

## О проблемах обеспечения единства измерений температуры плавления органических веществ

Мишина К. А., Казарцев Я. В., Корчагина Е. Н.

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

**Аннотация:** Исследование ставит целью выявить, систематизировать и проанализировать имеющиеся в настоящий момент недостатки метрологического обеспечения измерений температуры плавления органических веществ. На основании экспериментальных данных предполагается сформулировать план последовательного устранения установленных недостатков.

**Ключевые слова:** стандартные образцы, температура плавления

Область измерений температуры плавления органических веществ на сегодняшний день включает большое количество лабораторного оборудования, используемого в сферах медицины, биологии, производства парфюмерно-косметической продукции. Особенно широко применяются методы определения температуры плавления в фармацевтической промышленности, поскольку это один из самых простых методов идентификации химического вещества.

В Государственной фармакопее Российской Федерации XV издания вопросы методов определения температуры плавления рассмотрены в двух статьях: ОФС.1.2.1.0011 описывает капиллярный метод, открытый капиллярный метод, метод мгновенного плавления и метод каплепадения; ОФС.1.2.1.2.0010 описывает применение дифференциального термического анализа и дифференциальной сканирующей калориметрии для определения фазовых изменений происходящих с веществом в зависимости от температуры и, в частности, температуры и теплоты плавления при фазовом переходе твердое вещество – жидкость.

Для калибровки оборудования и верификации реализуемых методов в фармакопейном анализе предусмотрено применение стандартных образцов, причем могут быть использованы стандартные образцы различных категорий: фармакопейные стандартные образцы, международные, Государственные стандартные образцы и т. д.

Государственные стандартные образцы в данной области также применяются для проверки, калибровки и испытаний с целью утверждения типа средств измерений температуры плавления.

Большинство эксплуатируемых СИ температуры плавления обеспечивает возможность измерения температуры плавления органических веществ в диапазоне от комнатной температуры до 350–400 °С, причем наибольшей практической значимостью для фармацевтической и медицинской промышленности обладает диапазон от комнатной температуры до 250 °С, в котором неопределенность измерений используемых импортных приборов составляет 0,3–1,5 °С.

Для оценки современного состояния метрологического обеспечения таких СИ лабораторией калориметрии ВНИИМ был проведен анализ характеристик СИ, внесенных в

ФИФ ОЕИ, характеристик СО, доступных в России и за рубежом, а также результатов межлабораторных сличений, проведенных ВНИИМ и PHARMASSURE [1].

Анализ показал, что существующее на текущий момент метрологическое обеспечение имеет ряд недостатков, которые негативно сказываются на единстве измерений в данной области. В результате анализа были поставлены следующие ключевые вопросы:

- неоднозначность определения понятия «температура плавления» при использовании различных методов ее определения;
- расхождения между аттестованными значениями стандартных образцов различных производителей, превышающие заявленные неопределенности;
- отсутствие единого подхода при интерпретации расхождений между результатами измерений, полученных при различных скоростях нагрева;
- разночтения при нормировании метрологических характеристик СИ температуры плавления, разработке процедур их поверки и калибровки.

Для решения этих вопросов лабораторией калориметрии ВНИИМ были начаты исследования в области измерений температуры плавления органических веществ. В данной работе представлены результаты, полученные на текущий момент, а также план дальнейших исследований, включающий теоретические задачи по уточнению понятия «температура плавления», экспериментальные исследования веществ – аналогов СО различных категорий, формулировка предлагаемых подходов к поверке и калибровке СИ, а также аттестации СО температуры плавления.

В перспективе результаты проведенных исследований будут применены для разработки ряда СО температуры плавления высокочистых органических веществ российского производства для импортозамещения зарубежных СО и обеспечения единства и прослеживаемости измерений в данной области.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Whetton M., Baryla K., Finch H. The effect of the choice of method for determining assigned value on the assessment of performance in melting point analysis // Accreditation and Quality Assurance. 2012. Vol. 17. P. 413-417. <https://doi.org/10.1007/s00769-012-0908-0>