают в стеклянный стакан вместимостью 150-200 см³, приливают 20 см³ раствора HCl 1:1, накрывают часовым стеклом и нагревают до растворения навески. Осторожно приливают 1 см³ и упаривают полученный раствор до объема 10 см³. Раствор охлаждают, обмывают стенки стакана и часовое стекло дистиллированной водой. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Если при растворении пробы остается нерастворимый осадок, то раствор пробы фильтруют в мерные колбы вместимостью 200 см³ через фильтр «белая лента», промывают осадок на фильтре вначале небольшими порциями горячего раствора HCl 2:100 до исчезновения желтой окраски фильтра, а затем горячей водой. Помещают фильтры в платиновые тигли. Высушивают, озоняют при температуре ~800°C. Полученный остаток сплавляют при 1000°C с 1-1,5 г смеси 2:1. Плав выщелачивают при умеренном нагревании раствором HCl 1:9. Полученный раствор присоединяют к основному фильтрату, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

- Растворение навески СО (для контроля правильности).
- Приготовление раствора контрольного опыта («холостой раствор») для учета загрязнения реактивов определяемыми элементами.
- Контроль стабильности градуировочных характеристик (осуществляют перед началом проведения анализа по процедуре, предусмотренной математическим обеспечением прибора, и повторяют (при необходимости) через каждые 30-40 мин. в процессе проведения анализа).
- И т.д.

В России действует более 700 национальных и межгосударственных стандартов на методики анализа различных материалов методами ИСП АЭС и ИСП МС. Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов ГЭТ-196 не имеет ограничений ни по материалам, ни по элементам в диапазоне от (10⁻¹⁰ – 99,99) %. Представляется целесообразным внести уточнения в ГЭТ-196 и др. «универсальные» государственные эталоны в части перечня анализируемых материалов и определяемых химических элементов, а также обеспечить аттестованными методиками измерений. Отсутствие аттестованных методик измерений приводит к получению результатов испытаний СО с повышенной погрешностью (например, испытания в целях утверждения типа ГСО 11743-2021 и ГСО 11744-2021).

Во введении ГОСТ 8.315-2019 подчеркивается, что стандартные образцы категорий ГСО, МСО, СО КОOMET по своему метрологическому статусу являются сертифицированными стандартными образцами. Ознакомление с отдельными СО утвержденного типа в ФИФ «Аршин» позволяет в отдельных случаях усомниться в правильности вышеуказанного утверждения.

СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ ЗАКОНОДАТЕЛЬСТВА ОБ ОБЕСПЕЧЕНИИ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ В ЧАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ УТВЕРЖДЕННОГО ТИПА

Кулаков С. А.

ФГБУН «Федеральный исследовательский центр питания и биотехнологии»

В сфере обращения стандартных образцов разработано и утверждено немало правовых актов и документов в области стандартизации. Значительная часть терминов и определений сосредоточена в последних, однако бóльшую юридическую силу имеют первые. Во главе угла стоит Федеральный закон от 26 июня 2008 г. №102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» (далее – Закон 102-ФЗ), также имеющий свой небольшой, но непреклонный понятийный аппарат. Согласно статье 2 Закона 102-ФЗ, он оперирует понятием «стандартный образец» и дополнениями к этому понятию, такими как «тип», «утверждение типа» и «испытания в целях утверждения типа», которые характеризуют определенные категории стандартных образцов, либо действия с ними.

Согласно статье 8 Закона 102-ФЗ в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений (далее – ГРОЕИ) применяются стандартные образцы утвержденных типов. А сфера ГРОЕИ, собственно, и есть центральная область применения упомянутого нормативного правового акта, следовательно, рассматривая стандартный образец в рамках применения Закона 102-ФЗ, следует воспринимать его как стандартный образец утвержденного типа. А просто стандартный образец, т.е. неутвержденного типа – это уже нарушение законодательства об обеспечении единства измерений, если деятельность осуществляется в сфере ГРОЕИ.

В то же время более углубленные терминологические источники в сфере обращения стандартных образцов, представленные в таких документах в области стандартизации, как РМГ 29-2013 «ГСИ. Метрология. Основные термины и определения», ГОСТ ISO Guide 30-2019 «Стандартные образцы. Некоторые термины и определения», ГОСТ 8.315-2019 «Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения» указывают на то, что стандартный образец – это общее понятие для материалов достаточно однородных и стабильных чтобы использовать заложенные в них свойства в измерительном процессе. Стандартные образцы могут быть как аттестованными, так и неаттестованными. К последним могут относиться также чистые реактивы с известным содержанием основного вещества, отраженным в сопроводительной документации. Стандартные образцы могут иметь свойства как количественного, так и качественного порядка. Более того, в сфере оценки (подтверждения) соответствия пищевой продукции стандартные образцы используются не только в физико-химических измерениях, но также в органолептическом анализе (например, стандартный образец (эталон) цвета и стандартный источник света МКО D65, используемые в ГОСТ ISO 11037-2013 «Органолептический анализ. Руководство по оценке цвета пищевых продуктов», который включен в перечень стандартов к ТР ТС 033/2013) и бактериологических исследованиях (например, стандарт мутности по МакФарланду и отраслевые стандартные образцы мутности бактериальных взвесей, применяемые в ГОСТ Р 54354-2011 «Мясо и мясные продукты. Общие требования и методы микробиологического анализа», который включен в том числе в перечень стандартов к ТР ТС 021/2011). Тем не менее всё это стандартные образцы, и, следуя букве закона, должны быть утвержденных типов, т.к. оценка соответствия, являясь предметом законодательства о техническом регулировании, входит в сферу распространения ГРОЕИ. Но даже при большом желании утвердить в установленном порядке типы названных стандартных образцов формально не получится, т.к. той же статьей 8 Закона 102-ФЗ установлено, что единицы величин, передаваемые стандартными образцами, должны быть допущены к применению в Российской Федерации. Однако в соответствии с

Положением о единицах величин, допускаемых к применению в Российской Федерации (утв. постановлением Правительства РФ от 31.10.2009 N 879), цветовую шкалу вообще нельзя назвать величиной¹, а международные единицы (МЕ) не входят в число допускаемых к применению в Российской Федерации.

Подобный формализованный терминологический вакуум создает неопределенность в правоприменительной практике, порой ведущую к злоупотреблениям со стороны контролирующих органов, но также подрывает целостность регулятивных актов и нормативных документов, чем спешат воспользоваться недобросовестные субъекты предпринимательской деятельности. Для достижения эффективного взаимодействия между участниками обращения стандартных образцов и обеспечения единства измерений в целом необходима гармонизация понятийных аппаратов между нормативными правовыми актами и документами в области стандартизации в соответствующей области.

Говоря об эффективности взаимодействия между участниками рынка стандартных образцов и регулируемыми органами, нельзя не коснуться такой формы ГРОЕИ, как федеральный государственный метрологический контроль (надзор).

Так, например, оценка (подтверждение) соответствия пищевой продукции требованиям технических регламентов относится к самой последней группе тяжести «Г», установленной Положением о федеральном государственном метрологическом контроле (надзоре) (утв. постановлением Правительства РФ от 29.06.2021 N 1053) и, учитывая объем обращения продовольственной продукции на отечественном рынке, а также подтверждение соответствия требованиям технических регламентов Евразийского экономического союза (далее – ЕАЭС) в подавляющем большинстве случаев в форме обязательного декларирования соответствия, то можно предположить, что не менее 95% контролируемых лиц попадают в самую последнюю четвертую группу вероятности. Таким образом федеральный государственный метрологический контроль (надзор) за деятельностью хозяйствующих субъектов в сфере обращения пищевой продукции ведется в столь незначительном масштабе, что, применяя аналогичный риск-ориентированный подход, но уже со стороны предпринимателей, выходит потребность в стандартных образцах утвержденных типов отпадает в принципе.

Цепочки взаимодействия правотворческих, правоприменительных государственных органов, производителей стандартных образцов, поставщиков стандартных образцов, юридических лиц, аккредитованных на право проведения испытаний стандартных образцов в целях утверждения типа, потребителей стандартных образцов, а также разработчиков методик измерений, требующих использования стандартных образцов, повсеместно разорваны и требуют регламентации на законодательном уровне.

Политика импортозамещения, провозглашаемая Правительством Российской Федерации, может быть реализована и без структурных изменений в законодательстве об обеспечении единства измерений, без снятия пелены с деятельности отдельных субъектов обращения стандартных образцов, но кому будут нужны эти утвержденные типы стандартных образцов отечественного производства, если отсутствует прозрачный порядок их применения?

Литература

1. Об обеспечении единства измерений: Федеральный закон РФ от 26.06.2008 № 102-ФЗ: текст редакции от 28.12.2021. Собрание законодательства Российской Федерации, № 26, 30.06.2008, ст.3021 // Российская газета, № 140, 02.07.2008

¹ Величина - свойство объекта, явления или процесса, которое может быть различимо качественно и определено количественно (п.3 Положения о единицах величин, допускаемых к применению в Российской Федерации)

2. Об утверждении Положения о единицах величин, допускаемых к применению в Российской Федерации: Постановление Правительства РФ от 31.10.2009 № 879: текст редакции от 09.03.2022. Собрание законодательства Российской Федерации, № 45, 09.11.2009, ст.5352

3. Об утверждении Положения о федеральном государственном метрологическом контроле (надзоре) и о признании утратившими силу некоторых актов Правительства Российской Федерации: Постановление Правительства РФ от 29.06.2021 № 1053: текст редакции от 20.04.2022. Собрание законодательства РФ, 05.07.2021, N 27 (часть III), ст. 5431 // Официальный интернет-портал правовой информации <http://pravo.gov.ru>, 01.07.2021

4. Технический регламент Таможенного союза «О безопасности молока и молочной продукции» (ТР ТС 033/2013): Решение Совета ЕЭК от 09.10.2013 № 67: текст редакции от 15.07.2022 // Официальный сайт Евразийской экономической комиссии <http://www.eurasiancommission.org>, 11.10.2013

5. Технический регламент Таможенного союза «О безопасности пищевой продукции» (ТР ТС 021/2011): Решение Комиссии Таможенного союза от 09.12.2011 № 880: текст редакции 14.07.2021 // Официальный сайт Комиссии таможенного союза www.tsouz.ru, 15.12.2011

ПОИСК ПУТЕЙ ПОЛУЧЕНИЯ СОВРЕМЕННЫХ ОТЕЧЕСТВЕННЫХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ФАРМАЦИИ: ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ПЕРСПЕКТИВЫ, ВОЗМОЖНОСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ

Сысуев Е.Б.¹, Носкова В.Д.¹, Степанова Э.Ф.², Петров А.Ю.³

¹ ФБУ «Государственный региональный центр стандартизации, метрологии и испытаний в Свердловской области», г. Екатеринбург, e-mail: seb@uraltest.ru

² Пятигорский медико-фармацевтический институт – филиал ФГБОУ ВО ВолгГМУ Минздрава России, г. Пятигорск

³ ФГБОУ ВО «Уральский государственный медицинский университет» Министерства Здравоохранения Российской Федерации, г. Екатеринбург, e-mail: seb@uraltest.ru

Вопросы, связанные с разработкой, утверждением и производством СО отечественного происхождения достигли своего максимального значения, что связано не только с современными тенденциями в сферах метрологического обеспечения измерений (изменениями в нормативной базе), но также и в социально-экономической (политической). Современное положение дел, связанное с ограничениями импорта и применяемыми санкциями к Российской Федерации, запустили процессы интенсивного развития проектов по созданию отечественных СО.

Положительной тенденцией считаем активность разработчиков СО для фармацевтической промышленности, но, к сожалению, считаем ее недостаточной.

В настоящее время отечественная фармацевтическая промышленность столкнулась с острой проблемой практически полного отсутствия стандартных образцов отечественного производства. Причем СО для некоторых фармакологических групп отсутствуют полностью.

Глубина проблематики лежит далеко за границами разработки и утверждения типа СО. В современной России сильно ограничена материальная база, которая должна существовать как постоянно пополняемый ресурс не только как фармацевтическая субстанция, но и в качестве материала СО, и независимый от иностранных производителей. Данная проблема обусловлена ограниченным количеством в нашей стране опытно-промышленных и промышленных предприятий по выделению и синтезу фармацевтических субстанций [1].

Итоги 2022 года показали высокую зависимость рынка от внешних факторов, особенно остро это касается санкционного давления.

Количество наименований фармацевтических субстанций, производимых на территории Российской Федерации, ограничивается 1870 действующими, согласно Государственного реестра лекарственных средств. С 2023 года запущена программа поддержки производства фармсубстанций. Она предусматривает субсидирование ставки по долгосрочным кредитам на создание производства более 145 фармсубстанций [2].

Фармацевтические субстанции являются активными ингредиентами для основы производства лекарств, БАД и СО. Субстанции производятся с использованием химических реакций или биотехнологических процессов.

Перед началом выпуска фармацевтических субстанций, производитель должен обеспечить стабильность и чистоту продукта. Для этого используются различные методы анализа и контроля качества, так как даже небольшое отклонение может повлиять на эффективность и безопасность лекарственного препарата.

Одним из наиболее распространенных методов производства фармацевтических субстанций является технология выделения фармакологически активных веществ из природного сырья. Она

основана на использовании биологических систем для производства фармацевтических субстанций. Этот метод позволяет получать более качественные и эффективные продукты.

Другим методом является химический синтез. Он основан на использовании химических реакций для производства фармацевтических субстанций. Этот метод применяется в случае, когда другие методы неэффективны или слишком дороги.

Выпуск фармацевтических субстанций – это сложный процесс, который требует высокой квалификации и большого опыта. Однако, благодаря использованию новейших технологий и методов производства, производители могут обеспечивать безопасность и качество [3].

На наш взгляд ситуация с ограниченными возможностями производства отечественных субстанций не является непоправимой и имеет пути решения. Ученые коллективы проводят исследования по разработке и модификации технологий получения фармацевтических субстанций, которые несомненно можно применить и для создания отечественных СО с утверждением типа. В частности, проведен ряд исследований по разработке технологии получения отечественных субстанций и наработке опытной партии жирорастворимых витаминов А и D из природного сырья с использованием принципов малоотходных технологий совместно с коллективом ученых из Пятигорского медико-фармацевтического института (профессор Э.Ф. Степанова) и Уральского государственного медицинского университета (профессор А.Ю. Петров). Учитывая наличие в нашей стране большого количества предприятий по переработке рыбы как дикого происхождения, так и культивируемых пород, данные исследования однозначно могут быть полезны и в смежных областях промышленности, рассматривая их с позиции сырьевого объекта и безотходного производства. Ведутся работы по наработке и очистке пробной партии витамина Е из сырья растительного происхождения.

Технологическая схема производства жирорастворимых витаминов включает в себя следующие стадии [4].

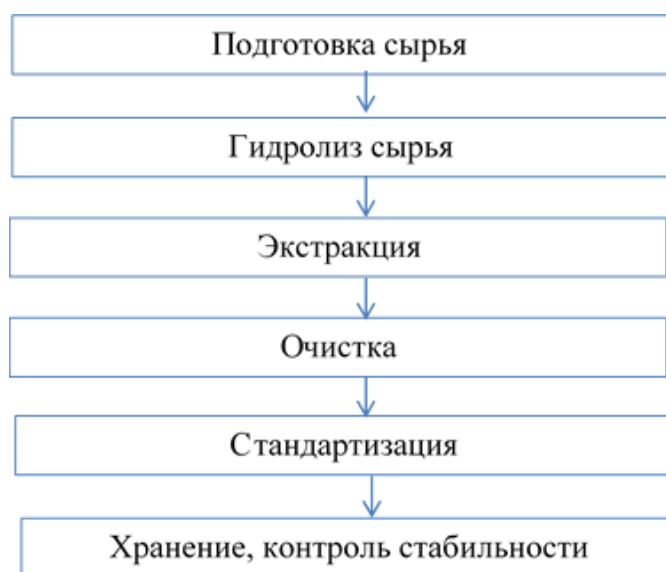


Рис. 1 Технологическая схема производства жирорастворимых витаминов А и D

В настоящий момент проведены работы по патентной защите технологических процессов лабораторной технологической схемы выделения из природного сырья жирорастворимых витаминов, разработана технология полного цикла производства субстанции витаминов А и D, проведена паспортизация полученных субстанций.

Паспортизация полученных субстанций проводилась по показателям на примере витамина А в соответствии с ФС.2.1.0173.18 Ретинола пальмитат с дополнительными исследованиями пероксидного и кислотного числа и тяжелых металлов.

Таблица 1 Показатели качества витамина А

| Наименование показателя | Норма | Описание |
|-------------------------|---|---|
| Содержание витамина А | 95,0-110,0 % | 97 % |
| Внешний вид | Жироподобное светло-желтое вещество или желтая маслянистая жидкость в расплавленном состоянии | желтое вязкое масло частично кристаллизованное при охлаждении |
| Подлинность | УФ - спектрометрия | соответствует |
| Родственные примеси | А300/А326 не более 0,60 А350/А326 – не более 0,54 А370/А326 – не более 0,14 | А300/А326 – 0,60 А350/А326 – 0,53 А370/А326 – 0,13 |
| Остаточные растворители | Метанол – не более 3000 мг/кг Гептан, метилацетат, изопропанол – не более 5000 мг/кг | Метанол, гептан, метилацетат и изопропанол – соответствует |
| Активность | не менее 1,0 млн МЕ/г | 1,5 млн МЕ/г |
| Пероксидное число | не более 10 ммоль/кг | 1 ммоль/кг |
| Кислотное число | не более 2 мг КОН/г | 0,5 мг КОН/г |
| Содержание мышьяка | не более 1 мг/кг | соответствует |
| Содержание свинца | не более 2 мг/кг | соответствует |
| Содержание кадмия | не более 1 мг/кг | соответствует |
| Содержание ртути | не более 0,1 мг/кг | соответствует |
| Тяжелые металлы | не более 10 мг/кг | соответствует |

Аналогичным образом (табл.1) составлены паспорта качества на другие представители группы витаминов.

Также не стоит упускать из внимания то, что фармацевтические субстанции несомненно должны обладать высокой степенью очистки и чистота которых должна контролироваться аналитическими методами контроля, что в свою очередь повторно ставит вопрос о наличии СО характерных для веществ, содержащихся в фармакопейных субстанциях в виде микропримесей и, довольно часто, влияющих на фармакологическую активность действующего вещества и на безопасность его применения. Следует понимать, что наличие различных технологических процессов при производстве идентичных субстанций может по-разному влиять на состав сопутствующих продуктов, которые образуются в процессе синтеза или выделения. Данную особенность необходимо характеризовать и контролировать индивидуально, что также подразумевает наличие СО на данную сингулярность.

Таким образом можно говорить об актуальности исследований в части производства фармацевтических субстанций не только на уровне только одной фармацевтической отрасли, а в более глобальном масштабе – государственном. При таком подходе к решению данной проблемы по обеспечению лекарственной безопасности страны несомненно важным является взаимодействие между государством, бизнес-структурами и отечественной научной индустрией.

Консолидация усилий в сфере научных исследований и внедрение в производство инновационных технологий позволит в кратчайшие сроки восстановить отечественную производственную базу фармацевтических субстанций и снизить зависимость Российских производителей готовых лекарственных форм от иностранных поставщиков субстанций.

Литература

1. Прожерина, Ю. Инновационные технологии в фармацевтике / Ю. Прожерина // Ремедиум. 2021. № 1. С. 63-64. DOI: 10.21518/1561-5936-2021-1-63-64.
2. Фармацевтический рынок России: 2022. Текст : электронный // DSM GROUP. URL: https://dsm.ru/docs/analytics/Annual_report_2023_rus.pdf (дата обращения 09.05.2023).
3. Нечаева Ю. Импорт фармацевтических субстанций в Россию в 2020 году // Ремедиум. 2021. № 2. С. 32-35. DOI: 10.21518/1561-5936-2021-2-32-35.
4. Совершенствование технологии производства жирорастворимых витаминов на базе щелочного гидролиза / Е. Б. Сысуев [и др.] // Фармация и фармакология. 2022. Т. 10, № 3. С. 255-266. DOI: 10.19163/2307-9266-2022-10-3-255-266.

ПРИМЕНЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ В КАЧЕСТВЕ ЭТАЛОНОВ В СООТВЕТСТВИИ С ГПС (ГЭТ 6-2016)

Шильникова Т. И., Жуков Г. В., Моисеев Н. Н.

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

В соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений активности радионуклидов, удельной активности радионуклидов, потока и плотности потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников (ГПС), утверждённой приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 3341 от 30 декабря 2022 г, передача единиц активности и удельной активности радионуклидов эталонам и средствам измерений может осуществляться с применением нового вида эталонов – государственных стандартных образцов (ГСО).

В докладе представлены основные причины внесенных в ГПС изменений, в частности, отсутствие в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ФИФ) растворов радионуклидов, являющихся аттестованными эталонами или средствами измерений (СИ) утвержденного типа, поверенными в качестве эталонов.

Основным препятствием для утверждения типа средства измерений - растворов радионуклидов, как и для аттестации эталонов, является специфический способ их использования, а именно невозможность повторного применения после вскрытия ампулы. Отсутствие нужных эталонов вызывает серьезные проблемы в части передачи единиц активности и удельной активности радионуклидов от ГЭТ 6-2016 эталонам и средствам измерений.

Для устранения данной проблемы и урегулирования ситуации с передачей единиц активности и удельной активности в новой ГПС исключена ветвь передачи единицы активности и удельной активности с помощью растворов радионуклидов и введен новый вид эталонов активности и удельной активности радионуклидов – государственных стандартных образцов (ГСО) для обеспечения передачи единицы активности и удельной активности радионуклидов от ГЭТ 6-2016 эталонам и средствам измерений.

Применение эталонов активности и удельной активности радионуклидов необходимо для решения целого ряда задач в области обеспечения радиационной безопасности:

- для калибровки, поверки, испытаний радиометрической и спектрометрической аппаратуры;
- аттестации методик измерений;
- проведения межлабораторных сличений и пр.

Основными СИ активности и удельной активности альфа- и бета-излучающих радионуклидов в растворах являются радиометры, принцип действия которых основан на жидкосцинтилляционных (ЖС) методах. Обеспечение правильных и точных измерений активности и удельной активности радионуклидов с помощью этих приборов, применяемых в области радиоэкологического мониторинга, при переработке и утилизации РАО, на объектах атомной промышленности и пр., служит гарантией радиационной безопасности как населения, так и персонала, работающего с источниками ионизирующих излучений. Особенностью методик поверки ЖС радиометров является необходимость приготовления счетных образцов из раствора требуемого радионуклида и жидкого сцинтиллятора, что зачастую приводит к серьезным ошибкам в определении метрологических характеристик и неверным заключениям о пригодности СИ.

Для исключения из методик поверки процедуры приготовления счетных образцов и перехода на использование доступных серийных средств поверки требуется создание нового вида эталонов с необходимыми метрологическими характеристиками. В настоящее время ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.

Менделеева» выполняет инициативную научно-исследовательскую работу по разработке и созданию набора стандартных образцов на основе смеси радионуклидных растворов и жидкого сцинтиллятора, детали работы представлены в настоящем докладе.

Основные значимые перспективы успешного завершения данной работы:

- Впервые будет разработан и утвержден тип серийно выпускаемых СО, применяемых в качестве эталонов в соответствии с ГПС, утвержденной Приказом Росстандарта от 30 декабря 2022 г. № 3341.

- Наличие ГСО позволит перейти к внесению изменений в методики поверки средств измерений на основе жидкосцинтилляционных детекторов в части средств поверки, что позволит исключить трудоемкий процесс приготовления счетных образцов, применяемых для поверки в настоящее время.

- Применение ГСО и изменения методик поверки будут иметь особую значимость для метрологического обеспечения единства измерений в области измерений ионизирующих излучений, так как полностью устранят влияние существующих средств поверки на результат подтверждения метрологических характеристик.

- Региональные метрологические центры и аккредитованные на право поверки организации получат возможность оперативного приобретения необходимых средств поверки ЖС приборов.

- Массовое обеспечение региональных метрологических центров новыми эталонами в виде серийных ГСО для передачи единиц активности радионуклидов существенно повысит доступность метрологических услуг и сократит время их предоставления

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ ПОГЛОЩЕННОЙ ДОЗЫ В ОБЕСПЕЧЕНИИ КАЧЕСТВА И БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ ОБРАБОТКЕ ПРОДУКЦИИ ИОНИЗИРУЮЩИМ ИЗЛУЧЕНИЕМ

Тенишев В. П.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений»,
Менделеево, Московская обл., Россия, e-mail: tenishev@vniiftri.ru

Качество — совокупность свойств и характеристик продукции или услуги, которые придают им способность удовлетворять обусловленные или предполагаемые потребности потребителя [1].

Безопасность продукции – состояние продукции, свидетельствующее об отсутствии недопустимого риска, связанного с вредным воздействием на человека и будущие поколения, защита жизни и здоровья человека [2].

Качество и Безопасность продукции при радиационной ее обработке обеспечивается Технологическим Регламентом проведения процесса радиационной обработки, для чего необходимо разрабатывать, внедрять и поддерживать следующие процедуры:

1. Для достижения поставленной задачи, качества и обеспечения безопасности продукции необходимо выбрать радиационно-технологическую установку (РТУ), аттестованной аккредитованной организацией в соответствии с нормативными требованиями [3];

2. Аттестация последовательности радиационно-технологических операций для данного вида продукции на выбранной по пункту 1 РТУ для достижения поставленной цели в соответствии с нормативами [3];

3. Координаты критических контрольных точек процесса обработки ионизирующим излучением, с указанием предельных значений при радиационной обработке, их контролируемые значения - $D_{контр}$, минимально разрешенная доза - $D_{мин}$, максимально допустимая доза - $D_{макс}$;

4. Порядок мониторинга критических контрольных точек процесса радиационной обработки производится в соответствии с Технологическим Регламентом;

5. Ведение и хранение документации на бумажных и (или) электронных носителях, подтверждающих соответствие обрабатываемой продукции требованиям, разработанному Техническому Регламенту облучения и (или) техническим регламентам Таможенного Союза, с целью обеспечения прослеживаемости продукции и периодичности проведения проверки;

Операции по пунктам 1 и 4 проводятся с помощью Межгосударственных стандартных образцов поглощенной дозы фотонного и электронного излучений, например, УСО ПД(Э)-1/10 (сополимер с 4-диэтиламиноазобензоловым красителем) или же МСО ПД(Ф)Э-5/50, МСО ПД(Ф)Э-30/200 (сополимер с феназиновым красителем) [4-7].

Изготовитель обязан вести и хранить документацию о выполнении мероприятий по обеспечению безопасности в процессе производства (изготовления) продукции, включая документы, подтверждающие безопасность на бумажных и (или) электронных носителях информации.

Документы, подтверждающие качество и безопасность продукции, подлежат хранению в течение трех лет со дня их выдачи.

Литература

1 Международные стандарты. «Управление качеством продукции». ИСО 9000-9004, ИСО 8402. — М.: Изд-во стандартов, 1988

2 Технический регламент таможенного союза ТР ТС 021/2011 «О безопасности пищевой продукции». Решение Комиссии Таможенного союза от 9 декабря 2011 г. № 880.

3 РМГ 135-2016, РМГ 146-2019, ГОСТ 8.651-2016 и ГОСТ 8.664-2019, ГОСТ ISO 11137-1-2011, ГОСТ Р ИСО 11137-3-2008, ГОСТ 8.651-2016.

4 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).

5 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).

6 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).

7 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).

СРАВНЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК МАТРИЧНЫХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ С ПОМОЩЬЮ ГОСУДАРСТВЕННОГО ЭТАЛОНА И МЕЖЛАБОРАТОРНОГО ЭКСПЕРИМЕНТА

Сергиенко Д. А.

ООО «Виктори-Стандарт», г. Екатеринбург, e-mail: info@vikst.ru

В последние годы в области производства стандартных образцов утвержденного типа возникла следующая проблема: практически все заводы, обладающие компетентными лабораториями, производящие сплавы на основе меди оказались в собственности двух крупных холдингов. А холдинги, в целях оптимизации затрат и уменьшения внутренней конкуренции, стали вводить узкие специализации для заводов. А узкие специализации в свою очередь стали вести к сокращению персонала и аналитических возможностей лабораторий. В результате возникла следующая ситуация – заводов много, но каждый из них работает в узкой области, часто анализируя только элементы и интервалы содержания требуемые по ГОСТ.

Как итог – перестают набираться 9 независимых результатов (10-ый – ГЭТ), требуемых для аттестации образца методом межлабораторного эксперимента.

Однако существует и альтернативный путь – через ГЭТ с применением РМГ 53-2002.

Для проверки как изменятся результаты в случае применения ГЭТ при аттестации я произвел расчет как изменятся характеристики образцов меди аттестованных в крупнейших лабораторий медной отрасли России:

1. ЗАО «Новгородский металлургический завод», г. Великий Новгород
2. АО «Кыштымский медеэлектролитный завод», г. Кыштым
3. ОАО «Ревдинский завод ОЦМ», г. Ревда
4. ООО «Институт Гипроникель», г. Санкт_Петербург
5. УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева», г. Екатеринбург
6. АО «Уралэлектромедь», ЦЛ г. Верхняя Пышма
7. АО «Уралэлектромедь», ЦЛ г. Кировград
8. ПГ «Цветметтехнология», г. Полевской
9. концерн Thermo Scientific

При аттестации были использованы следующие методы анализа:

1. Атомно-эмиссионный метод анализа с искровым возбуждением спектра.
2. Масс-спектральный метод анализа.
3. Атомно-эмиссионный метод анализа с индуктивно-связанной плазмой.
4. Атомно-абсорбционный метод анализа.
5. Пробирно-гравиметрический метод анализа.
7. Метод инфракрасной спектроскопии.

При сравнении двух способов установления аттестованного значения содержания примесей в меди получились следующие результаты:

Метрологические характеристики

Таблица 1 Медь типа М0

Расчет МЛЭ произведен согласно ГОСТ 8.532-2002

Расчет по ГЭ произведен согласно РМГ 53-2002

| Элемент | | VSM16-K1 | | Границы абсолютной погрешности аттестованных значений СО при P=0,95, (± Δ), % МЛЭ | Границы абсолютной погрешности аттестованных значений СО при P=0,95, (± Δ), % ГЭТ |
|----------|----|----------------------------------|--|---|---|
| | | Аттестованные значения СО МЛЭ, % | Аттестованные значения СО методом ГЭТ, % | | |
| Алюминий | Al | - | 0,00011 | - | 0,00004 |
| Висмут | Bi | 0,00106 | 0,00111 | 0,00010 | 0,00009 |
| Железо | Fe | 0,00091 | 0,00094 | 0,00005 | 0,00005 |
| Золото | Au | - | 0,000064 | - | 0,000016 |
| Кадмий | Cd | 0,00098 | 0,000988 | 0,00007 | 0,000035 |
| Кобальт | Co | 0,00096 | 0,00100 | 0,00011 | 0,00009 |
| Кремний | Si | 0,00105 | 0,00101 | 0,00016 | 0,00018 |
| Марганец | Mn | 0,00098 | 0,00102 | 0,00004 | 0,00004 |
| Мышьяк | As | 0,00117 | 0,00120 | 0,00013 | 0,00012 |
| Никель | Ni | 0,00088 | 0,00089 | 0,00007 | 0,00005 |
| Олово | Sn | 0,00105 | 0,00109 | 0,00009 | 0,00008 |
| Палладий | Pd | - | - | - | - |
| Платина | Pt | - | - | - | - |
| Свинец | Pb | 0,00104 | 0,00105 | 0,00014 | 0,00013 |
| Сера | S | 0,00118 | -* | 0,00015 | -* |
| Селен | Se | 0,00111 | 0,00112 | 0,00014 | 0,00016 |
| Серебро | Ag | 0,00137 | 0,00127 | 0,00014 | 0,00012 |
| Сурьма | Sb | 0,00157 | 0,00157 | 0,00017 | 0,00014 |
| Теллур | Te | - | 0,00014 | - | 0,00005 |
| Фосфор | P | 0,00101 | 0,00100 | 0,00016 | 0,00029 |
| Хром | Cr | 0,00093 | 0,00095 | 0,00011 | 0,00010 |
| Цинк | Zn | 0,00156 | 0,00160 | 0,00010 | 0,00011 |

*Серу аттестовать на момент аттестации возможности не было, в настоящее время она есть.

На данном образце оба метода аттестации выглядят примерно одинаково в большинстве случаев совпадают даже погрешности аттестации.

Более высокая погрешность при аттестации фосфора выглядит нормально с учетом того что в основе ГЭТ лежит масс спектральный метод.

В свою очередь ГЭТ позволил бы аттестовать в ГСО алюминий, золото и теллур по которым лаборатории участвовавшие в МЛЭ выдали недостаточно результатов (данные содержания лежат ниже предела обнаружения их аттестованных методик)

Таблица 2 Медь типа М1, М2

| Элемент | | VSM16-K2 | | Границы абсолютной погрешности аттестованных значений СО при P=0,95, (± Δ), % МЛЭ | Границы абсолютной погрешности аттестованных значений СО при P=0,95, (± Δ), % ГЭТ |
|----------|----|----------------------------------|--|---|---|
| | | Аттестованные значения СО МЛЭ, % | Аттестованные значения СО методом ГЭТ, % | | |
| Алюминий | Al | - | 0,000111 | - | 0,00005 |
| Висмут | Bi | 0,00305 | 0,00309 | 0,00029 | 0,00029 |
| Железо | Fe | 0,0101 | 0,00969 | 0,0005 | 0,00024 |
| Золото | Au | - | 0,00021 | - | 0,00005 |
| Кадмий | Cd | 0,00289 | 0,00305 | 0,00022 | 0,00011 |
| Кобальт | Co | 0,00307 | 0,00314 | 0,00023 | 0,0002 |
| Кремний | Si | 0,0036 | 0,0031 | 0,0005 | 0,0004 |
| Марганец | Mn | 0,00540 | 0,00545 | 0,00026 | 0,00024 |
| Мышьяк | As | 0,0054 | 0,00566 | 0,0004 | 0,00034 |
| Никель | Ni | 0,00848 | 0,00830 | 0,00033 | 0,00026 |
| Олово | Sn | 0,00463 | 0,00462 | 0,00033 | 0,00024 |
| Палладий | Pd | - | 0,000082 | - | 0,000030 |
| Платина | Pt | - | 0,000024 | - | 0,00001 |
| Свинец | Pb | 0,0081 | 0,0080 | 0,0005 | 0,0005 |
| Сера | S | 0,00326 | - | 0,00035 | - |
| Селен | Se | 0,00398 | 0,00342 | 0,00034 | 0,00034 |
| Серебро | Ag | 0,0065 | 0,00548 | 0,0005 | 0,00035 |
| Сурьма | Sb | 0,0051 | 0,00516 | 0,0004 | 0,00033 |
| Теллур | Te | 0,00164 | 0,00150 | 0,00024 | 0,00019 |
| Фосфор | P | 0,00372 | 0,0034 | 0,00037 | 0,0006 |
| Хром | Cr | 0,00306 | 0,00298 | 0,00028 | 0,00026 |
| Цинк | Zn | 0,0063 | 0,0062 | 0,0005 | 0,0004 |

*Серу аттестовать на момент аттестации возможности не было, в настоящее время она есть.

Как и в предыдущем примере ГЭТ и МЛЭ дали одинаковые аттестованные значения без противоречий друг относительно друга.

В данном образце видны отклонения ГЭТ по проблемным для масс спектрального метода элементам – кремнию и фосфору.

В то же время ГЭТ позволил бы дополнительно аттестовать такие элементы как алюминий, золото, палладий и платину аттестовать которые методом межлабораторной аттестации не представлялось возможным по причине того что аттестованные значения лежат ниже пределов обнаружения методик использованных при межлабораторной аттестации лабораториям.

Кроме того, использование ГЭТ уменьшило бы погрешность аттестации по таким элементам как железо, никель, кадмий и олово.

Таблица 3 Медь типа МЧ

| Элемент | | VSM16-K3 | | Границы абсолютной погрешности аттестованных значений СО при P=0,95, ($\pm \Delta$), % МЛЭ | Границы абсолютной погрешности аттестованных значений СО при P=0,95, ($\pm \Delta$), % ГЭТ |
|----------|----|----------------------------------|--|--|--|
| | | Аттестованные значения СО МЛЭ, % | Аттестованные значения СО методом ГЭТ, % | | |
| Алюминий | Al | - | | - | |
| Висмут | Bi | 0,0107 | 0,0105 | 0,0007 | 0,0007 |
| Железо | Fe | 0,0398 | 0,0382 | 0,0013 | 0,0015 |
| Золото | Au | 0,00049 | 0,00051 | 0,00008 | 0,00007 |
| Кадмий | Cd | 0,0287 | 0,0283 | 0,0015 | 0,0014 |
| Кобальт | Co | 0,00912 | 0,00912 | 0,00033 | 0,00030 |
| Кремний | Si | 0,0095 | 0,0072 | 0,0010 | 0,0019 |
| Марганец | Mn | 0,00853 | 0,00827 | 0,00031 | 0,00027 |
| Мышьяк | As | 0,0324 | 0,0316 | 0,0017 | 0,0020 |
| Никель | Ni | 0,0550 | 0,0529 | 0,0023 | 0,0019 |
| Олово | Sn | 0,0498 | 0,0496 | 0,0032 | 0,0026 |
| Палладий | Pd | 0,00034 | 0,00032 | 0,00004 | 0,00004 |
| Платина | Pt | 0,00034 | 0,00031 | 0,00006 | 0,00004 |
| Свинец | Pb | 0,0476 | 0,0450 | 0,0037 | 0,0031 |
| Сера | S | 0,0114 | - | 0,0008 | - |
| Селен | Se | 0,0320 | 0,0309 | 0,0024 | 0,0024 |
| Серебро | Ag | 0,0313 | 0,00317 | 0,0017 | 0,0019 |
| Сурьма | Sb | 0,0309 | 0,00301 | 0,0021 | 0,0022 |
| Теллур | Te | 0,0094 | 0,0090 | 0,0007 | 0,0005 |
| Фосфор | P | 0,0299 | 0,0301 | 0,0015 | 0,0018 |
| Хром | Cr | 0,0115 | 0,0113 | 0,0005 | 0,0005 |
| Цинк | Zn | 0,0365 | 0,0347 | 0,0020 | 0,0016 |

*Серу аттестовать на момент аттестации возможности не было, в настоящее время она есть.

МЛЭ и ГЭТ дали практически одинаковые результаты и по аттестованному значению и по погрешности.

В данном образце результат ГЭТ отклоняется от результата МЛЭ только по кремнию – проблемному элементу для масс-спектрального метода анализа.

Сравнение:

Всего к аттестации в трех образцах было 63 аттестованных значения:

В ГСО (методом МЛЭ) были получены 56 аттестованных значений т.е. 89% от всех возможных значений

При аттестации с использованием ГЭТ могло бы быть получено 60 аттестованных значений т.е. 95% от всех возможных значений.

Далее посмотрим отличия аттестации ГЭТ и аттестации методом МЛЭ с участием наиболее компетентных:

Минусы ГЭТ:

- Применение ГЭТ увеличивает погрешность при аттестации таких элементов как кремний и отчасти фосфор, что объясняется сложностью определения данных элементов масс-спектральным методом анализа.

Плюсы ГЭТ:

- возможность аттестации тех примесей, которые заводские лаборатории по разным причинам не смогли аттестовать (обычно низкие содержания – ниже пределов возможностей использованных методик лабораторий).

Итог: 98% всех аттестованных значений в ГСО могли бы быть выведены ГЭТ с теми же характеристиками аттестованного значения и погрешности. Единственная характеристика (из 53, если исключить серу), где результат ГЭТ значительно отличается от результатов МЛЭ – кремний в образце VSM16-K3 и это связано со сложностями при аттестации кремния методом масс-спектрального анализа, который лежит в основе ГЭТ.

ИЗУЧЕНИЕ СХОДИМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ ВОДОРОДА В ОТЕЧЕСТВЕННЫХ ГСО РАЗЛИЧНОГО ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА МЕТОДОМ ВАКУУМ-НАГРЕВА.

Полянский А. М.¹, Науменко П. А.²

¹ ООО «Научно-производственный комплекс Электронные и Пучковые Технологии», г. Санкт-Петербург,
e-mail: ampol@electronbeamtech.com

² ФГБУН «Институт проблем машиноведения Российской Академии наук», г. Санкт-Петербург

Диапазон аттестованных значений массовой доли водорода для анализаторов типа АВ-1 составил от 0,04 до 0,8 млн⁻¹ по итогам испытаний 2002 года с целью утверждения типа СИ. В 2014 году при пуско-наладочных работах в Испытательном центре ФГУП «ВИАМ» калибровка АВ-1 произведена с использованием ГСО 5060-89 алюминиевого сплава Д-16 (1989 г., ОАО «ВИЛС», г. Москва). Аттестованное значение массовой доли водорода составляло 0,16±0,01 млн⁻¹ (±6,2%). После калибровки измерялась массовая доля водорода в ГСО сплава титана ВТ-14 с аттестованным значением 7,0±1,5 млн⁻¹ (±21,4%). Год выпуска ГСО 1987, ФГУП «ВИАМ», Куйбышевский филиал. Измеренное значение содержания водорода в ГСО ВТ-14 оказалось равным 7,95 млн⁻¹ при значении относительного СКО результатов измерений ±2,0%. Расхождение между измеренным и аттестованным значениями составило +0,95 млн⁻¹ (+13,6%). Расхождение результатов не превышает погрешность аттестованного значения: 0,95 млн⁻¹ < 1,5 млн⁻¹. Отношение измеренного значения массовой доли водорода в пробе ГСО ВТ-14 к значению массовой доли водорода в «калибровочном» ГСО Д-16 составило **49,7 раз. Химический состав** калибровочного и испытываемого сплава **существенно различается**. Плотность пробы ВТ-14 в 1,68 раза превосходит плотность материала Д-16.

В 2022 году завершены испытания новой модификации прибора АВ-1-02 с целью расширения аттестованного диапазона измерений массовой доли водорода. Для испытаний были использованы образцы отечественного производства, выпущенные в различные годы. Попытка расширить круг испытываемых СО различного химического состава оказалась безуспешной. Важный для атомной промышленности ГСО 11006-2017, цирконий, аттестованное значение массовой доли водорода 8,7±0,7 млн⁻¹, представлен в Гос. реестре ГСО и отсутствует в продаже. ГСО 8725-2005, сталь СГ-18, аттестованное значение 1,5±0,3 млн⁻¹ – «теряет» водород после пребывания образца в вакууме при комнатной температуре.

Период «полураспада» оказался равным 4,06 часам, через 25-30 часов пребывания в вакууме массовая доля водорода в пробе ГСО СГ-18 уменьшилась ровно в 10 раз и составила 0,15 млн⁻¹ при значении расширенной неопределённости измерений с k = 2 равном ±0,015 млн⁻¹.

Для проведения испытаний использован следующий набор ГСО:

- ГСО 11162-2018, сплав В95оч, аттестованное значение 0,057±0,015 млн⁻¹ (±26,3%);
- ГСО 11163-2018, сплав 1201, аттестованное значение 0,082±0,015 млн⁻¹ (±18,3%);
- ГСО 11164-2018, сплав АМгб, аттестованное значение 0,109±0,015 млн⁻¹ (±13,8%);
- ГСО 11165-2018, сплав 1420, аттестованное значение 0,210±0,020 млн⁻¹ (±9,5%).

Все 4 перечисленных типа СО выпущены в 2018 году [1]. Ещё 3 типа СО выпущены ОАО «ВИЛС», г. Москва и доказали свою надёжность в течение ~ 30 лет:

- ГСО 6007-91, сплав 1201, аттестованное значение 0,18±0,01 млн⁻¹ (±5,6%);
- ГСО 7085-93, сплав 1420, аттестованное значение 0,78±0,05 млн⁻¹ (±6,4%);
- ГСО 3608-87, сплав титана ВТ-16, аттестованное значение 23,0±3,0 млн⁻¹ (±13,0%).

Значения погрешностей аттестованных значений и расширенных неопределённостей случайной составляющей результатов измерений приведены в таблице 1.

Таблица 1 Результаты испытаний ГСО отечественного производства.

| Тип ГСО | Аттестованное значение, млн ⁻¹ | Расширенная неопределённость результатов измерений, % |
|----------------------|---|---|
| ГСО 11162-2018 В95оч | 0,057±0,015 млн ⁻¹ (±26,3%) | 4,2 |
| ГСО 11163-2018 1201 | 0,082±0,015 млн ⁻¹ (±18,3%) | 8,4 |
| ГСО 11164-2018 АМг6 | 0,109±0,015 млн ⁻¹ (±13,8%) | 2,8 |
| ГСО 11165-2018 1420 | 0,210±0,020 млн ⁻¹ (±9,5%) | 3,5 |
| ГСО 6007-91 1201 | 0,018±0,01 млн ⁻¹ (±5,6%) | 2,8 |
| ГСО 7085-93 1420 | 0,78±0,05 млн ⁻¹ (±6,4%) | 2,8 |
| ГСО 3608-87 ВТ-16 | 23,0±3,0 млн ⁻¹ (±13,0%) | 3,5 |

Все 7 перечисленных ГСО были поочерёдно использованы в качестве калибровочных при проведении испытаний. Расширенная неопределённость с $k = 2$ варьировалась от 2,8 до 8,4% для различных типов СО. Полученные значения неопределённостей согласуются с величиной допускаемого расхождения результатов измерений в 12% согласно МИ [2] при значениях массовой доли водорода 0,70 млн⁻¹ и выше.

При калибровке анализатора по СО с минимальным значением содержания водорода 0,057 млн⁻¹ мы измерили массовую долю водорода в СО титанового сплава ВТ-16, отличающуюся от аттестованного значения 23,0 млн⁻¹ на 8,4% при допускаемой погрешности аттестованного значения ±13%. И наоборот, при калибровке по СО ВТ-16 мы измеряем значение массовой доли водорода в пробе СО В95оч в пределах погрешности аттестованного значения СО равной ± 26,3%.

Выводы:

- Экспериментально доказана сходимость, как в величинах аттестованных значений, так и в значениях погрешностей аттестованных значений между ГСО предшественников (1987-1993 годы) и современных ГСО (2018 год);
- При использовании метода вакуум-нагрева [2] можно в пределах погрешности МИ (12%) определять значения массовой доли водорода в пробе анализируемого материала, используя для калибровки ГСО, отношение аттестованных значений которых достигает 403,5 раз. В широко распространённом методе быстрого плавления пробы в потоке инертного газа-носителя [3] допускается отношение содержания водорода в испытываемой пробе и в ГСО для калибровки не более, чем в 2 раза;
- Метод вакуум-нагрева может быть использован при анализе проб произвольного химического состава.

Литература

1. Разработка нового поколения стандартных образцов состава алюминиевых сплавов с низким содержанием водорода / А. М. Полянский [и др.] // Измерительная техника. 2019. № 9. С. 65-71. DOI 10.32446/0368-1025it.2019-9-65-71
2. ГОСТ 21132.1-98 Алюминий и сплавы алюминиевые. Методы определения водорода в твёрдом металле вакуум-нагревом..
3. ГОСТ Р 5096-96 Алюминий и сплавы алюминиевые. Метод определения водорода в твёрдом металле.

СОВМЕСТИМОСТЬ ГСО ОТЕЧЕСТВЕННОГО И ИМПОРТНОГО ПРОИЗВОДСТВА. РЕЗУЛЬТАТЫ МЕЖДУНАРОДНЫХ СЛИЧЕНИЙ

Полянский В. А., Шалагаев В. В.

ФГБУН «Институт проблем машиноведения Российской Академии наук», г. Санкт-Петербург

Согласованность результатов измерений в области определения массовой доли водорода обеспечивается путем проведения международных сличений с последующим тщательным анализом причин расхождения результатов. К сожалению, водород – единственный компонент состава сплава по которому отсутствует согласованная терминология групп водорода. Международные сличения проводятся крайне редко и недостаточно представительны. В 2014 году были проведены сличения с участием 20 лабораторий и испытательных центров. До этого в 2012 году мы по собственной инициативе провели сличения со стандартными образцами австрийского производства.

Прежде чем перейти к разбору результатов сличений необходимо понять, как происходит определение массовой доли водорода в твердом теле. Именно это будет иметь решающее значение.

На сегодняшний день в промышленности и в науке используются 2 основных метода определения массовой доли водорода – метод вакуум-нагрева [1] и атмосферный метод быстрого плавления пробы в потоке инертного газа-носителя [2]. Исторически вакуумный метод анализа содержания водорода был первым. Он активно использовался и совершенствовался от момента открытия явления водородной деградации механических свойств металлов, конец 19 века, и до 80-х годов 20 века. Именно развитие этого метода позволило на порядок снизить концентрацию «металлургического» водорода, описать и победить основные проблемы, возникающие из-за повышенного значения концентрации этого газа. Вакуумные методики получили широкое распространение в СССР. В результате появился ГОСТ 21132.1 – 98 «Алюминий и сплавы алюминиевые. Методы определения водорода в твердом металле вакуум-нагревом», ГОСТ 24956-81 «Титан и сплавы титановые. Метод определения водорода». Распространение этого метода на другие типы металлов позволило создать единую, согласованную базу отечественных Государственных стандартов. Не зависимо от производителя ГСО и состава сплава, соблюдение условий ГОСТа при калибровке по ГСО одного типа, мы получали аттестованное значение ГСО другого типа. Проведены опыты, в которых при калибровке измерительного оборудования по ГСО сплава В9504 с аттестованным значением содержания водорода $0,057 \text{ млн}^{-1}$ нам удалось верно измерить концентрацию водорода в ГСО титанового сплава ВТ-16 с содержанием 23 млн^{-1} (разница в значениях содержания водорода превышает 400 раз).

В 1980 годах, когда большинство водородных проблем были решены, на смену вакуумных методов приходят методы экспресс анализа водорода, основанные на быстром плавлении исследуемого металла в потоке инертного газа-носителя [2]. Данные методы менее точны. ГОСТ 17745-90 «Стали и сплавы. Методы определения газов» допускает расхождение результатов измерений больше, чем на 100%). Именно сокращение времени анализа сыграло решающую роль в распространении данного типа приборов, как за рубежом, так и у нас в стране.

Одно из важных ограничений метода плавления пробы в потоке инертного газа-носителя состоит в том, что значения массовой доли водорода в пробах испытываемого материала и ГСО не могут отличаться более чем в 2 раза [2]. С этим требованием связано наличие большого количества стандартных образцов близкого химического состава, но с разным содержанием водорода. В отчете [3] приведены результаты сличения параллельных определений водорода в различных стандартных образцах. Основной вывод, который можно сделать: метод работает только в диапазоне значений массовой доли водорода ГСО, применяемого при калибровке, в остальных случаях погрешность измерений может достигать нескольких сотен процентов.

Сличения ГСО 2012 года

Проведены испытания ГСО состава для сталей фирмы Voest Alpine, которая является одной из крупнейших в ЕС производителей сталей и изделий из них. Для испытаний использовался метод вакуум-нагрева, реализованный в анализаторе водорода АВ-1. Сравнивался отечественный ГСО алюминиевого сплава 1201 с тремя ГСО сталей импортного производства.

1. ARM (Voest Alpine AG), аттестованное значение $1,0 \pm 0,2$ млн⁻¹ ($\pm 20\%$);
2. BRM (Voest Alpine AG), аттестованное значение $1,0 \pm 0,2$ млн⁻¹ ($\pm 20\%$);
3. CRM с гальваническим покрытием Zn толщиной 10 мкм (Voest Alpine AG), аттестованное значение $2,0 \pm 0,3$ млн⁻¹ ($\pm 15\%$);

Результаты испытаний приведены в Таблице 1.

Таблица 1. Результаты определений массовой доли водорода в СО производства Voest Alpine AG с использованием анализатора водорода АВ-1.

| Образец марки стали | Массовая доля водорода в образце, млн ⁻¹ | | |
|---------------------|---|-------------------------------|-------------------------------------|
| | Q _{атт} | Q _{изм} | Q _{атт} / Q _{изм} |
| ARM | $1,0 \pm 0,2$ ($\pm 20\%$) | $0,50 \pm 0,03$ ($\pm 6\%$) | 2,00 |
| BRM | $1,0 \pm 0,2$ ($\pm 20\%$) | $0,47 \pm 0,02$ ($\pm 4\%$) | 2,13 |
| CRM | $2,0 \pm 0,3$ ($\pm 15\%$) | $0,8 \pm 0,05$ ($\pm 6\%$) | 2,50 |

Результаты измерений показывают расхождение измеренных и аттестованных значений массовой доли водорода от 2,0 до 2,5 раз. Диапазон значений массовой доли водорода от 0,4 до 0,8 млн⁻¹ актуален для материалов аэрокосмической отрасли и сталей, используемых в авиации, атомной промышленности, при строительстве мостов и объектов РЖД.

Обращает внимание большая величина абсолютной погрешности измерений при аттестации ГСО, которая от 2,5 до 10 раз превышает погрешность определения массовой доли водорода методом вакуум-нагрева [1].

Самое большое расхождение получилось для 3-го ГСО CRM (сталь с гальваническим покрытием). Этот эффект можно объяснить накоплением водорода в процессе нанесения защитного покрытия [5].

Сличения 2014 года

В 2014 году были организованы международные сличения по определению массовой доли водорода в трёх типах ГСО сталей и сталей с покрытием и ГСО чистого титана производства фирмы LECO (США). В испытаниях приняли участие 20 испытательных лабораторий РФ, Украины, стран ЕС и США. 19 участников сличений использовали метод быстрого плавления в потоке газа-носителя, реализованный в приборах фирмы LECO (США) и Bruker Elemental (Германия), мы использовали метод вакуум-нагрева.

Результаты измерений методом вакуум-нагрева [1] согласуются со средними значениями результатов 19 других лабораторий (метод [2]) в пределах погрешности аттестованного значения только для ГСО чистого Ti. При работе с другими пробами оказалось, что как аттестованные значения, так и данные измерений 19 лабораторий, использующих одинаковый метод [2], дают завышенный результат по значению массовой доли водорода от 24% до 274%. Таким образом, при исследовании материалов, в которых значение массовой доли водорода ниже $3,0$ млн⁻¹, расхождение между результатами анализа и аттестованными значениями СО составляет более 2 раз. С учётом того факта, что **превышение** значения содержания водорода **всего в 2 раза** приводит к разрушению материала, проблематичным становится процесс отбраковки материала, поступающего на машиностроительные заводы от металлургов.

Рассмотрим реальные погрешности результатов анализов по методу плавления в потоке газа-носителя [2], приведённых в итоговой таблице организаторов сличений [4].

Чистый титан. Аттестованное значение СО 16,0 млн⁻¹, измеренное нами значение по методу вакуум-нагрева составило 16,4 млн⁻¹. Результаты измерений методом [2]: максимальное значение составляет 19,5 млн⁻¹, результат получен ЗАО «Институт стандартных образцов», РФ, минимальное значение - 13,0 млн⁻¹ получено лабораторией Element Materials Technology, США. Расхождение результатов составляет 150% вместо 13%, допускаемых методом [2].

Образец ОСО СА011. Аттестованное значение 1.15 млн⁻¹, измеренное нами значение по методу вакуум-нагрева составило 0,42 млн⁻¹. Результаты «быстрого» метода [2]: максимальное значение составляет 1,83 млн⁻¹, результат получен ЦЗЛ ПАО «Азовсталь» МК, Украина, минимальное значение 0,57 млн⁻¹ получено лабораторией ŽDASa.s., Чехия. Расхождение результатов составляет 321% вместо 13% по методу [2].

Образец ОСО СА012. Аттестованное значение 5,4 млн⁻¹, измеренное нами значение по методу вакуум-нагрева 2,74 млн⁻¹. Результаты применения метода [2]: максимальное значение составляет 6,1 млн⁻¹, результат получен ПАО «Днепроспецсталь», Украина, минимальное значение 4,8 млн⁻¹ получено лабораторией ЗАО «Институт стандартных образцов», РФ. Расхождение составило 127 %, что в 10 раз превышает погрешность метода измерений.

Образец ОСО СА013. Аттестованное значение 6.8 млн⁻¹, измеренное нами значение по методу вакуум-нагрева 5,5 млн⁻¹. Результаты метода [2]: максимальное значение составляет 7,9 млн⁻¹, результат получен лабораторией Института электросварки им. Е. О. Патон, Украина, минимальное значение 5,6 млн⁻¹ получено лабораторией ЗАО «Институт стандартных образцов», РФ. Расхождение результатов составило 143% вместо допускаемых МИ 13%.

Во всех перечисленных случаях расхождения результатов измерений, полученных 19 лабораториями, использующими один и тот же МИ [2], существенно превосходит величину допускаемого расхождения в 13%. Такие результаты необходимо считать разными, их усреднение с определением СКО – не законно.

Литература

1. ГОСТ 21132.1-98 Алюминий и сплавы алюминиевые. Методы определения водорода в твёрдом металле вакуум-нагревом.
2. ГОСТ Р 5096-96 Алюминий и сплавы алюминиевые. Метод определения водорода в твёрдом металле.
3. European Commission. Research Fund for Coal and Steel. Methodology of hydrogen measurements in coated steels. Final report, 2013.
4. Международная конференция «Материалы и технологии для Арктики». Сборник докладов. 13-14 декабря 2017 года. Доклад: «Метрологическая база измерений концентрации водорода для дальнейшего развития технологий».
5. Polyanskiy V.A., Belyaev A.K., Alekseeva E.L., Polyanskiy A.M., Tretyakov D.A., Yakovlev Y.A. Phenomenon of skin effect in metals due to hydrogen absorption, 2019, Continuum Mechanics and Thermodynamics, 31, N 6, pp. 1961-1975.

СОСТОЯНИЕ ЭТАЛОННОЙ БАЗЫ ДЛЯ МАТЕРИАЛОВ ОТЕЧЕСТВЕННОГО МАШИНОСТРОЕНИЯ. ИЗМЕРЕНИЕ ВОДОРОДА В ГСО СТАЛИ СГ-18 И ГИДРИДА ТИТАНА

Яковлев Ю. А., Волошинов А. А., Коган А. М.

ФГБУН «Институт проблем машиноведения Российской Академии наук», г. Санкт-Петербург

Развитие современной промышленности привело к созданию большой номенклатуры используемых материалов. Для ответственных производств, таких, как авиация, в каждом типе металла необходим контроль содержания водорода. Анализ содержания водорода производится путем сравнения количества водорода, экстрагированного из исследуемого образца, с содержанием водорода в пробе ГСО. Для повышения точности определения массовой доли водорода ГСО должен быть близок к пробе испытываемого материала, как по содержанию водорода, так и по химическому составу [1].

Особенность метрологии водорода в том, что его естественные концентрации очень малы, по сравнению с другими примесями. Так нормальная концентрация водорода для большинства конструкционных материалов составляет 1 атом водорода на 100 000 атомов металла. При таком малом количестве водород оказывает сильное влияние на механические свойства материала, на их прочность и пластичность. Уже при концентрации водорода 2 атома на 100 000 атомов металла наблюдается существенная деградация механических свойств. Это приводит к тому, что расчетный и реальный срок эксплуатации деталей могут отличаться больше, чем в 10 раз. Поэтому необходимо предъявлять особые требования к достоверности и точности измерения массовой доли водорода в исследуемом материале.

Ключевая роль в обеспечении достоверных определений водорода отводится качеству метрологических характеристик ГСО и проблеме достаточности СО различного химического состава и значений аттестованных массовых долей водорода для обеспечения потребностей металлургии и машиностроения РФ.

В настоящее время на всю многотысячную номенклатуру сплавов в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений ФГИС «АРШИН» представлена лишь малая доля ГСО содержания водорода для узкого круга типов алюминиевых, титановых сплавов и сталей.

Алюминий и сплавы алюминия

Во ФГИС «АРШИН» на 2023 год представлено 17 наименований ГСО различных сплавов при этом только 4 типа производятся серийно: ГСО 11162-2018 – 11165-2018, остальные 14 наименований – это разовый выпуск ОАО «ВИЛС», произведенных в конце 90-х и начале 2000-х годов. Часть из 14 типов СО являются стандартными образцами фирмы LECO Corporation, США. Приобрести их сегодня невозможно. Серийно выпускаемые СО алюминиевых сплавов В95ОЧ, АМг6, 1201, 1420 – перекрывают большинство потребностей производителей и потребителей этого легкого металла. Проведены сличительные испытания с ГСО, выпущенные ОАО «ВИЛС»: ГСО 6007-91 (содержание водорода $0,18 \text{ млн}^{-1}$) сплав 1201 и ГСО 7085-93, сплав 1420 (содержание водорода $0,78 \text{ млн}^{-1}$). При испытаниях измеренные значения содержания водорода согласуются с аттестованными значениями в пределах погрешностей аттестованных значений.

СталиИз 8 СО по сталям – 7 типов **импортного** производства:

Таблица 1 ГСО импортного производства, действующие на 2023 год.

| В ФГИС «АРШИН» | На самом деле | Производитель |
|--|--|-----------------------|
| ГСО 11699-2021 ГСО 11700-2021 ГСО 11701-2021 | LECO 502-893 LECO 502-928 LECO 502-963 | LECO Corporation, США |
| ГСО 11008-2017 ГСО 11009-2017 ГСО 11010-2017 | LECO 502-856, LECO 502-870, LECO 502-874 | LECO Corporation, США |
| ГСО 8447-2003 | | LECO Corporation, США |
| Остальные ГСО с истекшим сроком годности | | LECO Corporation, США |

Отечественные ГСО по всем типам сталей представлены единственным ГСО 8725-2005, сталь СГ-18 массовой доли азота, кислорода и водорода, срок годности до 2056 года, аттестованное значение массовой доли водорода $1,5 \pm 0,3$ млн⁻¹ при P = 0,95.

В процессе испытаний анализатора АВ-1-02 с целью расширения измерительного диапазона массовой доли водорода в 2021 году проведены испытания данного ГСО. Определение концентрации газов в сталях регламентируется ГОСТ 17745-90 Стали и сплавы, методы определения газов. Этот стандарт предусматривает использование, как вакуумных методик измерения [2], так и методов, основанных на плавлении пробы в потоке инертного газа-носителя [1].

В паспорте ГСО предписывается необходимость токарной обработки образца для анализа. Для этого, не допуская нагрева образца до температуры выше 70°C, рекомендуется проточить пруток от диаметра 5,5 мм до 5,0 мм. Нами были приготовлены 3 образца без проточки и 7 образцов с удалённым поверхностным слоем. Температура анализа подбиралась экспериментально и равнялась 750°C. Калибровка осуществлялась с использованием ГСО 6007-91, сплав 1201 и комплекта ГСО: 11162-2018 – 11165-2018. Результаты исследования приведены на рисунке 1. Заявленное в паспорте ГСО значение массовой доли водорода $1,5 \pm 0,3$ млн⁻¹ нам получить так и не удалось, вне зависимости от температуры анализа и типа используемого ГСО для калибровки оборудования. Измерения проводились с использованием анализатора водорода АВ-1-02, в котором реализован метод вакуум-нагрева с масс-спектрометрической регистрацией водорода. Следует отметить, что вакуумные методы анализа являются более «чистыми» и точными по сравнению с «атмосферными». Для многих отраслей промышленности вакуумные методы анализа являются арбитражными (например, сплавы алюминия и титана). Для определения водорода в сталях и сплавах арбитражным методом является метод экспресс анализа в потоке инертного газа-носителя [1].

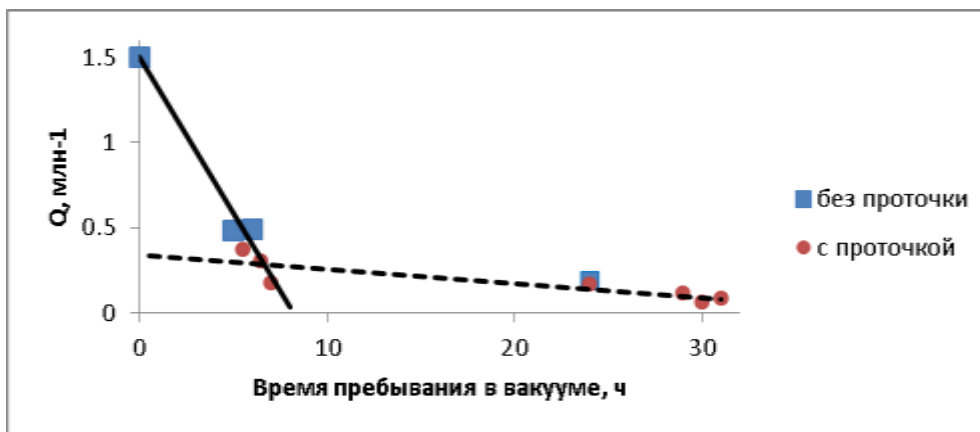


Рис.1. Зависимость величины измеренной массовой доли водорода в образцах ГСО 8725-2005 от времени его пребывания в вакууме до начала анализа при комнатной температуре

По оси абсцисс отложено время «ожидания» образца до начала анализа. Согласно методике измерений [2], прогрев аналитического отростка при температуре 900°C вместе с наведением возгонов занимает 1 час, 2 калибровочных образца – 2 часа и только через 3 часа от начала высоковакуумной откачки доходит очередь до стальных образцов ГСО СГ-18. Условия пребывания в вакууме исследуемых образцов, ожидающих начала анализа при температуре 750°C: давление порядка 100 мкПа, температура комнатная 25°C.

Экспериментальные точки образуют две прямых: первая прямая характеризует быстрое убывание массовой доли водорода от 1,5 млн⁻¹ (заявленное содержание) до 0,32 млн⁻¹ в течение 6 часов пребывания в вакууме при комнатной температуре, вторая прямая представляет медленное убывание водорода от 0,32 млн⁻¹ до 0,15 млн⁻¹. 90% водорода от аттестованного значения (1,5 млн⁻¹) улетучивается примерно через 20 часов пребывания пробы в вакууме при комнатной температуре.

Следует отметить, что измеренные значения массовой доли водорода в образце без токарной обработки составили 0,5 млн⁻¹ – нормальное содержание водорода для данного типа стали. После снятия тонкого поверхностного слоя наблюдается существенное уменьшение концентрации водорода, что объясняется наличием skin-эффекта [3]. При нагреве в вакууме происходит быстрая экстракция водорода из тонкого поверхностного слоя. Такой характер диффузии характерен для образцов при их искусственном насыщении водородом.

Таким образом, **оказался ложным** единственный действующий отечественный образец по всей номенклатуре сталей, используемых в машиностроении, транспорте, кораблестроении, авиации, в изделиях ОПК.

Титан

Аналогично сталям обстоят дела со СО титана и титановых сплавов. ГСО советского производства выпущены разово, истёк срок действия сертификатов и купить их практически невозможно.

Таблица 2 ГСО импортного производства, действующие на 2023 год.

| В ФГИС «АРШИН» | На самом деле | Производитель |
|----------------------------------|---------------|-----------------------|
| ГСО 11011-2017 ГСО 11012-2017 | LECO T-88 | LECO Corporation, США |
| ГСО 11575-2020 | ELTRA 91205 | ELTRA, Германия |

Отечественные ГСО

ГСО 1150-77/1153-77, ГСО 89-71/92-71 сплав титана ВТ-14, разовый выпуск 1987 года, срок годности истек. Единственным действующим отечественным стандартным образцом является ГСО 11021-2018 гидрид титана. Содержание водорода $10\ 000 - 40\ 000\ \text{млн}^{-1}$. Нами был исследован данный ГСО. Он представляет собой набор титановых шариков диаметром около 1 мм насыщенных водородом, химическая формула TiH_2 . Его получение связано с искусственным насыщением титана водородом в вакууме при высокой температуре. Как показал опыт, такое насыщение титана водородом приводит к большому разбросу содержания водорода от образца к образцу. В отдельных шариках отношение значений концентрации водорода превышало 10 раз.

Данный ГСО предназначен только для анализа в инертном газе носителе. При анализе в вакууме максимальное значение концентрации водорода составило не более $5\ 000\ \text{млн}^{-1}$. Также зафиксирована убыль концентрации водорода при продолжительном пребывании образца в вакууме при комнатной температуре.

Также разово был выпущен отечественный ГСО 3608-87, сплав титановый ВТ16 с **неограниченным сроком** службы, аттестованное значение массовой доли водорода $23 \pm 3\ \text{млн}^{-1}$ при $P = 0,95$. При этом он отсутствует в ФГИС «АРШИН». Это единственный отечественный ГСО, который мог бы использоваться в промышленности, так как диапазон допускаемых концентраций водорода в титановых сплавах достигает $150\ \text{млн}^{-1}$.

В 2017 году в ФГИС «Аршин» зарегистрирован ГСО 11006-2017, цирконий, срок годности не ограничен, аттестованное значение массовой доли водорода $8,7 \pm 0,7\ \text{млн}^{-1}$ при $P = 0,95$. ГСО 11006-2017, цирконий, есть в Гос. реестре ГСО, но отсутствует в продаже. Производитель СО (АО «Чепецкий механический завод», г. Глазов) обеспечил только свои потребности. Предприятиям ГК «Росатом», метрологам данный тип ГСО не доступен.

Литература

1. ГОСТ Р 5096-96 Алюминий и сплавы алюминиевые. Метод определения водорода в твёрдом металле.
2. ГОСТ 21132.1-98 Алюминий и сплавы алюминиевые. Методы определения водорода в твёрдом металле вакуум-нагревом.
3. Polyanskiy V.A., Belyaev A.K., Alekseeva E.L., Polyanskiy A.M., Tretyakov D.A., Yakovlev Y.A. Phenomenon of skin effect in metals due to hydrogen absorption, 2019, Continuum Mechanics and Thermodynamics, 31, N 6, pp. 1961-1975.