

Статья поступила в редакцию 02.07.2015

УДК 006.9:53.089.68

СИСТЕМА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ НАУЧНОГО МЕТОДИЧЕСКОГО ЦЕНТРА ГОСУДАРСТВЕННОЙ СЛУЖБЫ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА И СВОЙСТВ ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ ФГУП «УНИИМ»

Осинцева Е.В., Агишева С.Т., Горбунова Е.М., Горяева Л.И.,
Запорожец А.С., Зыскин В.М., Казанцев В.В., Крашенинина М.П., Кремлева О.Н.,
Маслова Т.И., Медведевских М.Ю., Сенникова В.Н., Собина Е.П., Собина А.В.,
Терентьев Г.И., Шимолин А.Ю.

Исследования в области мониторинга потребности в стандартных образцах состава и свойств веществ и материалов (СО), создание стандартных образцов УНИИМ проводит с 60-х годов XX века. За годы исследований УНИИМ разработал 757 типов СО для метрологического обеспечения измерений показателей состава и свойств веществ и материалов, предназначенных для испытательных лабораторий химической, фармацевтической, топливной, пищевой промышленности, сельского хозяйства, металлургии, лабораторий экологического мониторинга. Развитие номенклатуры СО, выпускаемых УНИИМ, неразрывно связано с развитием эталонной базы УНИИМ и формированием средств передачи измерительной возможности от государственных эталонов единиц величин. Учитывая современные требования в области измерений, ключевым предназначением СО УНИИМ является обеспечение точности и метрологической прослеживаемости измерений. Современная система СО, разрабатываемых и выпускаемых УНИИМ, включает СО состава неорганических и органических соединений и их растворов, топлив, стабильных изотопных материалов, воды, почвы, пищевых продуктов, биологических материалов, наноматериалов, металлов, сплавов и других материалов цветной, черной металлургии, СО свойств (термодинамических, магнитных, физико-химических, технических) веществ и материалов. Настоящая статья посвящена историческим этапам развития номенклатуры СО, разрабатываемых и выпускаемых УНИИМ, а также перспективам развития в этом направлении.

Ключевые слова: стандартные образцы, Государственная служба стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов, Государственный реестр утвержденных типов стандартных образцов, неорганические соединения, растворы, органические соединения, металлы, поверхностная плотность, толщина покрытия, влажность, магнитные свойства, термодинамические свойства, физико-химические свойства, почва, горная порода, пищевые продукты, вода, термоэлектрические свойства, электрические свойства, нефтепродукты, топливо, изотопный состав веществ, наноматериалы, сорбционные свойства пористости веществ и материалов, биологические материалы.

✓ **Ссылка при цитировании:** Система стандартных образцов научного методического центра Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов ФГУП «УНИИМ» / Осинцева Е.В. [и др.] // Стандартные образцы. 2015. № 2. С. 31–55.

Авторы:

ОСИНЦЕВА Е.В.

Заведующий отделом ГССО ФГУП «УНИИМ»,
канд. хим. наук
Российская Федерация, 620000, г. Екатеринбург,
ул. Красноармейская, 4
Тел.: 8 (343) 350-60-68
E-mail: ev_osinceva@mail.ru

АГИШЕВА С.Т.

Руководитель группы ведения Государственного реестра
утвержденных типов стандартных образцов и банка
данных «Стандартные образцы РФ»,
ведущий инженер ФГУП «УНИИМ»
Тел./факс: 8 (343) 355-31-71
E-mail: lana@uniim.rugssso@gssso.ru

ГОРБУНОВА Е.М.

Старший научный сотрудник ФГУП «УНИИМ»,
канд. хим. наук
Тел./факс: 8 (343) 217-29-25
E-mail: Gorbunova@uniim.ru

ГОРЯЕВА Л.И.

Ведущий научный сотрудник ФГУП «УНИИМ»,
канд. хим. наук
Тел./факс: 8 (343) 214 48 62
E-mail: gorieva@uniim.ru

ЗАПОРОЖЕЦ А.С.

Ведущий научный сотрудник ФГУП «УНИИМ»,
канд. хим. наук
Тел.: 8 (343) 350-16-98
E-mail: vlaga@uniim.ru

КРАШЕНИНИНА М.П.

Научный сотрудник лаборатории метрологии
влажностной и стандартных образцов ФГУП «УНИИМ»
Тел./факс: 8 (343) 350-60-63
E-mail: krasheninina_m@uniim.ru

КРЕМЛЕВА О.Н.

Зам. заведующего отдела ГССО ФГУП «УНИИМ»
Тел.: 8 (343) 350-72-42
E-mail: kremleva77@yandex.ru

МАСЛОВА Т.И.

Зам. заведующего лаборатории магнитных измерений
и неразрушающего контроля ФГУП «УНИИМ»
Тел.: 8 (343) 217-29-24

МЕДВЕДЕВСКИХ М.Ю.

Заведующий лабораторией метрологии влагометрии
и стандартных образцов ФГУП «УНИИМ»,
канд. хим. наук
Тел.: 8 (343) 350-60-63
E-mail: lab241@uniim.ru

СОБИНА Е.П.

Старший научный сотрудник ФГУП «УНИИМ»,
канд. хим. наук
Тел.: 8 (343) 217-29-25
E-mail: sobina_egor@uniim.ru

КАЗАНЦЕВ В.В.

Зам. директора по научной работе ФГУП «УНИИМ»,
канд. хим. наук
Тел.: 8 (343) 355-48-85
E-mail: kazantsev@uniim.ru

СЕННИКОВА В.Н.

Ведущий инженер ФГУП «УНИИМ»,
помощник ученого хранителя ГЭТ 67–2013
E-mail: v_sennikova@inbox.ru

ТЕРЕНТЬЕВ Г.И.

Заведующий лабораторией физических и химических
методов метрологической аттестации стандартных
образцов ФГУП «УНИИМ»
Тел.: 8 (343) 355-49-22
E-mail: terentiev@uniim.ru

СОБИНА А.В.

Ведущий инженер ФГУП «УНИИМ»,
канд. хим. наук
Тел.: 8 (343) 355-31-70
E-mail: sobinaav@uniim.ru

ЗЫСКИН В.М.

Ведущий инженер ФГУП «УНИИМ»
Тел.: 8 (343) 217-29-28
E-mail: zyskinvm@uniim.ru

ШИМОЛИН А.Ю.

Старший инженер ФГУП «УНИИМ»
Тел.: 8 (343) 355-31-70
E-mail: alex-shimolin@uniim.ru

Современные требования в области метрологического обеспечения измерений [1–4] определяют необходимость применения испытательными и калибровочными лабораториями стандартных образцов (СО) с установленной метрологической прослеживаемостью [5–6]. Стандартные образцы национальных научных метрологических институтов предназначены для метрологического обеспечения измерений (градуировка, калибровка, поверка средств измерений, аттестация и контроль точности методик измерений и т. д.) и передачи единиц величин от национальных эталонов единиц величин, имеющих подтвержденные на международном уровне измерительные возможности. Государственный научный метрологический институт – Научный методический центр Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов (НМЦ ГССО) ФГУП «УНИИМ»¹ [7–8] – в рамках тесного сотрудничества с Росстандартом на протяжении уже более чем 50 лет ведет работы в области СО [9]. Начиная с 60-х годов XX века при участии специалистов Росстандарта и УНИИМ проведены работы по формированию [9, 10]:

- системы нормативных документов в области СО;
- системы мероприятий по взаимодействию с изготовителями и потребителями СО в стране в целях решения актуальных вопросов и проведения методических работ в области создания и применения СО различных категорий;

- системы взаимодействия с международными метрологическими организациями (ИСО, МОЗМ, КОOMET, МГС) и странами по вопросам СО с целью представления интересов России по СО, реализации международных договоров и межправительственных соглашений по обеспечению единства измерений, учета в работе современных международных требований и тенденций в области СО;

- системы информационного обеспечения по СО утвержденных типов.

Одной из основных задач НМЦ ГССО УНИИМ на протяжении десятилетий является проведение мероприятий по анализу и прогнозированию потребности в СО, по разработке и производству СО. Настоящая статья посвящена обзору многолетней деятельности УНИИМ в области создания СО.

¹ Наименование ФГУП «УНИИМ» институт получил в 1992 году. Институт был создан в 1942 г. и назывался Свердловский филиал Всесоюзного научно-исследовательского института метрологии (ВНИИМ). В 1986 г. Свердловский филиал ВНИИМ преобразован во Всесоюзный научно-исследовательский институт метрологии стандартных образцов (ВНИИМСО), затем – в ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»; в статье обозначен также как УНИИМ).

Стандартные образцы УНИИМ

Первые работы по созданию стандартных образцов УНИИМ датируются серединой 60-х годов XX века. Это были работы по созданию СО термодинамических и магнитных свойств веществ и материалов. С 1970 года по поручению Госстандарта СССР УНИИМ начал ведение Государственного реестра утвержденных типов стандартных образцов² (далее – Реестр). С этого периода времени СО УНИИМ проходили утверждение и регистрацию совместно с другими СО, разрабатываемыми и выпускаемыми в стране. Первыми СО, зарегистрированными в 1970 году в Реестре, были пять СО топлив, разработанных совместно специалистами УНИИМ и Казанского филиала ВНИИФТРИ, семь СО состава вольфрама, молибдена и их соединений, разработанных специалистами УНИИМ и ВНИИ твердых сплавов. За период с 1970 по 2015 год УНИИМ разработано 757 утвержденных типов стандартных образцов (ГСО), более 350 типов из которых – в рамках научно-методической поддержки специалистам организаций и предприятий различных отраслей. На рис. 1 приведена номенклатура СО, разработанная при участии УНИИМ.

При разработке и создании стандартных образцов УНИИМ ставит приоритетным применение государственных эталонов единиц величин. В соответствии с положениями Соглашения CIPM MRA [2] УНИИМ с 2001 года ежегодно осуществляет работы по подтверждению измерительных возможностей государственных эталонов в рамках международных сличений. Высшие измерительные и калибровочные возможности государственных первичных эталонов УНИИМ зарегистрированы в Базе данных калибровочных и измерительных возможностей (KCDB) Международного бюро мер и весов (МБМВ) [11]. По состоянию на 2015 год количество строк подтвержденных измерительных возможностей эталонов УНИИМ, представленных в Базе данных KCDB МБМВ, – 14. Средством передачи измерительных возможностей эталонов УНИИМ служат в том числе стандартные образцы УНИИМ. В табл. 1 приведены сведения о Государственных эталонах единиц величин, хранение которых проводит УНИИМ.

² С 1970 до 1991 г. Государственный реестр утвержденных типов стандартных образцов был разделом «Стандартные образцы» Государственного реестра средств измерений, допущенных к обращению в СССР и обеспеченных метрологическим обслуживанием.



Рис. 1. Номенклатура стандартных образцов, разработанных при участии УНИИМ (цифрами указано количество типов ГСО)

Таблица 1
Государственные эталоны единиц величин УНИИМ

Регистрационный номер	Наименование
ГЭТ 67–2013	Государственный первичный эталон единиц удельной энтальпии и удельной теплоемкости твердых тел в диапазоне температуры от 700 до 1800 К
ГЭТ 130–2014	Государственный первичный специальный эталон единицы длины в области измерений отклонений от прямолинейности и плоскостности
ГЭТ 140–84	Государственный первичный специальный эталон единицы давления для области периодических давлений в диапазоне (1÷100) МПа при частотах до 10 кГц
ГЭТ 149–2010	Государственный первичный эталон единицы крутящего момента силы
ГЭТ 152–2011	Государственный первичный эталон единиц коэффициента и угла масштабного преобразования синусоидального тока
ГЭТ 168–2010	Государственный первичный специальный эталон единицы поверхностной плотности покрытий
ГЭТ 173–2013	Государственный первичный эталон единиц массовой доли, массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах
ГЭТ 176–2013	Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии
ГЭТ 198–2011	Государственный первичный эталон единиц мощности магнитных потерь
ГЭТ 210–2014	Государственный первичный эталон единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов
ГВЭТ 176-1–2010	Государственный вторичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе объемного титриметрического метода анализа
ГВЭТ 196-1–2012	Государственный вторичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации в жидких и твердых веществах и материалах

Производство стандартных образцов

В настоящее время УНИИМ выпускает широкий спектр СО утвержденных типов, предназначенных для метрологического обеспечения измерений, относящихся в том числе к сфере государственного регулирования обеспечения измерений. На рис. 2 приведена система СО, разработанных и выпускаемых УНИИМ.

В целях обеспечения выпуска СО в УНИИМ внедрена система менеджмента качества производства стандартных образцов, соответствующая требованиям ISO Guide 34:2009 «Общие требования к компетентности изготовителей стандартных образцов». Система качества включает полный цикл разработки и производства СО, начиная от планирования этапов создания новых СО, выбора и приобретения исходных материалов, заканчивая обратной связью с потребителями СО. В институте реализованы технологии изготовления материалов стандартных образцов (предварительная очистка исходных веществ, сушка, измельчение, просеивание, растворение исходных материалов, фасовка, упаковка СО), исследование однородности, стабильности, характеристика СО, расчет аттестованных значений СО, неопределенности и характеристики погрешности аттестованных значений СО. При характеристике СО применяются различные физические

и физико-химические методы измерений, которые лежат в основе государственных эталонов единиц величин, разработанных УНИИМ. Выпуск из производства и определение метрологических характеристик СО УНИИМ осуществляет в соответствии с национальными и межгосударственными стандартами в области СО, в том числе гармонизированными с международными документами ISO Guide 30–35 [6, 12–15].

УНИИМ – первая в России организация, получившая признание системы менеджмента качества (СМК) производства СО (в 2006 году СМК УНИИМ признана Форумом качества Евро-Азиатского сотрудничества государственных метрологических учреждений (КОOMET) как соответствующая ISO/IEC 17025 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий» и ISO Guide 34 «Общие требования к компетентности изготовителей стандартных образцов»). Периодически (раз в пять лет) СМК производства СО УНИИМ проходит подтверждение соответствия в рамках Форума качества КОOMET. В целях реализации положений Федерального закона от 26 июня 2008 года № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» [4] в 2014 году компетентность УНИИМ в части проведения испытаний СО в целях утверждения типа подтверждена Федеральным агентством по аккредитации (аттестат аккредитации № РОСС RU.0001.310442).

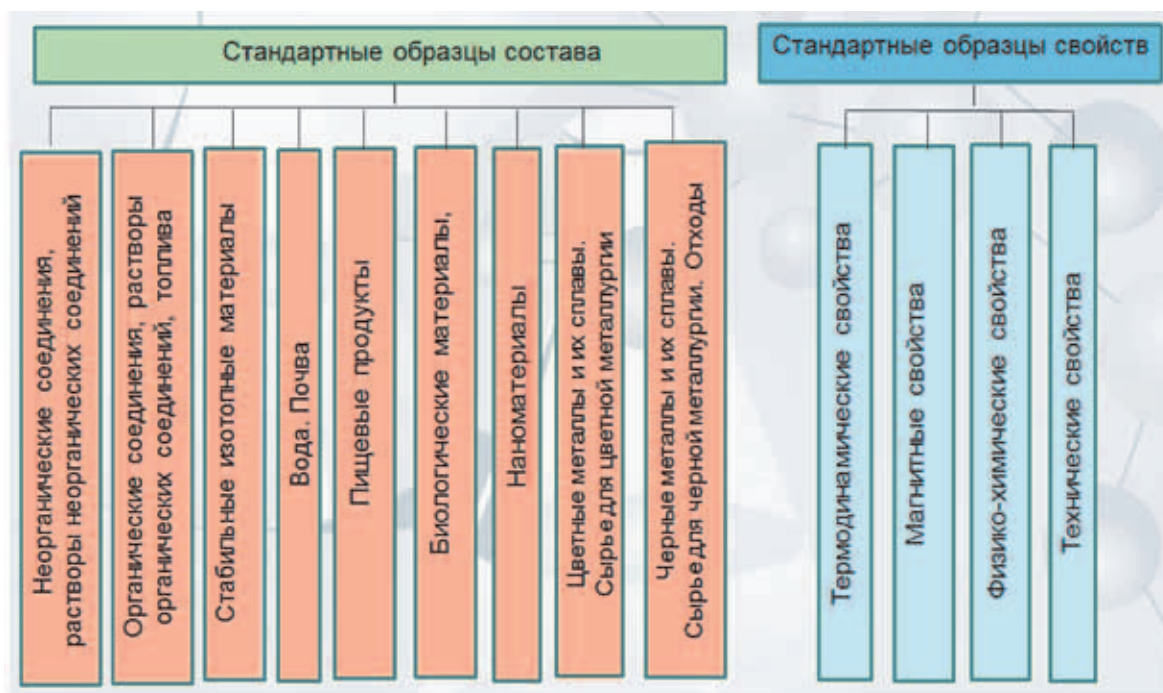


Рис. 2. Система стандартных образцов, разработанных и выпускаемых УНИИМ

В настоящее время УНИИМ выпускает следующие СО [33]:

- неорганических и органических соединений;
- растворов металлов, неметаллов, органических соединений;
- почв, воды, пищевых продуктов, биологических материалов;
- влажности веществ и материалов;
- стабильных изотопных материалов;
- черных, цветных металлов, сырья черной и цветной металлургии, отходов;
- технических, термодинамических, магнитных, физико-химических свойств веществ и материалов.

В настоящей статье приведена краткая историческая справка разработки и создания СО УНИИМ.

Стандартные образцы термодинамических свойств

Одними из первых СО, разработанных в УНИИМ, являются СО термодинамических свойств (ГСО 149–71) создан на основе синтетического корунда в 1971 году практически одновременно с аналогичными СО термодинамических свойств Национального бюро стандартов (НБС, США). Измерения значений энтальпии и теплоемкости проводили на измерительной установке единицы удельной теплоемкости твердых тел, на основе которой в 1975 году разработан ГЭТ 67–75 Государственный первичный эталон единицы удельной теплоемкости твердых тел в диапазоне температур 1337–1800 К. Позднее на базе ГЭТ 67–75 разработан ГЭТ 67–2013. За период с 1971 по 2015 год УНИИМ провел исследования по созданию 19 типов СО термодинамических свойств, некоторые из них приведены в табл. 2.

В настоящее время метрологическая прослеживаемость аттестованных значений СО термодинамических свойств к единицам удельной энтальпии, удельной теплоемкости, теплоты плавления достигается методом прямых измерений на ГЭТ 67–2013, к единице температуры – методом прямых измерений на эталонах температуры в соответствии с ГОСТ 8.558–2009 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений температуры» [16]. В научных исследованиях по созданию СО термодинамических свойств и государственных эталонов единицы удельной теплоемкости твердых тел приняли участие специалисты УНИИМ Гомельский К.З., Лугинина В.Ф., Добровинский И.Е., Сенникова В.Н.

СО термодинамических свойств широко применяются для градуировки и поверки (калибровки) калориметрических установок, установок для термического анализа и дифференциальной калориметрии, универсальных термоанализаторов. СО обеспечивают единство измерений удельных энтальпии и теплоемкости при разработке и производстве конструкционных материалов, предназначенных для атомной, космической промышленности, медицины и других областей. В настоящее время в стране остается потребность в расширении номенклатуры СО, в том числе многопараметрических СО, что является перспективой развития номенклатуры СО термодинамических свойств в этом направлении.

Стандартные образцы магнитных свойств

Обеспечение единства измерений магнитных свойств магнитомягких материалов играет важную роль в оценке качества этих материалов, в частности электротехнической стали, что существенно при проектировании и изготовлении энергетического оборудования. СО магнитных свойств веществ и материалов также являются одними из первых разработанных и выпускаемых УНИИМ. Начало работ по созданию СО магнитных свойств магнитомягких материалов датируется серединой 1960-х годов, когда в институте начаты работы по созданию измерительной установки для определения магнитных свойств образцов магнитомягких материалов. Позднее на базе этой установки создана установка высшей точности (УВТ) для воспроизведения и передачи единиц мощности магнитных потерь УВТ 82-А-93. В 2011 году на основе УВТ 82-А-93 создан Государственный первичный эталон единиц мощности магнитных потерь ГЭТ 198–2011 [17]. Первый стандартный образец удельных магнитных потерь (сталь электротехническая холоднокатаная анизотропная – СОТЭС-1) разработан УНИИМ в 1976 году и зарегистрирован в Реестре под номером ГСО 859–76. В период с 1978 по 1981 год были созданы СО удельных потерь на перемагничивание стали электротехнической нетекстурированной – СОНЭС-1 (ГСО 1160–77), СО динамических магнитных свойств – железо-никелевый сплав (ГСО 1382–78), СО магнитных свойств – прецизионный магнитомягкий сплав с прямоугольной петлей гистерезиса (ГСО 1859–80), СО удельных магнитных потерь – сталь электротехническая горячекатаная изотропная, СОНЭС-2 (ГСО 2003–80), СО магнитной проницаемости при импульсном перемагничивании – сплавы прецизионные магнитомягкие, ИМС-П1 (ГСО 2071–81) и др. Всего за время исследо-

ваний УНИИМ создано 25 типов ГСО магнитных свойств веществ и материалов, некоторые из них (табл. 2) входят в поверочную схему [18] в качестве эталонов 1-го разряда. В разработке измерительной установки для определения магнитных свойств образцов магнитомягких материалов, УВТ 82-А-93, ГЭТ 198-2011 и СО магнитных свойств участвовали специалисты УНИИМ Малюк В.П., Дидик Ю.И., Маслова Т.И., Малыгин М.А.

Современная измерительная база в области измерений динамических магнитных свойств магнитомягких материалов включает в себя сложные высокочастотные измерительные системы магнитных характеристик. Повышение точности рабочих средств измерений, расширение диапазона измеряемых характеристик требует создания новых типов СО для метрологического обеспечения измерений (поверка, калибровка, аттестация методик измерений) средств измерений магнитных свойств веществ и материалов. В этой связи работа по созданию СО магнитных свойств веществ и материалов УНИИМ продолжается, в том числе при тесном сотрудничестве с предприятиями металлургии, машиностроения России и стран СНГ.

Стандартные образцы технических и физико-химических свойств

СО поверхностной плотности и толщины покрытий

Обеспечение единства измерений параметров покрытий (поверхностная плотность и толщина покрытий, химический состав) играет важную роль в оценке соответствия продукции черной и цветной металлургии, химической, автомобильной, электронной, ювелирной промышленности, при изготовлении нанопокровтий и нанопленок. Стандартные образцы поверхностной плотности и толщины покрытий материалов остаются наиболее востребованными средствами метрологического обеспечения измерений этих показателей в испытательных лабораториях страны.

Начало работ по созданию СО поверхностной плотности и толщины покрытия датируется началом 70-х годов XX века и связано с разработкой измерительной установки поверхностной плотности покрытий. Первым в стране СО поверхностной плотности покрытий был СО поверхностной плотности цинкового покрытия на стали (ГСО 450-73). Позднее, в 1974-1979 годах, в УНИИМ созданы СО поверхностной плотности оловянного покрытия на стали (ГСО 646-74), СО поверхностной плотности золотого покрытия (комплект) (ГСО 1179-77),

СО поверхностной плотности серебряного покрытия (ГСО 1180-77), СО поверхностной плотности родиевого покрытия (ГСО 1624-79).

В 1981 году на основе измерительной установки поверхностной плотности покрытий разработана установка высшей точности для измерения поверхностной плотности покрытий УВТ 13 А 81. В 2005 году на основе УВТ 13 А 81 создан ГЭТ 168-2005 Государственный первичный специальный эталон единицы поверхностной плотности покрытий, который в 2010 году модернизирован для расширения измерительных возможностей [19]. За период с 1973 по 2015 год в УНИИМ разработано 64 типа ГСО поверхностной плотности и толщины покрытий, в том числе в 2009-2011 годах созданы три типа ГСО поверхностной плотности и толщины покрытий, имеющих значения аттестованных характеристик в нанометровом диапазоне (табл. 2). В настоящее время метрологическая прослеживаемость СО поверхностной плотности и толщины покрытий реализована к единицам величин, воспроизводимым Государственным первичным специальным эталоном единицы поверхностной плотности покрытий ГЭТ 168-2010, хранение которого осуществляет УНИИМ. СО поверхностной плотности и толщины покрытий УНИИМ (табл. 2) входят в поверочную схему [20] в качестве эталонов первого и второго разряда. В разработке Государственного первичного специального эталона единицы поверхностной плотности покрытий и СО поверхностной плотности и толщины покрытий участвовали специалисты УНИИМ Казанцев В.В., Корнейчук А.Д., Васильев А.С.

Перспективы развития в области создания СО поверхностной плотности и толщины покрытий связаны с созданием современных высокоточных анализаторов, толщиномеров покрытий, измерителей поверхностной плотности покрытий. В последние годы прослеживается тенденция создания приборов, позволяющих выполнять измерения не только однослойных и однокомпонентных, но и многослойных, а также двух- и трехкомпонентных покрытий, измеряющих одновременно толщину и поверхностную плотность покрытий, а также химический состав покрытия [21]. Для метрологического обеспечения указанного оборудования планируется разработать СО поверхностной плотности и толщины покрытия, химического состава многокомпонентных и многослойных покрытий. УНИИМ уже имеет опыт создания подобных СО, например ГСО 9936-2011 и ГСО 9937-2011 (табл. 2) [22].

Таблица 2

Перечень некоторых стандартных образцов, выпускаемых УНИИМ

Номер ГСО Номер МСО	Наименование	Аттестованная характеристика
Термодинамические свойства		
ГСО 886–76	СО термодинамических свойств стали марок 12Х18Н9Т и 12Х18Н10Т (СОТС-2)	Удельная энтальпия Н(Т)-Н(298,15) в интервале температуры (400–1380) К, кДж/кг Удельная теплоемкость СР в интервале температуры (400–1380) К, кДж/(кг·К)
ГСО 1363–78	СО термодинамических свойств (хлористый калий) (СОТС-5)	Температура плавления, °С Удельная теплота плавления, кДж/кг Удельная энтальпия Н(Т)-Н(298,15) в интервале температуры (470–900) К, кДж/кг Удельная теплоемкость СР в интервале температуры (470–900) К, кДж/(кг·К)
ГСО 2312–82	СО температур и теплот фазовых переходов (комплект СО ТСФ)	Температура плавления (Ga), К
ГСО 2313–82	СО температур и теплот фазовых переходов (комплект СО ТСФ)	Температура плавления (In), К Температура кристаллизации (In), К Удельная теплота плавления (In), кДж/кг
ГСО 2314–82	СО температур и теплот фазовых переходов (комплект СОТСФ)	Температура плавления (Sn), К Температура кристаллизации (Sn), К Удельная теплота плавления (Sn) кДж/кг
ГСО 2315–82	СО температур и теплот фазовых переходов (комплект СОТСФ)	Температура плавления (Zn), К Температура кристаллизации (Zn), К
ГСО 2316–82	СО температур и теплот фазовых переходов (комплект СОТСФ)	Температура кристаллизации (Sb), К
ГСО 149–86П	СО термодинамических свойств (СОТС-1)	Удельная энтальпия Н(Т)-Н(298,15) в интервале температуры (90–2300) К, кДж/кг Удельная теплоемкость СР в интервале температуры (90–2300) К, кДж/(кг·К)
Магнитные свойства		
ГСО 859–76	СО удельных магнитных потерь (сталь электротехническая холоднокатаная анизотропная) (СОТЭС-1)	Удельные магнитные потери, Вт/кг
ГСО 2002–80	СО удельных магнитных потерь (сталь электротехническая холоднокатаная изотропная) (ИНЭС-1)	Удельные магнитные потери, Вт/кг
ГСО 2129–89	СО удельных магнитных потерь (сталь электротехническая холоднокатаная анизотропная) (комплект СОТЭСЛ)	Удельные магнитные потери, Вт/кг
ГСО 1382–89	СО динамических магнитных свойств (железо-никелевый сплав)	Удельные магнитные потери, Вт/кг Магнитная индукция в веществе, Тл
ГСО 5356–90	СО динамических магнитных свойств (сталь электротехническая холоднокатаная анизотропная) (комплект СОТЭС-5)	Удельные магнитные потери, Вт/кг Коэрцитивная сила, А/м

Продолжение таблицы 2

Номер ГСО Номер МСО	Наименование	Аттестованная характеристика
ГСО 5357–90	СО удельных магнитных потерь (сталь электротехническая холоднокатаная изотропная) (комплект СОНЭСЛ-1)	Удельные магнитные потери, Вт/кг Амплитуда магнитной индукции, Тл
ГСО 10271–2013 МСО 1905:2014	СО динамических магнитных свойств стали электротехнической холоднокатаной анизотропной (СОТЭС)	Удельные магнитные потери, Вт/кг
ГСО 10270–2013 МСО 1904:2014	СО динамических магнитных свойств стали электротехнической холоднокатаной анизотропной	Удельные магнитные потери, Вт/кг
Технические и физико-химические свойства		
ГСО 9378–2009	СО поверхностной плотности и толщины золотого покрытия на никеле (комплект ППТ-1-Зл/Н)	Поверхностная плотность покрытия, г/м ² Толщина покрытия, мкм
ГСО 9380–2009	СО поверхностной плотности цинкового покрытия на стали (комплект ППТ-1-Ц/Ст)	Поверхностная плотность покрытия, г/м ²
ГСО 9381–2009	СО поверхностной плотности оловянного покрытия на стали (комплект ППТ-1-О/Ст)	Поверхностная плотность покрытия, г/м ²
ГСО 9512–2009	СО поверхностной плотности и толщины серебряного покрытия на латуни (комплект ППТ-1-Ср/Л)	Поверхностная плотность покрытия, г/м ² Толщина покрытия, мкм
ГСО 9887–2011	СО поверхностной плотности и толщины хромового покрытия на стекле (комплект ППТ-1-Хр/С)	Поверхностная плотность покрытия, г/м ² Толщина покрытия, мкм
ГСО 9936–2011	СО состава, поверхностной плотности и толщины нанопокрyтия пермаллоя на кремнии (НПК-40 СО УНИИМ)	Массовая доля элементов, % Поверхностная плотность, г/м ² Толщина покрытия, нм
ГСО 9937–2011	СО состава, поверхностной плотности и толщины нанопокрyтия пермаллоя на кремнии (НПК-100 СО УНИИМ)	Массовая доля элементов, % Поверхностная плотность, г/м ² Толщина покрытия, нм
ГСО 9943–2011	СО удельной поверхности наноструктурированного порошка иридия (Iг СО УНИИМ)	Удельная площадь поверхности, м ² /г
ГСО 10449–2014 МСО 1913:2014	СО нанопористого оксида алюминия	Удельная адсорбция, моль/кг Удельная поверхность (БЭТ), м ² /г Удельный объем пор, см ³ /г Средний диаметр пор, нм
Неорганические, органические соединения		
ГСО 2215–81	СО состава калия двуххромовокислого (бихромата калия) 1-го разряда	Массовая доля калия двуххромовокислого, %
ГСО 2216–81 МСО 1536:2008	СО состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия) 1-го разряда	Массовая доля калия фталевокислого кислого, %
ГСО 2960–84 МСО 1365:2007	СО состава Трилона Б 1-го разряда	Массовая доля Трилона Б, %

Продолжение таблицы 2

Номер ГСО Номер МСО	Наименование	Аттестованная характеристика
ГСО 3219–85	СО состава натрия щавелевокислого 1-го разряда	Массовая доля щавелевокислого натрия, %
ГСО 4391–88 МСО 1367:2007	СО состава натрия хлористого 1-го разряда	Массовая доля натрия хлористого, %
ГСО 9654–2010	СО состава раствора соляной кислоты	Молярная концентрация ионов водорода в соляной кислоте, моль/дм ³
ГСО 9655–2010	СО состава этилендиаминтетрауксусной кислоты	Массовая доля этилендиамин-N, N, N, N-тетрауксусной кислоты (ЭДТУ), %
ГСО 9969–2011	СО состава калия хлористого	Массовая доля калия хлористого, %
ГСО 10275–2013 МСО 1909:2014	СО состава свинца азотнокислого	Массовая доля свинца, % Массовая доля свинца азотнокислого, %
ГСО 10272–2013 МСО 1906:2014	СО состава глицина (СГ СО УНИИМ)	Массовая доля азота, основного вещества, %
ГСО 10450–2014 МСО 1914:2014	СО массовой доли карбоната натрия в карбонате натрия высокой чистоты (Na ₂ CO ₃ СО УНИИМ)	Массовая доля карбоната натрия, %
ГСО 10498–2014	СО состава сульфаминовой кислоты (NH ₂ SO ₃ H СО УНИИМ)	Массовая доля сульфаминовой кислоты, %
Влажность		
ГСО 8837–2006	СО влажности пиломатериалов	Влажность пиломатериала (массовое отношение влаги), %
ГСО 8989–2008	СО массовой доли влаги зерна 1-го разряда	Массовая доля влаги, %
ГСО 8990–2008 МСО 1790:2012	СО массовой доли влаги зерна 2-го разряда	Массовая доля влаги, %
ГСО 9564–2010	СО массовой доли влаги в продуктах переработки зерна	Массовая доля влаги, %
ГСО 10148–2012	СО массовой доли влаги в сухих молочных продуктах	Массовая доля влаги, %
Металлы, сплавы, сырье и отходы металлургических предприятий		
ГСО 9497–2009	СО состава железа высокой чистоты	Массовая доля железа, %
ГСО 9438–2009	СО массовой доли меди в меди (слиток)	Массовая доля меди, %
ГСО 9439–2009	СО массовой доли меди в меди (порошок)	Массовая доля меди, %
ГСО 10276–2013 МСО1910:2014	СО массовой доли металлов в шлаке медеплавильного производства	Массовая доля элементов (Al, Fe, Ca, Mg, Cu, As, Pb, Sb, Zn), %
Почва, вода		
ГСО 9231–2008	СО состава почвы (ТЭП К)	Массовая доля элементов (Pb, Cd, Zn, Cu, Mn, Ni, Co, Cr), %
ГСО 9288–2009	СО состава почвы (ТЭП В)	Массовая доля элементов (Pb, Cd, Zn, Cu, Mn, Ni, Co, Cr), %
ГСО 7886–2001	СО минерального состава воды природной (МСВ А1)	Массовая концентрация компонентов (нитраты, фториды, хлориды, сульфаты), мг/дм ³

Продолжение таблицы 2

Номер ГСО Номер МСО	Наименование	Аттестованная характеристика
ГСО 8124–2002	СО минерального состава воды природной (МСВ К1)	Массовая концентрация компонентов (нитраты, фториды, хлориды, сульфаты), мг/дм ³
ГСО 8938–2008	СО минерального состава воды природной (МСВ АПАВ)	Массовая концентрация компонентов (хлориды, фториды, фосфаты, АПАВ), мг/дм ³
ГСО 9450–2009	СО минерального состава воды природной (МСВ Ж)	Массовая концентрация компонентов (кальций, магний, калий, натрий, марганец), общая жесткость, мг/ дм ³
ГСО 9511–2009	СО минерального состава воды природной (МСВ ХПК)	Массовая концентрация компонентов (нитраты, фториды, хлориды, фосфаты), химическое потребление кислорода (ХПК), мг/ дм ³
ГСО 9565–2010	СО минерального состава воды природной (МСВ ПО)	Массовая концентрация компонентов (нитраты, фториды, хлориды, фосфаты), перманганатная окисляемость, мг/ дм ³
ГСО 9835–2011	СО минерального состава воды природной (МСВ АК)	Массовая концентрация компонентов (нитраты, фториды, хлориды, фосфаты, сульфаты, марганец, железо), мг/дм ³
ГСО 9894–2011	СО минерального состава воды природной, загрязненной медью (МСВ Cu)	Массовая концентрация меди, мг/дм ³ . Предназначен для биотестирования
ГСО 9895–2011	СО минерального состава воды природной, загрязненной хромом (МСВ Cr)	Массовая концентрация хрома, мг/дм ³ . Предназначен для биотестирования
ГСО 9896–2011	СО минерального состава воды природной, загрязненной кадмием (МСВ Cd)	Массовая концентрация кадмия, мг/дм ³ . Предназначен для биотестирования
ГСО 10107–2012	СО массовой доли нефтепродуктов в почве (СОНПП)	Массовая доля нефтепродуктов, %
ГСО 10168–2012	СО минерального состава воды природной (МСВ БПК)	Биохимическое потребление кислорода за пять дней инкубации (БПК ₅), мгО ₂ /дм ³
ГСО 10138–2012 МСО 1848:2013	СО массовой концентрации активного хлора в воде (АХС СО УНИИМ)	Массовая концентрация активного хлора в воде, %
ГСО 10448–2014	СО минерального состава воды природной (МСВ NH ₄)	Массовая концентрация компонентов (аммоний, нитраты, фториды, хлориды, фосфаты, сульфаты, железо), мг/дм ³
Пищевые продукты		
ГСО 9563–2010 МСО 1781:2012	СО состава молока сухого (АСМ-1)	Массовая доля азота (белка), влаги, %
ГСО 9734–2010 МСО 1782:2012	СО состава зерна и продуктов его переработки	Массовая доля азота (белка), влаги, %
ГСО 9968–2011	СО состава смеси молочной (СМ СО УНИИМ)	Массовая доля элементов (Cu, As, Cd), %
ГСО 10235–2013	СО массовой доли изомеров ГХЦГ в картофеле (ПП-К)	Массовая доля альфа-ГХЦГ бета-ГХЦГ, гамма-ГХЦГ, %
ГСО 10300–2013	СО состава кислоты лимонной	Массовая доля лимонной кислоты, %
ГСО 10143–2013	СО состава кислоты лимонной (КЛ СОУНИИМ)	Массовая доля элементов (Pb, As, Hg, Cd), %
ГСО 10476–2014	СО состава кислоты молочной	Массовая доля молочной кислоты, %

Окончание таблицы 2

Номер ГСО Номер МСО	Наименование	Аттестованная характеристика
ГСО 10499–2014	СО массовой доли нитрат-ионов в соке из клубники	Массовая доля нитрат-ионов, млн ⁻¹
ГСО 10500–2014	СО массовой доли нитрат-ионов в соке из моркови	Массовая доля нитрат-ионов, млн ⁻¹
ГСО 10501–2014	СО массовой доли нитрат-ионов в соке из яблок	Массовая доля нитрат-ионов, млн ⁻¹
Стабильные изотопные материалы		
ГСО 10273–2013 МСО 1907:2014	СО изотопного состава никеля, обогащенного изотопом ⁶⁰ Ni в азотнокислом растворе (⁶⁰ Ni СО УНИИМ)	Атомная доля изотопа никеля с массовым числом 58, % Атомная доля изотопа никеля с массовым числом 60, % Атомная доля изотопа никеля с массовым числом 61, % Атомная доля изотопа никеля с массовым числом 62, % Атомная доля изотопа никеля с массовым числом 64, %
ГСО 10274–2013 МСО 1908:2014	СО изотопного состава свинца, обогащенного изотопом ²⁰⁶ Pb в азотнокислом растворе (²⁰⁶ Pb СО УНИИМ)	Атомная доля изотопа свинца с массовым числом 204, % Атомная доля изотопа свинца с массовым числом 206, % Атомная доля изотопа свинца с массовым числом 207, % Атомная доля изотопа свинца с массовым числом 208, %
ГСО 10493–2014	СО изотопного состава кадмия, обогащенного изотопом ¹¹¹ Cd, в растворе (¹¹¹ Cd СО УНИИМ)	Массовая доля кадмия, млн ⁻¹ Атомная доля изотопа ¹⁰⁶ Cd, % Атомная доля изотопа ¹⁰⁸ Cd, % Атомная доля изотопа ¹¹⁰ Cd, % Атомная доля изотопа ¹¹¹ Cd, % Атомная доля изотопа ¹¹² Cd, % Атомная доля изотопа ¹¹³ Cd, % Атомная доля изотопа ¹¹⁴ Cd, % Атомная доля изотопа ¹¹⁶ Cd, %
ГСО 10494–2014	СО изотопного состава серебра, обогащенного изотопом ¹⁰⁷ Ag, в растворе (¹⁰⁷ Ag СО УНИИМ)	Массовая доля серебра, млн ⁻¹ Атомная доля изотопа ¹⁰⁷ Ag, % Атомная доля изотопа ¹⁰⁹ Ag, %
Растворы металлов		
ГСО 10277–2013 МСО 1911:2014	СО массовой доли никеля (II) в растворе (Ni СО УНИИМ)	Массовая доля никеля, ‰ (мг/г)
ГСО 10278–2013 МСО 1912:2014	СО массовой доли свинца (II) в растворе (Pb СО УНИИМ)	Массовая доля свинца, ‰ (мг/г)
ГСО 10495–2014	СО массовой доли кадмия в растворе (Cd СО УНИИМ)	Массовая доля кадмия, ‰ (мг/г)
ГСО 10496–2014	СО массовой доли титана в растворе (Ti СО УНИИМ)	Массовая доля титана, ‰ (мг/г)
ГСО 10497–2014	СО массовой доли цинка в растворе (Zn СО УНИИМ)	Массовая доля цинка, ‰ (мг/г)

СО сорбционных свойств твердых веществ и материалов

Современные производства сорбентов, твердых катализаторов, фильтрующих материалов, лекарственных средств нуждаются в метрологическом обеспечении измерений сорбционных свойств веществ и материалов. Сорбционные свойства – обобщенное наименование группы величин, характеризующих открытую пористость твердых веществ и материалов, под которыми в данной работе понимаются удельная адсорбция газов, удельная поверхность, удельный объем и размер пор. От величины удельной поверхности зависят поглощательная способность адсорбентов, эффективность твердых катализаторов, свойства фильтрующих материалов.

В 2014 году в интересах предприятий порошковой металлургии, производства сорбентов, катализаторов, мембран, керамических, связующих, конструкционных строительных материалов и лекарственных средств в УНИИМ под руководством заведующего лаборатории Собины Е.П. создан Государственный первичный эталон единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов ГЭТ 210–2014. Для метрологического обеспечения измерений соответствующих производств с применением ГЭТ 210–2014 с 2014 года в УНИИМ осуществляется выпуск СО нанопористого оксида алюминия ГСО 10449–2014 (табл. 1). Метрологическая прослеживаемость ГСО 10449–2014 реализуется к единицам величин, воспроизводимым ГЭТ 210–2014, который по состоянию на 2015 год имеет 8 строк в Базе данных КСДВ МБМВ.

Уникальность выпускаемых СО по сравнению с зарубежными аналогами заключается в том, что для СО в качестве аттестованных значений установлена удельная адсорбция, то есть первичная информация, которая измеряется на газоадсорбционных анализаторах. В 2016 году УНИИМ планирует закончить исследования по созданию широкой номенклатуры СО сорбционных свойств цеолита, технического углерода, алюминиевой пленки, порошка меди, диоксида кремния. Работы по выпуску СО сорбционных свойств веществ и материалов с применением ГЭТ 210–2014 являются одним из ключевых направлений деятельности лаборатории 251 УНИИМ.

Стандартные образцы неорганических и органических соединений

СО неорганических и органических веществ и их растворов составляют одну из многочисленных групп СО, разработанных УНИИМ. Первые СО этой группы

разработаны совместно специалистами УНИИМ и ФХИ АН Украины в 1977 году и представляли СО для анализа вод (СОВ-1) и (СОВ-2) (ГСО 192–77, ГСО 1293–77), аттестованными характеристиками которых являлись массовые концентрации элементов (Cu, Ag, Zn, Cd, Al, Co, Ni, Fe, Pb, Hg, V, Sb, Mo, Mn, Ti, Sn, Bi) в растворе. Позднее номенклатура СО неорганических и органических веществ, разработанных при участии специалистов УНИИМ, существенно расширилась и включала СО:

- неорганических соединений, в том числе минеральных удобрений, металлов, осажденных на фильтре;
- растворов неорганических соединений;
- органических соединений, в том числе гербицидов, пестицидов, инсектицидов, фунгицидов, полимерных материалов, токсинов, фармацевтических препаратов, биологических материалов;
- растворов органических соединений, в том числе бенз(а)пирена, полиароматических углеводородов, полихлорированных бифенилов, нитрозаминов.

На рис. 3 и 4 приведены сведения о номенклатуре СО неорганических и органических соединений и их растворов, разработанных при участии УНИИМ.



Рис. 3. Номенклатура СО неорганических соединений и их растворов, разработанных при участии УНИИМ (цифрами указано количество типов ГСО)

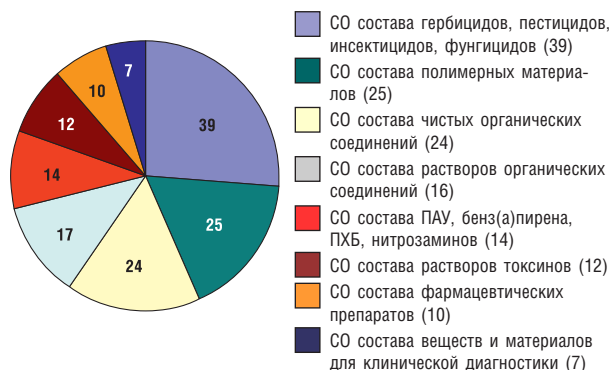


Рис. 4. Номенклатура СО органических соединений и их растворов, разработанных при участии УНИИМ (цифрами указано количество типов ГСО)

Работы по созданию указанных СО проведены УНИИМ как в целях создания средств передачи единицы величины от измерительных установок высшей точности массовой доли (концентрации) компонентов в веществах и материалах УНИИМ, позднее от государственных эталонов ГЭТ 176–2013, ГВЭТ 176-1–2010, ГВЭТ 196-1–2012 (табл. 2), так и в рамках научно-методической поддержки специалистов разных организаций – изготовителей СО.

СО состава чистых неорганических и органических соединений УНИИМ, метрологические характеристики которых установлены по результатам измерений, полученным на Государственном первичном эталоне единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176–2013, являются средствами хранения и передачи единиц величин массовой доли или молярной концентрации и обеспечивают прямую метрологическую прослеживаемость к единицам СИ. Номенклатура СО включает СО веществ, характеризующихся высокой стабильностью химического состава во времени, возможностью получения их высокой степени чистоты, способностью диссоциировать по ионному типу и стехиометрически вступать в химическую реакцию, – это вещества, во всем мире применяемые в титриметрии для установления титра (концентрации) растворов на основе всех типов реакций: кислотно-основных, окислительно-восстановительных, реакций осаждения и комплексообразования.

Работы по созданию СО состава чистых химических веществ начаты в УНИИМ в 80-х годах XX века параллельно с внедрением кулонометрической установки высшей точности для аттестации стандартных образцов УВТ 14-А–81 при участии Малковой Э.М., Левченко Ю.Н., Проскурникова А.А. Под руководством Терентьева Г.И. в 2008–2010 годах на базе УВТ 14-А–81 был разработан Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрического титрования ГЭТ 176–2010, который в 2012–2013 годах был усовершенствован путем оснащения эталонной установкой, реализующей метод кулонометрии при контролируемом потенциале, и утвержден как ГЭТ 176–2013. Также были активизированы работы по расширению номенклатуры стандартных образцов чистых химических веществ: в период с 2008 по 2015 год разработано 5 новых типов СО состава чистых химических веществ при участии Собины А.В., Шимолина А.Ю., Зыскина В.М. (табл. 2).

Серийное производство периодически повторяющимися партиями некоторых типов СО осуществляется

в течение более чем 30 лет, за это время метрологические характеристики СО были улучшены в 1,5–3 раза (с 0,05 до 0,014–0,03 %). Работы по выпуску СО состава чистых химических веществ и их растворов с применением ГЭТ 176–2013 являются одним из ключевых направлений деятельности лаборатории 223 УНИИМ.

Метрологические характеристики СО состава чистых химических веществ установлены первичным методом кулонометрического титрования (свинца азотнокислого – кулонометрии при контролируемом потенциале) и обеспечивают прямую метрологическую прослеживаемость к единице массовой доли, воспроизводимой ГЭТ 176–2013. Стандартные образцы ГСО 2216–81 и ГСО 2215–81 внесены в Базу данных KCDB МБМВ.

Современные работы УНИИМ в области создания СО состава неорганических и органических соединений связаны с созданием СО растворов металлов, СО пестицидов и других ядохимикатов. Создание СО состава растворов металлов (табл. 2) проводятся в УНИИМ с 2012 года с привлечением ГВЭТ 196-1–2012. В 2013–2014 годах УНИИМ были проведены работы по созданию одноэлементных СО состава растворов металлов (табл. 2), аттестованная характеристика СО – массовая доля элементов (млн⁻¹), границы относительной погрешности аттестованных значений не превышают 0,5 %. С 2014 года в рамках мероприятий по импортозамещению ведутся работы по созданию растворов элементов (Ba, Bi, Ca, Cd, Cr, Cu, Dy, Er, Eu, Fe, Gd, K, La, Li, Mg, Na, Nb, Ni, Pb, Sb, Sc, Si, Ta, Tb, Te, Ti, W, Zn и др.) в виде индивидуальных растворов и смесей в различных комбинациях. Метрологическая прослеживаемость измерений массовой доли, массовой концентрации элементов реализуется к единицам величин, воспроизводимым ГЭТ 176–2013 и ГЭТ 196–2011 ГПСЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов.

С 2015 года УНИИМ ведет работы по созданию СО пестицидов с применением измерительной установки на основе хроматографического метода анализа. Работы проводятся в лаборатории 241 УНИИМ при участии заведующего лабораторией Медведевских М.Ю. и научного сотрудника Крашенининой М.П.

Стандартные образцы влажности веществ и материалов

Создание системы метрологического обеспечения средств измерений массовой доли влаги зерна, продуктов его переработки, сельскохозяйственных материалов

и пищевой продукции начато в 70-х годах XX века и связано с острой необходимостью экспрессного и точного измерения влажности на всех стадиях производства, переработки и хранения продукции, что стимулировало разработку, серийный выпуск и внедрение на предприятиях страны экспрессных влагомеров и анализаторов. Для метрологического обеспечения этих влагомеров впервые в мировой практике УНИИМ проведены работы по созданию СО-имитаторов влажности зерна (ГСО 713–75, ГСО 714–75, ГСО 715–75). Измерение массовой доли влаги в материалах СО в 70-х годах XX века проводили на измерительной установке массовой концентрации влаги.

В дальнейшем в связи с появлением на российском рынке универсальных влагомеров, основанных на термогравиметрическом методе, применение ранее разработанных СО-имитаторов стало невозможным и необходимо было разрабатывать средства поверки для влагомеров нового поколения. Поэтому наряду с СО-имитаторами в 80-х годах XX века УНИИМ начал работы по созданию СО на основе натуральных веществ, имеющих матрицу, идентичную измеряемому материалу. С 1981 года измерение массовой доли влаги в материалах СО в УНИИМ проводили на установке высшей точности УВТ 15А–81, с 2008 по 2012 год – на Государственном первичном эталоне единицы массовой доли и массовой концентрации влаги в твердых веществах и материалах ГЭТ 173–2008. В настоящее время метрологические характеристики СО массовой доли влаги устанавливают по результатам измерений, полученным на Государственном первичном эталоне единиц массовой доли, массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах ГЭТ 173–2013, массовую долю азота устанавливают по результатам измерений, полученным на ГВЭТ 176-1–2010, что позволяет одновременно обеспечить высокую точность и метрологическую прослеживаемость.

На современном этапе одним из ключевых вопросов метрологии является обеспеченность средствами метрологического обеспечения методик измерений, необходимых для исполнения требований технических регламентов Таможенного союза (ТР ТС). В последние годы вступили в действие ряд ТР ТС, направленных на повышение качества и обеспечения безопасности продукции, находящейся в обращении на территории Таможенного союза, таких как ТР ТС 021/2011 «О безопасности пищевой продукции», ТР ТС 005/2011 «О безопасности упаковки», ТР ТС 015/2011 «О безопасности зерна». Массовая доля влаги и массовая доля азота (белка) являются одними из основных показателей, влияющих на качество и безопасность продукции.

В этой связи возникла необходимость обеспечить стандартными образцами с аттестованными значениями массовой доли воды и массовой доли азота стандартизованные методики измерений, включенные в перечни обязательных к применению стандартов. Специалистами УНИИМ проведены работы по созданию СО массовой доли влаги и массовой доли азота (белка), измерение массовой доли азота устанавливали по результатам измерений, полученным на ГВЭТ 176-1–2010.

Стандартные образцы на основе натуральных веществ обладают высокой универсальностью, они могут быть использованы для поверки влагомеров, основанных на любом методе и имеющих различную конструкцию первичных преобразователей (датчиков) и способ заполнения датчика (свободная засыпка, дробление, истирание и др.). Применение СО содержания влаги позволило решить проблему обеспечения измерений массовой доли влаги при проведении поверки средств измерений и при оценке соответствия зерна и зернопродуктов, а также при проведении обязательного контроля влажности древесины. Актуальность разработки СО с указанными выше аттестованными значениями объясняется наличием большого количества экспресс-анализаторов, основанных на различных физико-химических методах анализа как по определению содержания азота, так и по определению содержания воды. Наибольшее распространение получили методы инфракрасной спектроскопии, рефрактометрии и ультразвуковые методы.

Общее количество СО, имеющих в качестве аттестованной характеристики массовую долю влаги, азота (белка), разработанных УНИИМ с 70-х годов до настоящего времени, – более 45 типов. В табл. 2 представлены СО, наиболее востребованные и широко применяемые как в РФ, так и на территории Таможенного союза. В исследованиях, связанных с созданием СО влажности веществ и материалов, принимали участие специалисты УНИИМ Медведевских С.В., Медведевских М.Ю., Горшков В.В., Запорожец А.С., Крашенинина М.П., Мязина М.О., Парфенова Е.Г., Сергеева А.С., Шохина О.С.

Стандартные образцы металлов, сплавов, сырья и отходов металлургических предприятий

СО металлургических материалов – наиболее многочисленная группа СО, разработанных при участии специалистов УНИИМ, которая включает:

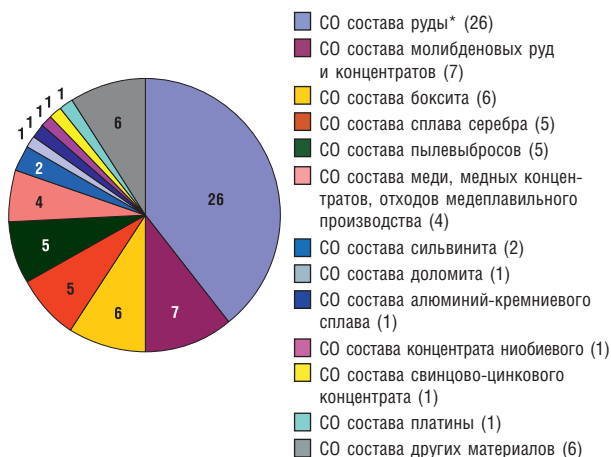
– СО металлов, сплавов, сырья и отходов предприятий цветной металлургии, предприятий по переработке драгоценных металлов, РЗЭ;

– СО металлов, сплавов, сырья и отходов предприятий черной металлургии.

СО металлов, сплавов, сырья и отходов предприятий цветной металлургии, предприятий по переработке драгоценных металлов, РЗЭ

Стандартные образцы состава металлов, сплавов, сырья и отходов предприятий цветной металлургии, предприятий по переработке драгоценных металлов, РЗЭ являются наиболее многочисленной группой СО, разработанных при участии специалистов УНИИМ (102 типа ГСО). Первые СО, относящиеся к указанной группе материалов, – СО молибдена и вольфрама и его соединений, разработанные в рамках совместных работ УНИИМ и ВНИИ твердых сплавов и зарегистрированные в Реестре в 1970 году. Позднее в рамках совместных работ УНИИМ и различных предприятий (ВНИИ твердых сплавов, Киргизская РЛГН, ВАМИ, ВНИИГ, институт «Сибцветметниипроект» и др.) разработаны СО молибденовых руд и концентратов, вольфрама и его соединений, бокситов, пылевыбросов ГМК «Норильский никель», меди и медных концентратов, сальвинита, доломита и других материалов (рис. 5).

Одной из недавних разработок УНИИМ является СО состава шлака медеплавильного производства (ГСО 10276–2013). Существование шлаковых отвалов и значительное увеличение их объемов в последние годы создают дополнительную экологическую нагрузку



* Руды литиево-бериллиевой, силикатно-флюоритовой, берит-полиметаллической, висмута-полиметаллической, оловянной, серебросодержащей, золотосодержащей, урановой.

Рис. 5. Номенклатура СО металлов, сплавов, сырья и отходов предприятий цветной металлургии, предприятий по переработке драгоценных металлов, разработанная при участии УНИИМ (цифрами указано количество типов ГСО)

в стране, и мероприятия по вовлечению шлака в технологический процесс, переработку с целью доизвлечения из него ценных компонентов и дальнейшую утилизацию нетоксичного материала крайне актуальны. В то же время шлаки широко используется в различных областях промышленности: дорожно-строительной, цементной, бетонной, железнодорожной и др. Все это приводит к необходимости организации аналитического контроля состава шлака. В 2010 году в УНИИМ поставлена задача разработки СО массовой доли металлов в шлаке медеплавильного производства. Работы по созданию ГСО 10276–2013 проведены в рамках разработки и аттестации Государственного вторичного эталона массовой доли и массовой (молярной) концентрации металлов в жидких и твердых веществах и материалах ГВЭТ 196-1–2012 (табл. 1) в период с 2010 по 2012 год. ГВЭТ 196-1–2012 в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах [23] имеет установленную метрологическую прослеживаемость к единицам величин, воспроизводимым государственными первичными эталонами ГЭТ 176 и ГЭТ 196. В этой связи аттестованные значения массовой доли элементов ГСО 10276–2013 имеют установленную метрологическую прослеживаемость к единицам величин, воспроизводимым ГВЭТ 196-1–2012, ГЭТ 176 и ГЭТ 196–2011. В работе по созданию ГСО 10276–2013, предназначенного для поверки, калибровки и испытаний имеющихся и новых типов средств измерений массовой доли элементов в шлаках, а также контроля точности и аттестации методик измерений массовой доли элементов в шлаках, принимали участие специалисты УНИИМ Горбунова Е.М., Горяева Л.И., Медведевских С.В., Мигаль П.В., Панева В.И., Собина Е.П., Степанов А.С., Табатчикова Т.Н., Шишова И.В.

СО металлов, сплавов, сырья и отходов предприятий черной металлургии

Первые СО состава материалов черной металлургии, разработанные совместно специалистами УНИИМ и КБ специальных магнитов, зарегистрированы в Реестре в 1977 году. Позднее, в 1982 году, при участии специалистов НПО «Реактивэлектрон» были созданы другие СО в области черной металлургии. В целом подгруппа СО металлов, сплавов, сырья и отходов предприятий черной металлургии, разработанная при участии специалистов УНИИМ, не является многочисленной и включает лишь 6 типов СО. Один из них – СО состава железа высокой чистоты, относящийся к группе СО чистых веществ (металлов).

Первые СО состава металлов (ГСО 9438–2009, ГСО 9439–2009) (СО состава меди, относятся к группе СО металлов, сплавов, сырья и отходов предприятий цветной металлургии) с установленным значением массовой доли основного вещества разработаны и выпущены в УНИИМ в 2008–2009 годах с применением метода электрогравиметрии. Позднее, в 2009 году, УНИИМ совместно с ФГУП ПО «Маяк» разработал ГСО 9497–2009 СО состава железа высокой чистоты, предназначенного для испытаний в целях утверждения типа и поверки потенциостатов-интеграторов кулонометрических ПИК-200, используемых предприятиями атомной промышленности для контроля ядерных материалов. В разработке ГСО 9497–2009 принимали участие специалисты лаборатории 223 УНИИМ Терентьев Г.И., Зыскин В.М. и специалист ФГУП ПО «Маяк» Гусев В.Н. Массовая доля железа в ГСО 9497–2009 установлена с применением метода кулонометрии с контролируемым потенциалом, метрологическая прослеживаемость аттестованного значения ГСО 9497–2009 установлена к единице массовой доли, воспроизводимой ГЭТ 176–2013.

С 2013 года УНИИМ ведет активные работы по подтверждению в рамках ключевых сличений измерительных возможностей государственных эталонов в части измерения массовой доли основного вещества и примесей в металлах. В этой связи в целях обеспечения метрологической прослеживаемости измерений массовой доли металлов в стране в УНИИМ сформирован план мероприятий по созданию СО чистых металлов и их растворов с установленной прослеживаемостью, предназначенных в том числе для метрологического обеспечения измерений в области черной металлургии.

Стандартные образцы пищевых продуктов

Одно из перспективных направлений развития номенклатуры СО в стране – создание СО состава пищевых продуктов. В течение последних 5 лет ежегодно УНИИМ ведет мониторинг потребности в СО, в том числе СО пищевых продуктов и продовольственного сырья, для метрологического обеспечения измерений показателей продукции, предусмотренных техническими регламентами Таможенного союза и Российской Федерации. Несмотря на работы, проводимые УНИИМ и другими организациями – изготовителями СО в области создания СО пищевых продуктов, потребность в СО пищевых продуктов остается высокой.

Первые СО пищевых продуктов УНИИМ разработал совместно с НПФ «Стандартные пищевые образцы»

в 1997 году. Это был СО состава молока сухого обезжиренного ГСО 7356–97 (СО ПП-МС), имеющего в качестве аттестованных характеристик массовую долю токсичных металлов. В дальнейшем номенклатура СО, разработанных при участии специалистов УНИИМ и в некоторых случаях других организаций – изготовителей СО, увеличена и включает СО состава сухарей пшеничных (ГСО 8101–2002) (СО разработан совместно с АОЗТ «Экрос»), СО микропримесей в этиловом спирте (ГСО 8404–2003, ГСО 8405–2003) (СО разработаны совместно с ГНУ ВНИИПБТ Россельхозакадемии), СО состава молока сухого (ГСО 9563–2010), СО состава смеси молочной (ГСО 9968–2011), СО массовой доли нитрат-ионов в соках из клубники (ГСО 10499–2014), моркови (ГСО 10500–2014), яблок (ГСО 10501–2014), СО массовой доли изомеров ГХЦГ в картофеле (ГСО 10235–2013), СО состава пищевых добавок (кислоты лимонной (ГСО 10300–2013, ГСО 10143–2012), кислоты молочной (ГСО 10476–2014)) (СО разработаны совместно с ФГБНУ ВНИИПД) (табл. 2). В создании перечисленных СО от УНИИМ принимали участие следующие специалисты: Налобин Д.П., Питерских И.А., Горяева Л.И., Кремлева О.Н., Осинцева Е.В., Табатчикова Т.Н., Андреева И.Н.

К СО пищевых продуктов, разработанных УНИИМ, относятся СО массовой доли азота (белка) некоторых пищевых продуктов и продовольственного сырья. Требования к массовой доле белка регламентированы в технических регламентах [24, 25]. Актуальность разработки СО с указанными выше аттестованными значениями объясняется наличием большого количества экспресс-анализаторов, основанных на различных физико-химических методах анализа как по определению содержания азота, так и по определению содержания воды. Наибольшее распространение получили методы инфракрасной спектроскопии, рефрактометрии и ультразвуковые методы. Определение метрологических характеристик разработанных СО проведены с привлечением ГЭТ 173–2013 и ГВЭТ 176-1–2010, что позволило одновременно обеспечить высокую точность и метрологическую прослеживаемость СО [26]. К настоящему времени УНИИМ разработаны стандартные образцы ГСО 9563–2010 состава молока сухого и ГСО 9734–2010 состава зерна и продуктов его переработки с аттестованными значениями массовых долей азота (белка) и массовой доли влаги [27–29]. СО разработаны при участии специалистов лаборатории 241 Медведевских М.Ю., Крашенинина М.П., Сергеева А.С., Шохина О.С. При десятках групп пищевой продукции, подвергаемой контролю по показателям массовой доли

влаги и массовой доли азота (белка), номенклатура выпускаемых СО недостаточна. В этой связи УНИИМ планирует продолжать разработку СО в данном направлении. Перспективным также является разработка референтной методики определения содержания жира в пищевых продуктах, поскольку содержание жира является вторым после азота показателем пищевой ценности.

Разработанные СО пищевых продуктов УНИИМ успешно применяются при проведении межлабораторных сравнительных испытаний, результаты которых демонстрируют положительное влияние внедрения СО пищевых продуктов в практику испытательных лабораторий, в том числе в части формирования условий для получения сопоставимых результатов измерений между лабораториями.

Стандартные образцы почвы и воды

Первыми СО состава почв для испытательных лабораторий области экологического мониторинга, разработанными специалистами УНИИМ и организаций «Марийский университет» и «ЦИНАО» в 1978 году, являлись ГСО 1364–78 СО состава дерново-подзолистой почвы (САДПП-1), ГСО 1365–78 СО состава черноземной почвы (САЧП-01), ГСО 1366–78 СО состава сероземной почвы (САСП-01). С 1978 по 2015 год УНИИМ разработано 20 типов СО состава почв и горных пород, в том числе 17 ГСО совместно с ГНУ СибНИИЗХим СО РАСХН, ФГУП «ВИРГ-Рудгеофизика», ОАО «Карельский окатыш». Аттестованными характеристиками указанных СО являлись массовая доля элементов, кислотность, гидролитическая кислотность, обменная кислотность, рН солевой вытяжки и другие показатели. СО предназначены для метрологического обеспечения измерений в области экологического мониторинга и геологоразведки.

Одним из важных направлений деятельности УНИИМ с 2000 года является создание СО минерального состава природной воды. В перечень показателей, характеризующих степень загрязнения питьевой воды, природных и сточных вод, входит большое число неорганических анионов и металлов, имеющих природное и техногенное происхождение. Химический анализ проб воды водных объектов является одним из наиболее массовых видов экологического контроля состояния окружающей среды. Достоверность выводов по результатам подобного контроля зависит от точности выполняемых измерений. Наиболее эффективным способом контроля точности является анализ СО, близких по составу к анализируемым объектам. В отличие от веществ и материалов

стабильного состава создать СО на основе естественной воды практически невозможно. Удобным выходом является создание материалов-имитаторов, растворы которых в дистиллированной воде были бы близки по минеральному составу к соответствующим типам вод.

Начало работ по созданию СО состава вод природных датируется 2001 годом, когда в УНИИМ был создан первый ГСО 7886–2001 СО минерального состава воды природной (СО МСВ А1). Материал СО представляет собой механическую смесь минеральных и органических водорастворимых реактивов и особо чистых веществ. При выборе реактивов принимают во внимание растворимость в воде, устойчивость состава каждого вещества, отсутствие взаимодействия между веществами после смешивания в сухом виде и после растворения в воде, бесцветность получаемого раствора и другие факторы. В качестве основы, как правило, используется смесь нескольких водорастворимых веществ с большими значениями предельно допустимых концентраций (ПДК) компонентов в природной воде и химической инертностью по отношению к другим компонентам материала СО. Массовая доля основного вещества в каждом исходном веществе устанавливается методом визуального или потенциометрического титрования по аттестованной методике измерений с применением СО исходных химических веществ.

Каждый экземпляр СО представляет собой точную навеску вещества, которая предназначена для получения 1 дм³ раствора путем растворения в дистиллированной воде. Состав растворов СО близок к минеральному составу природной воды. Срок годности экземпляров СО минерального состава воды составляет – в зависимости от типа – от одного до пяти лет при хранении в упаковке в сухом помещении. Установление значений метрологических характеристик СО проводится по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления. Метрологическая прослеживаемость аттестованных значений СО минерального состава воды достигается:

- использованием при установлении степени чистоты веществ, входящих в состав материала СО, стандартных образцов исходных химических веществ, аттестованных на ГЭТ 176–2013;

- применением в процессе отбора навесок исходных веществ и при расфасовке материала СО весов класса точности I (специальный) по ГОСТ Р 53228–2008 и поверенной мерной посуды.

СО минерального состава природной воды предназначены для контроля точности результатов измерений показателей состава питьевой, природной поверхностной и очищенной сточной воды. СО могут быть использованы

для аттестации методик измерений. Воспроизводимость аттестованных значений каждой выпущенной партии СО обязательно проходит экспериментальную проверку в нескольких аккредитованных лабораториях. Начиная с 2001 года УНИИМ создано 12 СО минерального состава воды природной. Перечень СО минерального состава воды, выпускаемых УНИИМ, приведен в табл. 2. Вклад в разработку перечисленных выше СО внесли специалисты УНИИМ Горяева Л.И. и Фаткулина Э.К.

Другим СО состава воды, разработанным в УНИИМ, является СО массовой концентрации активного хлора в воде ГСО 10138–2012. Особенностью данного СО является возможность его применения для метрологического обеспечения средств измерений, основанных на фотометрических, титриметрических и других методах анализа, в отличие от СО имитаторов хлора ГСО 7104–7106–94, ГСО 8203–2003, которые предназначены для градуировки анализаторов, основанных на методе йодометрического титрования [30]. Определение метрологических характеристик разработанных СО проведены с привлечением ГЭТ 173–2013 и ГВЭТ 176-1–2010, что позволило одновременно обеспечить высокую точность и прослеживаемость данных типов СО [26]. Разработка ГСО 10138–2012 проведена специалистами УНИИМ Медведевских М.Ю., Крашенининой М.П.

Перспективой разработки СО состава вод и почв является создание матричных СО, включающих в качестве аттестованных характеристик массовую долю полиароматических углеводородов, полихлорированных бифенилов, пестицидов, гербицидов и других органических соединений.

Стандартные образцы стабильных изотопных материалов

Стандартные образцы изотопного состава веществ и материалов выполняют важную роль в метрологическом обеспечении измерений в области атомной промышленности, а также при экологическом мониторинге в рамках определения радионуклидов в объектах окружающей среды, пищевом сырье. До 2000 года номенклатура СО изотопного состава веществ и материалов, разработанных при участии специалистов УНИИМ и ФГУП «Комбинат «Электрохимприбор» включала: ГСО 7548–99 СО изотопного состава кальция углекислого, обогащенного изотопом ^{40}Ca , ГСО 7549–99 СО изотопного состава стронция углекислого, обогащенного изотопом ^{88}Sr , ГСО 7550–99 СО изотопного состава таллия (III) оксида, обогащенного изотопом ^{205}Tl , ГСО

7701–99 СО изотопного состава кальция углекислого, обогащенного изотопом ^{48}Ca . В 2007 году УНИИМ совместно с ФГУП «ВНИИТФА» разработали ГСО 8900–2007 СО состава кислоты борной природного изотопного состава (БКП), предназначенного для поверки, калибровки концентратометров бора типа ОКБ, НАР и др., а также контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; для метрологической аттестации методик измерений изотопного состава бора масс-спектрометрическим методом и массовой доли основного вещества в борной кислоте природного изотопного состава и меченой изотопом бор-10.

С 2010 года УНИИМ ведет комплекс мероприятий по созданию СО изотопного состава элементов в растворе. Актуальность разработки СО изотопного состава связана с необходимостью метрологического обеспечения метода масс-спектрометрии с изотопным разбавлением – метода, признанного в качестве первичного наряду с гравиметрией, титриметрией, кулонометрией и др. Консультативным комитетом по количеству вещества (CCQM) МБМВ [15]. Отсутствие необходимой номенклатуры СО изотопного состава веществ в России существенно ограничивает применение указанного метода. В 2012–2013 годах в УНИИМ проведены первые работы по созданию ГСО 10273–2013 СО изотопного состава никеля, обогащенного изотопом ^{60}Ni в азотнокислом растворе, и ГСО 10274–2013 СО изотопного состава свинца, обогащенного изотопом ^{206}Pb в азотнокислом растворе.

К 2015 году коллекция СО изотопного состава металлов в растворе УНИИМ включает четыре стандартных образца (табл. 2). При создании СО измерения изотопного состава элементов проводили на масс-спектрометре, входящем в состав ГВЭТ 196-1–2012. Метрологическая прослеживаемость аттестованного значения СО – массовой доли элемента в растворе – к единице массовой доли, воспроизводимой ГЭТ 176–2013, реализуется посредством прямых измерений на ГВЭТ 196-1–2012 в соответствии с ГОСТ Р 8.735.1–2014 [31]. Прослеживаемость аттестованных значений СО – атомной доли изотопов элемента – к единице атомной доли реализуется посредством применения справочных данных IUPAC [32]. Учитывая существенную потребность в СО в ближайшее время планируется создание новых СО обогащенного изотопного состава хрома, таллия, магния, стронция, рубидия, меди, цинка и др.

Одновременно с разработкой указанных СО УНИИМ ведет работы по опробованию и реализации метода масс-спектрометрии с изотопным разбавлением

с применением разработанных СО, а также при проведении испытаний СО в целях утверждения типа СО. Метод масс-спектрометрии с изотопным разбавлением с применением разработанных ГСО обогащенного изотопного состава никеля, свинца, кадмия, серебра успешно опробован УНИИМ при проведении измерений массовой доли элементов в чистых металлах в рамках международных сличений, организованных ССQM МБМВ. В работах по созданию СО изотопного состава элементов участвовали специалисты отдела 25 ГССО (группа научно-исследовательских и методических работ) в лице специалистов Осинцевой Е.В., Кремлевой О.Н., Студенок В.В., Бухаровой А.В., а также ведущего инженера лаборатории 251 УНИИМ Табатчиковой Т.Н.

Стандартные образцы Банка (хранилища) контрольных экземпляров стандартных образцов

Банк (хранилище) контрольных экземпляров стандартных образцов (далее – Банк СО) создан УНИИМ в рамках реализации положения [8]. Цели ведения Банка (хранилища) контрольных экземпляров стандартных образцов [9]:

- формирование фонда СО, имеющих установленную метрологическую прослеживаемость к единицам СИ;
- обеспечение потребности испытательных лабораторий в СО, имеющих установленную метрологическую прослеживаемость, в рамках осуществления мероприятий по реализации метрологической прослеживаемости к единицам величин, воспроизводимым эталонами единиц величин;
- формирование фонда контрольных экземпляров СО утвержденных типов.

По состоянию на 2015 год Банк СО включает более 95 типов СО. На рис. 6 приведены общие сведения о СО.

Учитывая высокую потребность лабораторий России в СО, в рамках функционирования Банка СО НМЦ ГССО УНИИМ обеспечивает потребности лабораторий в СО необходимой номенклатуры, имеющих установленную метрологическую прослеживаемость и включенных в Базу данных КСДВ МБМВ как средства передачи измерительных возможностей эталонов единиц величин государств.

Заключение

НМЦ ГССО УНИИМ является одним из ведущих разработчиков и изготовителей в России утвержденного типа СО состава и свойств веществ и материалов. Основная задача СО УНИИМ – передача единицы величины от государственных эталонов единиц величин, обеспечение метрологической прослеживаемости и точности измерений. Потребителями СО УНИИМ являются более 1500 организаций и предприятий черной, цветной металлургии, атомной, химической, пищевой, строительной промышленности, сельского хозяйства, лаборатории экологического мониторинга, клинической диагностики, ветеринарии России и стран СНГ. УНИИМ постоянно расширяет номенклатуру выпускаемых СО, а также поставляемых СО отечественного и зарубежного производства в зависимости от потребности и запросов лабораторий. Все СО, поставляемые УНИИМ, являются СО утвержденных типов и предназначены для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений. Задача УНИИМ, в том числе как НМЦ ГССО, – работа с изготовителями, потребителями СО по вопросам создания новых типов СО, методической помощью по разработке СО различных категорий на предприятиях. Сотрудничество предприятий с НМЦ ГССО УНИИМ позволяет решать все необходимые задачи, связанные с метрологическим обеспечением измерений на основе СО.

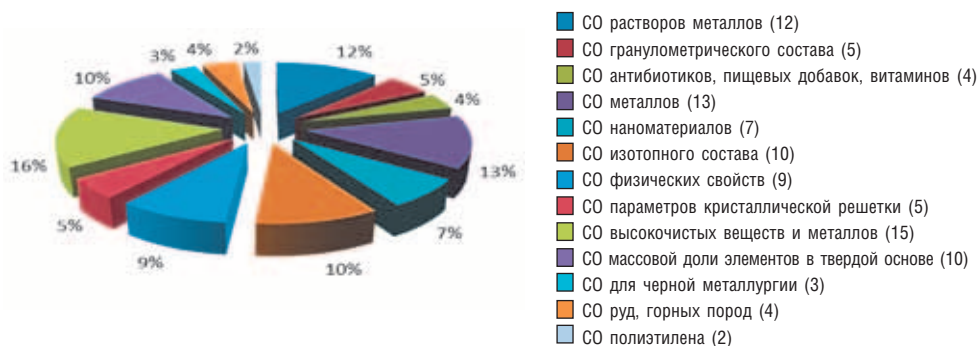


Рис. 6. Номенклатура СО Банка (хранилища) контрольных экземпляров стандартных образцов (цифрами указано количество типов СО)

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий (ISO/IEC 17025:2005 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories (IDT)). М.: Стандартинформ, 2009. 36 с.
2. Mutual Recognition Arrangement (MRA) // BIMP [сайт]. URL: <http://www.bipm.org/en/cipm-mra/cipm-mra-text> (дата обращения: 20.06.2015).
3. Joint BIPM, OIML, ILAC and ISO declaration metrological traceability, 9th November 2011 // BIMP [сайт]. URL: http://www.bipm.org/en/worldwide-metrology/bipm-oiml-ilac-iso_joint_declaration.html (дата обращения: 20.06.2015).
4. Об обеспечении единства измерений: федер. закон Рос. Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ (в ред. Федерального закона от 21.07.2014 № 254-ФЗ): принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 11 июня 2008 года: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 18 июня 2008 г. // Федер. информац. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: http://www.fundmetrology.ru/depositary/01_npa/102-fz.pdf (дата обращения: 20.06.2015).
5. Об утверждении Критериев аккредитации, перечня документов, подтверждающих соответствие заявителя, аккредитованного лица критериям аккредитации, и перечня документов в области стандартизации, соблюдения требований которых заявителями, аккредитованными лицами обеспечивает их соответствие критериям аккредитации: приказ Минэкономразвития РФ от 30 мая 2014 г. № 326 (Москва) // Рос. газета. – 2014. – 27 авг. URL: <http://www.rg.ru/2014/08/27/akkreditacia-dok.html> (дата обращения: 20.06.2015).
6. ISO Guide 33:2015 Reference materials – Good practice in using reference materials // ISO [сайт]. URL: http://www.iso.org/iso/home/store/catalogue_tc/catalogue_detail.htm?csnumber=46212 (дата обращения: 20.06.2015).
7. Об утверждении Положения о Государственной службе стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов: пост. Рос. Федерации от 2 ноября 2009 г. № 884 (в ред. пост. Правительства РФ от 4 сентября 2012 г. N 882) // Федер. информац. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: http://www.fundmetrology.ru/depositary/01_npa/pp884_02112009.pdf (дата обращения: 20.06.2015).
8. Об организации работ по обеспечению деятельности Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов: приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 ноября 2009 г. № 4345 // Вестник Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии. – 2009. – № 12.
9. *Осинцева Е.В.* Задачи и функции ФГУП «УНИИМ» – Научного методического центра Государственной службы стандартных образцов // Стандартные образцы. 2012. № 3. С. 15–40.
10. *Осинцева Е.В., Медведевских С.В.* О деятельности Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов Российской Федерации // Стандартные образцы. 2015. № 2. С. 4–30.
11. База данных калибровочных и измерительных возможностей Международного бюро мер и весов // BIPM [сайт]. URL: www.kcdb.bipm.org/AppendixC/default.asp (дата обращения: 10.06.2015).
12. ISO Guide 30:2015 Reference materials – Terms and definitions used in connection with reference materials / ISO [сайт] URL: <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:guide:30:ed-3:v1:en> (дата обращения: 20.06.2015).
13. ISO Guide 31:2000 Reference materials – Contents of certificates and labels // ISO [сайт]. URL: <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:guide:31:ed-2:v1:en> (дата обращения: 20.06.2015).
14. ISO Guide 34:2009 General requirements for the competence of reference material producers // ISO [сайт]. URL: http://www.iso.org/iso/home/store/catalogue_tc/catalogue_detail.htm?csnumber=50174 (дата обращения: 20.06.2015).
15. ISO Guide 35:2006 Reference Material – General and statistical principles for certification // ISO [сайт]. URL: http://www.iso.org/iso/home/store/catalogue_tc/catalogue_detail.htm?csnumber=50174 (дата обращения: 20.06.2015).
16. ГОСТ 8.558–2009 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений температуры. М.: Стандартинформ, 2012. 15 с.
17. Государственный первичный эталон единиц мощности магнитных потерь / Т.И. Маслова [и др.] // Измерительная техника. 2013. № 9. С. 3–5.
18. ГОСТ Р 8.799–2012 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений мощности магнитных потерь в магнитомягких материалах. М.: Стандартинформ, 2014. 10 с.
19. *Казанцев В.В.* Государственный эталон единицы поверхностной плотности покрытий ГЭТ 168–2005 // Главный метролог. 2009. № 4.
20. ГОСТ Р 8.612–2011 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений поверхностной плотности покрытий в диапазоне от 0,0001 до 1,000 кг/м². М.: Стандартинформ, 2014. 8 с.
21. *Казанцев В.В., Васильев А.С.* Исследование методов и средств создания многопараметрических стандартных образцов состава и свойств покрытий // Стандартные образцы. 2014. № 1. С. 42–46.
22. Создание стандартных образцов состава, толщины и поверхностной плотности нанопокрывтий пермаллоя на кремнии / Е.П. Собина. [и др.] // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. № 8. С. 64–68.
23. ГОСТ Р 8.735.0–2011 Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Основные положения. М.: Стандартинформ, 2012. 11 с.

24. Технический регламент на молоко и молочную продукцию: федер. закон Рос. Федерации от 12 июня 2008 г. № 88-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 23 мая. 2008 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 30 мая 2008 г. // Рос. газета. – 2008. – 20 июня.
25. Технический регламент на масложировую продукцию: федер. закон Рос. Федерации от 24 июня 2008 г. № 90-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 11 июня. 2008 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 18 мая 2008 г. // Рос. газета. – 2008. – 28 июня.
26. Государственный первичный эталон единиц массовой доли и массовой концентрации влаги в твердых веществах и материалах / В.В. Горшков. [и др.] // Измерительная техника. 2010. № 4. С. 24–27.
27. Оценка метрологических характеристик стандартного образца состава молока сухого с использованием первичного и вторичного государственных эталонов / М.П. Крашенинина. [и др.] // Измерительная техника. 2013. № 9. С. 67–71.
28. Создание стандартного образца состава глицина / М.П. Крашенинина. [и др.] // Стандартные образцы. 2015. № 1. С. 23–31.
29. Разработка стандартных образцов массовой доли влаги и белка в зерне и зернопродуктах / В.И. Коряков. [и др.] // Измерительная техника. 2011. № 10. С. 62–65.
30. Development of certified reference material of mass concentration of active chlorine in water and its application for interlaboratory comparison / M. Krasheninina [et al.] // Accreditation and Quality Assurance. 2015. Vol. 20. Issue 3. P. 171–178.
31. ГОСТ Р 8.735.1–2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Передача единиц от государственного первичного эталона на основе кулонометрии. М.: Стандартинформ, 2015. 16 с.
32. Atomic weights of the elements: Review 2000 / J. R. de Laeter [и др.] // Pure Appl. Chem. 2003. Vol. 75. No. 6. Pp. 683–800. URL: <http://dx.doi.org/10.1351/pac200375060683> (дата обращения: 03.06.2015).
33. Каталог стандартных образцов утвержденных типов // ФГУП «УНИИМ» [сайт]. URL: www.uniim.ru/catalogue_so.pdf (дата обращения: 03.06.2015).

REFERENCE MATERIALS SYSTEM OF SCIENTIFIC METHODOICAL CENTRE OF STATE SERVICE OF REFERENCE MATERIALS FOR COMPOSITION AND PROPERTIES OF SUBSTANCES AND MATERIALS URAL RESEARCH INSTITUTE FOR METROLOGY

E.V. Osinseva, S.T. Agisheva, E.M. Gorbunova, L.I. Gorjaeva, A.S. Zaporozhec,
V.M. Zyskin, V.V. Kazancev, M.P. Krasheninina, O.N. Kremliva, T.I. Maslova, M.Ju. Medvedevskih,
V.N. Sennikov, E.P. Sobina, A.V. Sobina, G.I. Terent'ev, A.Ju. Shimolin

Ural Research Institute for Metrology (UNIIM)
ulitsa Krasnoarmeiskaia, 4, Ekaterinburg, 620000, Russian Federation
E-mail: ev_osinseva@mail.ru

Since 1960s UNIIM performs research in the field of needs in reference materials of composition and properties of substances and materials (RM) as well as develops it. During the research UNIIM has developed 757 types of RMs for metrological measurement assurance of factors of composition and properties of substance and materials for test laboratories of chemical, pharmaceutical, fuel, food industry, agriculture, metallurgy and ecological monitoring laboratories. List of RMs enlarges thanks to development of UNIIM standards and transmission measurement facility from State standards of units. Taking into account the actual requirements in the field of measurements, the UNIIM's key destination is to assure the accuracy and the metrological traceability of measurements. The present-day system of RMs to be developed in UNIIM includes RMs of composition of inorganic and organic compounds and their solutions, fuels, stable isotopic materials, water, grounds, food products, biomaterials, nanomaterials, metals, alloys and other materials of ferrous and non-ferrous industry, RMs of properties (thermodynamic, magnetic, physical-chemical, technical) of substances and materials. The present article considers history of RMs list development which were created by UNIIM and the strategy of this direction.

Key words: reference materials, State Service of Reference Materials for Composition and Properties of Substances and Materials, State register of approved RM types, inorganic compounds, solutions, organic compounds, metals, surface density, coating thickness, moisture, magnetic properties, thermodynamic properties, physical and chemical properties, grounds, rocks, foods, water, thermoelectric properties, electric properties, petroleum products, fuel, isotopic compounds of materials, nanomaterials, sorption properties of substance and material porosity, biological materials.

✓ **When quoting reference:** Osinseva E.V., Agisheva S.T., Gorbunova E.M., Gorjaeva L.I., Zaporozhec A.S., Zyskin V.M. et al. Sistema standartnykh obraztsov nauchnogo metodicheskogo tsentra Gosudarstvennoj sluzhby standartnykh obraztsov sostava i svojstv veshchestv i materialov FGUP «UNIIM» [Reference materials system of scientific methodical centre of state service of reference materials for composition and properties of substances and materials. Ural research institute for metrology]. *Standartnye obraztsy – Reference materials*, 2015, No. 2, pp. 31–55. (In Russian).

REFERENCES:

1. GOST ISO/MEK 17025-2009 Obshchie trebovaniia k kompetentnosti ispytatel'nykh i kalibrovochnykh laboratorij [(ISO/IEC 17025:2005 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories (IDT)]. Moscow, Standartinform, 2012, 36 p. (In Russian).
2. Mutual recognition of national measurement standards and of calibration and measurement certificates issued by national metrology institutes (2003). Available at: www.bipm.org/en/cipm-mra/cipm-mra-text/ [accessed 10 June 2015].
3. Joint BIPM, OIML, ILAC and ISO Declaration Metrological Traceability, 9th November 2011. Available at: http://www.bipm.org/en/worldwide-metrology/bipm-oiml-ilac-iso_joint_declaration.html [accessed 20 May 2015].
4. Federal'nyj zakon ot 26 iyunia 2008 g. № 102-FZ “Ob obespechenii edinstva izmerenii” [Federal law “On ensuring the uniformity of measurements” No. FZ-102 of 26/06/2008]. Moscow. (In Russian).
5. Order of the Ministry of Economic Development and Trade No. 326 of 30/05/2014 “On approval the accreditation criteria, document list to confirm the applicant’s correspondence, accredited person to the accreditation criteria and document list in the field of standardization to ensure accreditation criteria”.
6. ISO Guide 33:2015 Reference materials – Good practice in using reference materials. (2015) www.iso.org/iso/home/store/catalogue_tc/catalogue_detail.htm?csnumber=46212 [accessed 10 June 2015].
7. Decree of the Government of the Russian Federation No. 884 of 02/11/2009 “On statement approval for State Service of Reference Materials for Composition and Properties of Substances and Materials.
8. Order of the Federal Agency on Technical Regulating and Metrology No. 4345 of 30/11/2009 “On work organization for activity assurance of State Service of Reference Materials for Composition and Properties of Substances and Material”.
9. Osintseva E.V. Zadachi i funktsii FGUP «UNIIM» – Nauchnogo metodicheskogo tsentra Gosudarstvennoj sluzhby standartnykh obraztsov [Tasks and functions of FGUP “UNIIM” – Scientific and Methodical Centre of Reference Material State Service]. *Standartnye obraztsy – Reference materials*, 2012. No. 3. pp. 15-40.
10. Osintseva E.V., Medvedevskikh S.V., Kremleva O.N. O deiatel'nosti Gosudarstvennoj sluzhby standartnykh obraztsov sostava i svojstv veshchestv i materialov Rossijskoj Federatsii [About activity of the State Service of Reference Materials for Composition and Properties of Substances and Material]. *Standartnye obraztsy – Reference materials*, 2015, No. 2, pp. 4–30.
11. Calibration and Measurement Capabilities – CMCs. Available at: www.kcdb.bipm.org/AppendixC/default.asp [accessed 10 June 2015].
12. ISO Guide 30:2015 Reference materials – Terms and definitions used in connection with reference materials. (2015). Available at: www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:guide:30:ed-3:v1:en [accessed 10 June 2015].
13. ISO Guide 31:2000 Reference materials – Contents of certificates and labels. Available at: <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:guide:31:ed-2:v1:en> [accessed 10 June 2015].
14. ISO Guide 34:2009 General requirements for the competence of reference material producers. (2009). Available at: www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:guide:34:ed-3:v1:ru [accessed 10 June 2015].
15. ISO Guide 35:2006 Reference Material – General and statistical principles for certification. (2006). Available at: www.iso.org/obp/ui/ru/#iso:std:iso:guide:35:ed-3:v1:ru [accessed 10 June 2015].
16. GOST 8.558–2009 GSI. Gosudarstvennaia poverochnaia skhema dlia sredstv izmerenij temperatury [State system for ensuring the uniformity of measurements. State verification schedule for means measuring temperature]. Moscow, Standartinform, 2012, 15 p. (In Russian).
17. Maslova T.I., Maliuk V.P., Didik Iu.I., Malygin M.A. Gosudarstvennyj pervichnyj etalon edinits moshchnosti magnitnykh poter' [State primary standard of units of the magnetic loss capacity]. *Izmeritel'naia tekhnika – Measurement Techniques*, 2013, No. 9, pp. 3–5. (In Russian).

18. GOST R 8.799–2012 GSI. Gosudarstvennaia poverochnaia skhema dlia sredstv izmerenii poverkhnostnoi moshchnosti magnitnykh poter' v magnitomiagkikh materialakh [State system for ensuring the uniformity of measurements. State verification schedule for means measuring the magnetic loss power of soft magnetic materials]. Moscow, Standartinform, 2014, 10 p. (In Russian).
19. Kazantsev V.V. Gosudarstvennyi etalon edinitsy poverkhnostnoi plotnosti pokrytii GET 168–2005 [State standard of unit of area density of covers GET 168–2005]. *Glavnyi metrolog – Legal and Applied Metrology*, 2009, No. 4. (In Russian).
20. GOST R 8.612–2011 GSI. Gosudarstvennaia poverochnaia skhema dlia sredstv izmerenij poverkhnostnoj plotnosti pokrytij v diapazone ot 0,0001 do 1,000 kg/m² [State system for ensuring the uniformity of measurements. State verification schedule for means of measuring the surface density of coating in the range from 0.0001 to 1.000 kg/m²]. Moscow, Standartinform, 2014, 8 p. (In Russian).
21. Kazantsev V.V., Vasil'ev A.S. Issledovanie metodov i sredstv sozdaniia mnogoparametricheskikh standartnykh obraztsov sostava i svoistv pokrytij [The study of methods and tools for production of multi-parameter reference materials for composition and properties of coatings]. *Standartnye obraztsy – Reference materials*, 2014, No. 1, pp. 42–46. (In Russian).
22. Sobina E.P., Medvedevskikh S.V., Kazantsev V.V., Vasil'ev A.S., Vas'kovskii V.O., Lepalovskii V.N. et al. Sozdanie standartnykh obraztsov sostava, tolshchiny i poverkhnostnoj plotnosti nanopokrytij permalloia na kremnii [Development of reference materials of composition, thickness and area density of permalloy nano-overs on silicon]. *Zavodskaiia laboratoria. Diagnostika materialov – Plant Laboratory. Diagnosis materials*, 2012, No. 8, pp. 64–68. (In Russian).
23. GOST R 8.735.0–2011 Gosudarstvennaia poverochnaia skhema dlia sredstv izmerenij sodержaniia komponentov v zhidkikh i tverdykh veshchestvakh i materialakh. Osnovnye položeniiia [State system for ensuring the uniformity of measurements State verification schedule for instruments measuring the content of components In liquid and solid media Basic principles]. Moscow, Standartinform, 2012, 11 p. (In Russian).
24. Technicheskij reglament na moloko i molochnuiu produkciiu: federalnyj zakon Rossiiskoj Federazii ot 12 iyunia 2008 g. No. 88-FZ [Federal law No. 88-FZ of 12/06/2008 “Technical regulation for milk and milk products”] // *Rossijskaia gazeta – Russian newspaper*. 2008. 20 June.
25. Technicheskij reglament na maslozhirovuiu produkciiu: federalnyj zakon Rossiiskoj Federazii ot 24 iyunia 2008 goda No. 90-FZ [Federal law No. 90-FZ of 24/06/2008 “Technical regulations for fat-and-oil products”] // *Rossijskaia gazeta – Russian newspaper*. 2008. 28 June.
26. Gorshkov V.V., Koriakov V.I., Medvedevskikh M.Iu., Medvedevskikh S.V. Gosudarstvennyj pervichnyj etalon edinits massovoi doli i massovoi kontsentratsii vlagi v tverdykh veshchestvakh i materialakh [State primary standard of units of mass fraction and content of moisture in solid substances and materials]. *Izmeritel'naia tekhnika – Measurement Techniques*, 2010, No. 4, pp. 24–27. (In Russian).
27. Krasheninina M.P., Medvedevskikh M.Iu., Medvedevskikh S.V., Neudachina L.K., Sobina E.P. Otsenka metrologicheskikh kharakteristik standartnogo obraztsa sostava moloka sukhogo s ispol'zovaniem pervichnogo i vtorychnogo gosudarstvennykh etalonov [Estimation of metrological characteristics of reference material of milk powder using primary and secondary state standards]. *Izmeritel'naia tekhnika – Measurement Techniques*, 2013, No. 9, pp. 67–71. (In Russian).
28. Krasheninina M.P., Neudachina L.K., Sergeeva A.S., Sobina E.P. Sozdanie standartnogo obraztsa sostava glitsina [Creation of certified reference material based on glycine]. *Standartnye obraztsy – Reference materials*, 2015, No.1, pp. 23–33. (In Russian).
29. Koriakov V.I., Medvedevskikh M.Iu., Medvedevskikh S.V., Parfenova E.G., Sobina E.P. Razrabotka standartnykh obraztsov massovoi doli vlagi i belka v zerne i zernoproduktakh [Development of reference materials of moisture content and protein in grain and grain products]. *Izmeritel'naia tekhnika – Measurement Techniques*, 2011, No. 10, pp. 62–65. (In Russian).
30. Krasheninina M., Medvedevskikh M., Sergeeva A., Golynets O. Development of certified reference material of mass concentration of active chlorine in water and its application for interlaboratory comparison. *Accreditation and Quality Assurance*, 2015, vol. 20, issue 3, pp. 171–178.
31. GOST R 8.735.1–2014 Gosudarstvennaia sistema obespecheniia edinstva izmerenij. Gosudarstvennaia poverochnaia skhema dlia sredstv izmerenij sodержaniia komponentov v zhidkikh i tverdykh veshchestvakh i materialakh. Peredacha edinits ot gosudarstvennogo pervichnogo etalona na osnove kulonometrii [State system for ensuring the uniformity of measurements. State verification schedule for instruments measuring the content of components in liquid and solid substances and materials. Transfer of the units from the State Primary Standard based on coulometry]. Moscow, Standartinform, 2015, 16 p. (In Russian).
32. De Laeter J.R., Böhlke J.K., de Bièvre P., Hidaka H., Peiser H.S., Rosman K.J.R., Taylor P.D.P. Atomic weights of the elements: Review 2000. *Pure Appl. Chem.*, 2003, vol. 75, No. 6, pp. 683–800. Available at: <http://dx.doi.org/10.1351/pac200375060683> [accessed 3 June 2015].
33. Katalog standartnykh obraztsov utverzhdenykh tipov [Catalogue of references materials of approved types] (2015). Available at: www.uniim.ru/catalogue_so.pdf [accessed 3 June 2015].