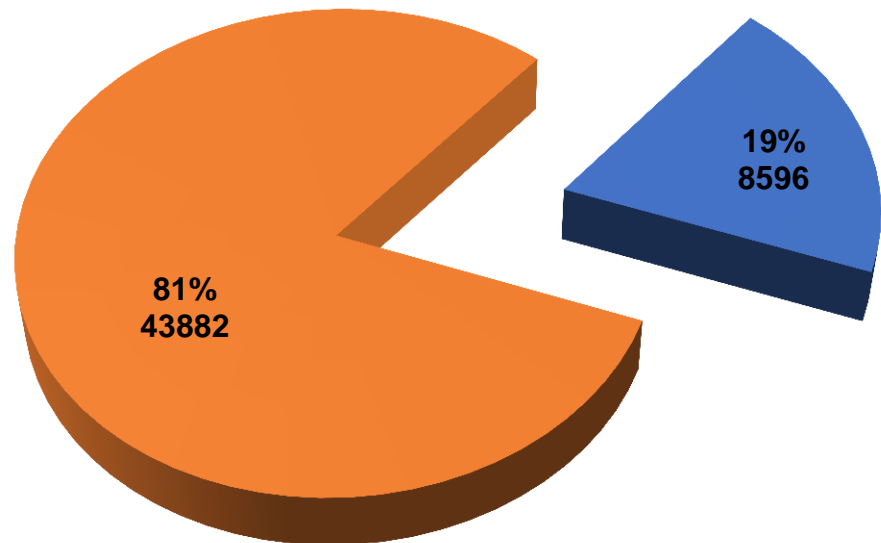


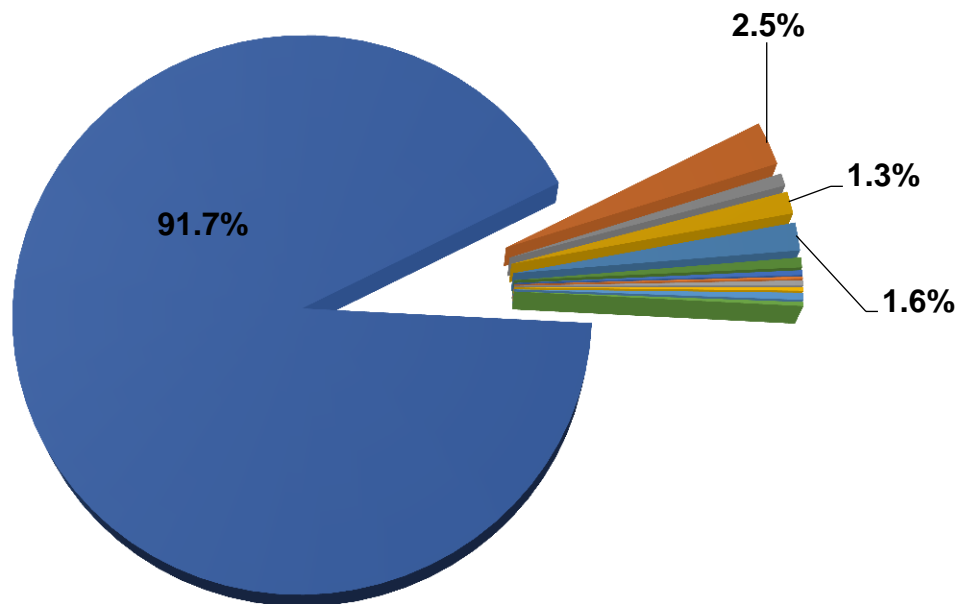
# Анализ и прогнозирование номенклатуры стандартных образцов. Научно-методическая и международная деятельность

Докладчик - Е.П. Собина, д.т.н., директор филиала,  
УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

# Анализ номенклатуры стандартных образцов, применяемых испытательными лабораториями по информации ФСА

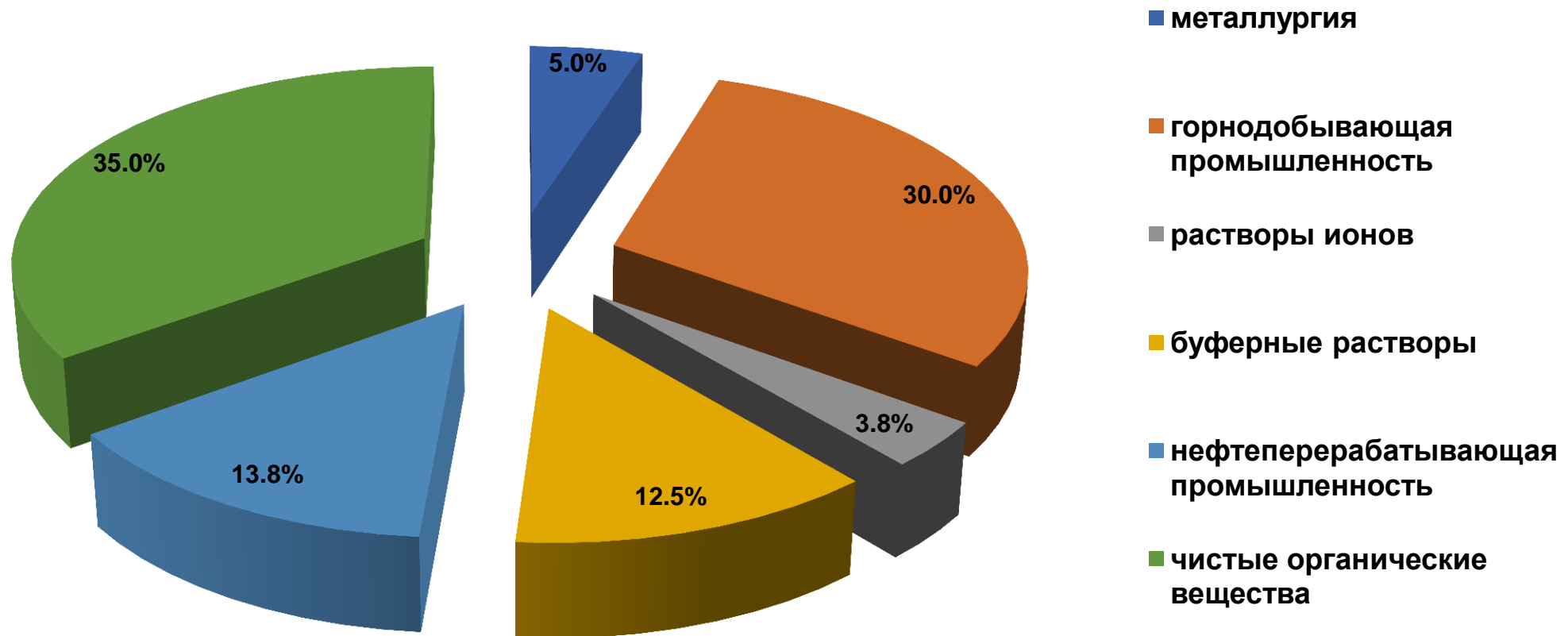


- СО зарубежного выпуска
- СО производства РФ



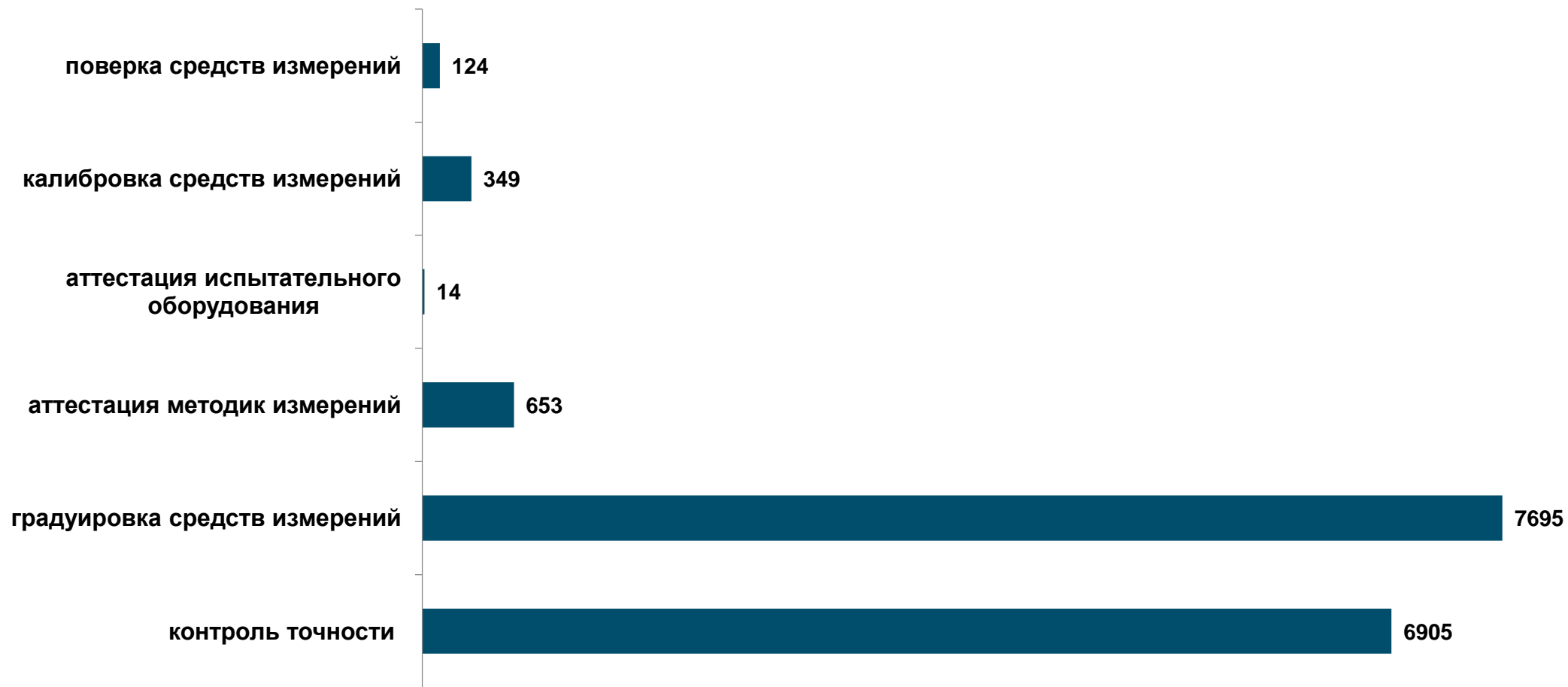
- чистые органические вещества
- растворы ионов
- сплавы, чистые металлы
- геология (руды, горные породы)
- нефтепродукты
- буферные растворы/стандарт-титры
- УЭП
- мутность
- микробиология
- токсины в продуктах питания
- ГМО
- прочее

# Области применения СО с наибольшими объемами потребления в год

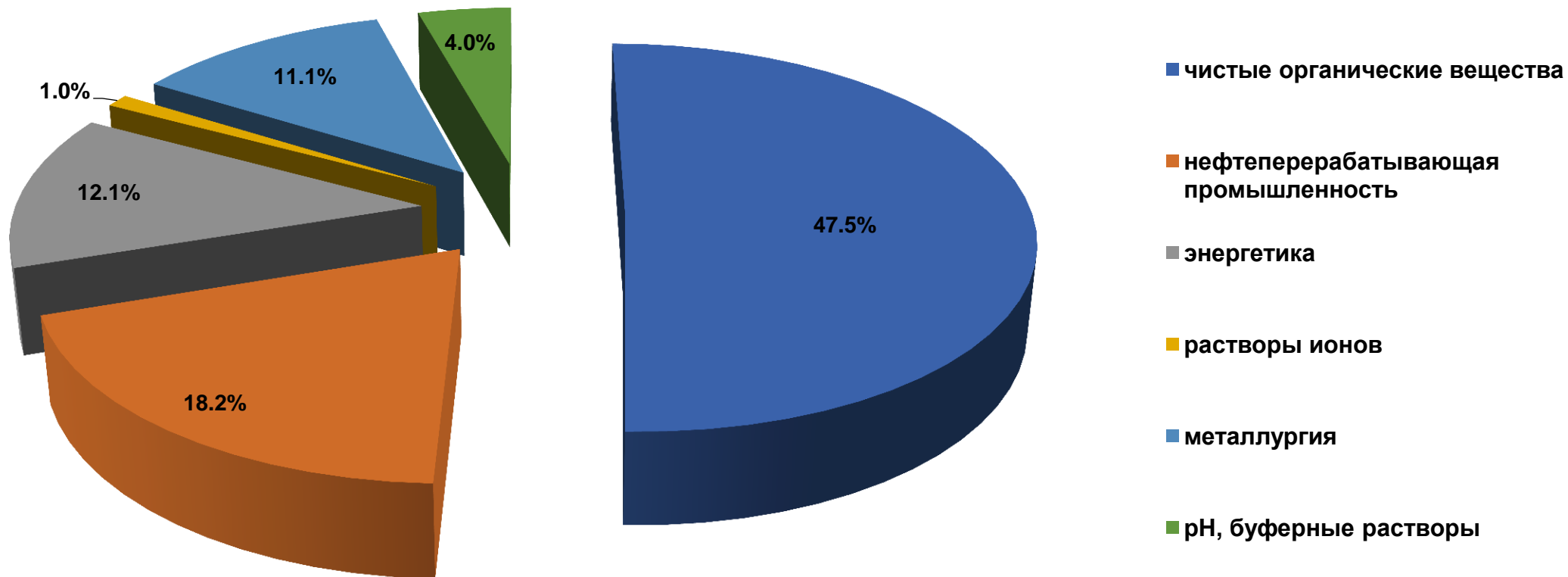


Потребление более 10 экземпляров в год

# Назначение СО зарубежного выпуска , применяемых испытательными лабораториями по информации ФСА

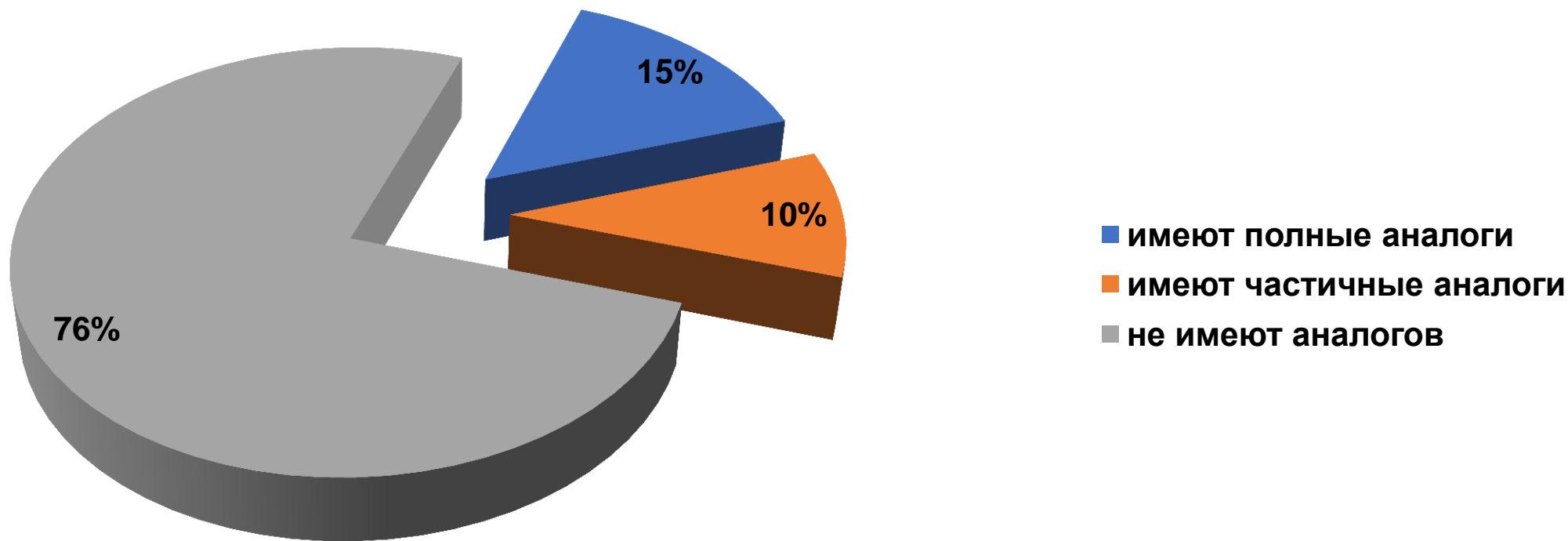


# Номенклатура стандартных образцов, применяемых для поверки, по информации, предоставленной испытательными лабораториями



Всего **124** наименования СО зарубежного выпуска, применяемых для поверки, по информации, предоставленной испытательными лабораториями

# Наличие в Госреестре СО аналогов стандартных образцов зарубежного выпуска, применяемых для поверки, по информации, предоставленной испытательными лабораториями



Всего **124** наименования СО зарубежного выпуска, применяемых для поверки, по информации, предоставленной испытательными лабораториями

# Наличие аналогов стандартных образцов зарубежного выпуска в реестре веществ (материалов), используемых при поверке

Всего **78 СО** состава **чистых веществ** и **буферных растворов** зарубежного выпуска, применяемых для поверки, по информации, предоставленной испытательными лабораториями. **12 из них имеют аналоги**

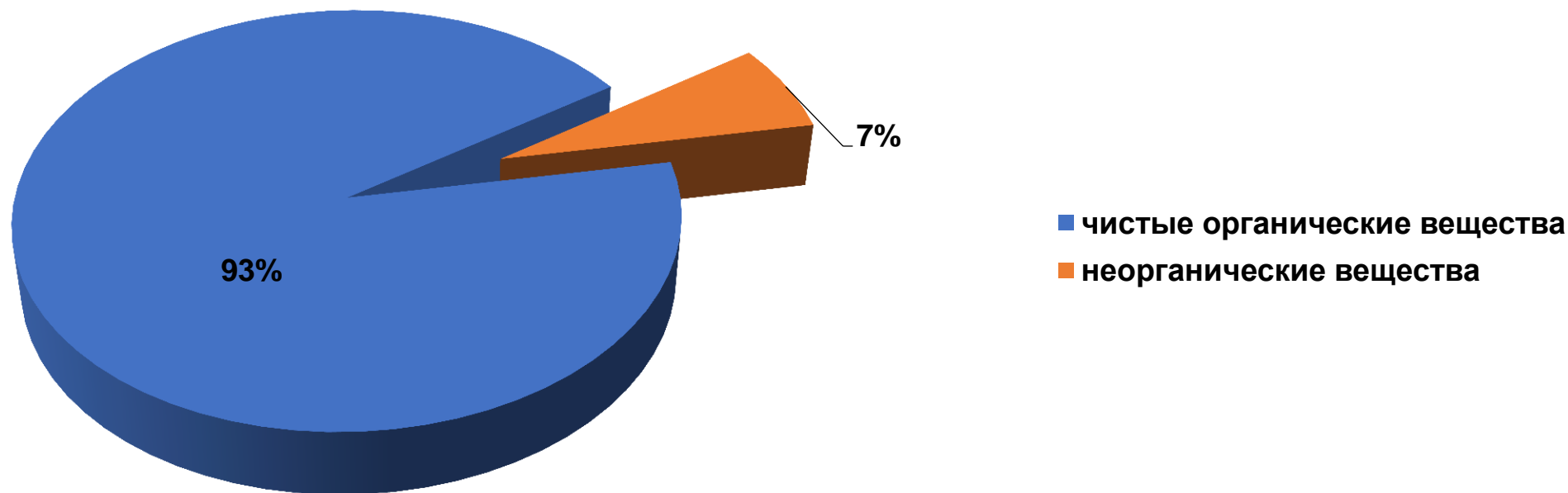
| Наименование СО                      | Производитель                         | Номер аналога в реестре веществ (материалов), используемых при поверке |
|--------------------------------------|---------------------------------------|--|
| Стандартный образец состава гептана  | НПО "Монокристаллреактив»,<br>Украина | PKT.27, PKT.201, PKT.199, PKT.209, PKT.200                             |
| Caffeine                             | Sigma-Aldrich, США                    | PKT.25, PKT.163  |
| Reserpine                            | Sigma-Aldrich, США                    | PKT.26   |
| Антрацен G171931                     | Dr.Ehrenstorfer, США                  | PKT.148  |
| Октафторнафталин ВСВР0147V           | Sigma-Aldrich, США                    | PKT.185  |
| Стандартный образец состава додекана | НПО "Монокристаллреактив»,<br>Украина | PKT.180  |
| Стандартный образец состава нонана   | НПО "Монокристаллреактив»,<br>Украина | PKT.182, PKT.203, PKT.202, PKT.174                                     |
| PARATHION-METHYL<br>PESTANAL 36187   | Sigma-Aldrich, США                    | PKT.212  |
| Буферные растворы, 4 наименования    | Mettler Toledo, Швейцария             | БРР.1  |

**66 СО состава чистых веществ и буферных растворов** зарубежного выпуска, применяемых для поверки, по информации, предоставленной испытательными лабораториями **не имеют** аналогов в реестре веществ (материалов), используемых при поверке

|                   |                            |         |
|-------------------|----------------------------|---------|
| Гексахлорбензол   | 4,4'-ДДД                   | ПХБ 28  |
| Альфа-ГХЦГ        | 2,4'-ДДТ                   | ПХБ 29  |
| Бета-ГХЦГ         | 4,4'-ДДТ                   | ПХБ 31  |
| Гамма-ГХЦГ        | ПХБ 138                    | ПХБ 52  |
| Дельта-ГХЦГ       | Метоксихлор                | ПХБ 74  |
| Эпсилон-ГХЦГ      | Мирекс                     | ПХБ 77  |
| Гептахлор         | Phenmedipham               | ПХБ 81  |
| ПХБ 52            | λ-cyhalothrin              | ПХБ 99  |
| Альдрин           | Metribuzin                 | ПХБ 101 |
| Изодрин           | Deltamethrin               | ПХБ 105 |
| цис-Гептахлор     | Imidacloprid               | ПХБ 110 |
| Оксихлордан       | Prometryn                  | ПХБ 118 |
| транс-Гептахлор   | Metsulfuron-methyl         | ПХБ 126 |
| цис-Хлордан       | Glyphosate                 | ПХБ 128 |
| 2,4'-ДДЕ          | 2,4-Д                      | ПХБ 138 |
| Альфа-Эндосульфан | Clodinafop-propargyl       | ПХБ 156 |
| транс-Хлордан     | Difenoconazol              | ПХБ 153 |
| 4,4' ДДЕ          | Clopyralid                 | ПХБ 166 |
| Дильдрин          | Propiconazole              | ПХБ 169 |
| 2,4'-ДДД          | Tribenuron-methyl          | ПХБ 170 |
| Эндрин            | МСРА                       | ПХБ 180 |
| бета-Эндосульфан  | Раствор ионов теллура (IV) | ПХБ 194 |



# Результаты опроса государственных региональных центров стандартизации, метрологии и испытаний (ФБУ ЦСМ)



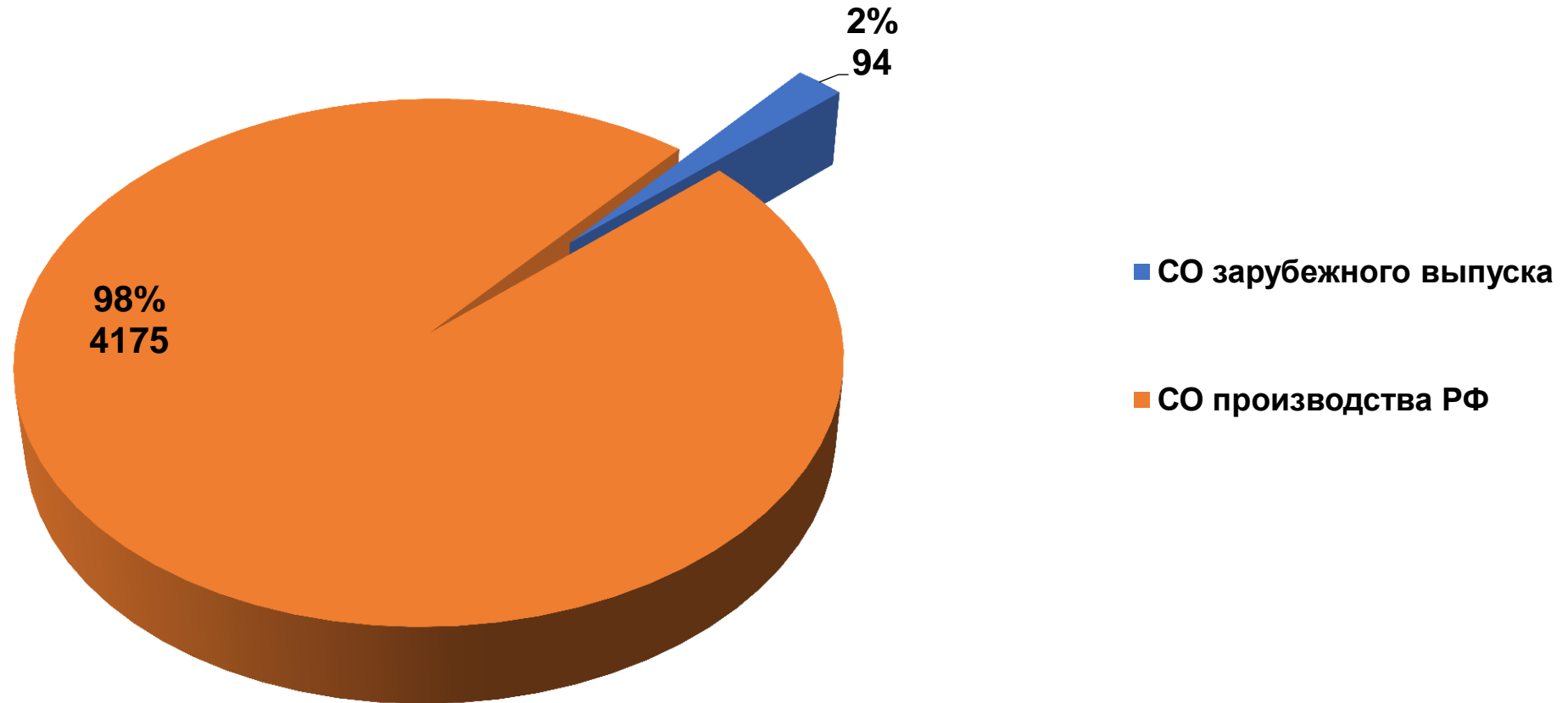
Всего **58** веществ, СО состава которых необходимы к разработке

## Разработка СО для обеспечения потребностей государственных региональных центров стандартизации, метрологии и испытаний (ФБУ ЦСМ)

|                              |                            |                    |
|------------------------------|----------------------------|--------------------|
| ацетонитрил                  | октан                      | ПХБ 28             |
| бензол                       | гексадекан                 | ПХБ 52             |
| гексахлорбензол              | тетрадекан                 | ПХБ 101            |
| октан                        | паратрион-метил            | ПХБ 118            |
| папаверина гидрохлорид       | линдан                     | ПХБ 138            |
| гликозилированный гемоглобин | кофеин                     | малатион в ацетоне |
| альфа-ГХЦГ                   | сахароза                   | аденозинтрифосфат  |
| бета- ГХЦГ                   | антрацен                   | йодат калия        |
| гептан                       | резерпин                   | сорбат калия       |
| гексан                       | п-нитрофенол               | сахаринат натрия   |
| додекан                      | общий органический углерод | ацесульфам К       |
| октафторнафталин             | натрий тетраборнокислый    | креатинин          |
| изооктан                     | глюкоза                    | мочевая кислота    |
| о-ксилол                     | мочевина                   | бисфенол А         |
| м-ксилол                     | натрий                     | фенол              |
| п-ксилол                     | калий                      | охратоксин         |
| метанол                      | фибродген                  | T2 токсин          |
| изобутанол                   | ПХБ 153                    | афлатоксины        |
| нонан                        | ПХБ 180                    |                    |
| хинин                        | родамин                    |                    |

Всего выпущено и ведется разработка **13** типов СО.

# Стандартные образцы зарубежного выпуска зарегистрированные в Госреестре СО



По состоянию на 11.04.2022 в Госреестре СО зарегистрировано **4269 действующих типа СО**, из них **94 типа СО** зарубежного выпуска

➤ **методические мероприятия по нормативному обеспечению процедур разработки и производства СО**

**ГОСТ Р ИСО 17034-2020** Общие требования к компетентности производителей стандартных образцов

Вступил в силу  
с 01 декабря 2021 г.

- **РМГ 52–2002** ГСИ. Общие методические рекомендации по применению положений ГОСТ 8.315–97 при разработке и применении стандартных образцов;
- **РМГ 53–2002** ГСИ. Стандартные образцы. Оценивание метрологических характеристик с использованием эталонов и образцовых средств измерений;
- **РМГ 55–2002** ГСИ. Стандартные образцы состава чистых органических веществ. Методы аттестации. Основные положения;
- **РМГ 56–2002** ГСИ. Комплекты стандартных образцов состава веществ и материалов. Методика взаимного сличения.

Отменены МГС.  
Ожидается приказ об отмене на территории РФ

- **ГОСТ ИСО Гайд 35** Стандартные образцы – Руководство по характеризации и оцениванию однородности и стабильности
- **ГОСТ 8.531** ГСИ. Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности
- **Р 50.2.031** ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Методика оценивания характеристики стабильности
- **ГОСТ 8.532** ГСИ. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация.
- **Взамен МИ 3300** Рекомендации по подготовке и оформлению материалов испытаний стандартных образцов в целях утверждения типа

Пересмотр – актуализация алгоритмов  
2022 – 2023 г.г.



# ГОСТ 8.531 ГСИ. Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности

## Оценивание однородности дисперсных материалов

Модель результатов измерений имеет вид:

$$x_{ij} = x + b_i + e_{ij}$$

$x$  - среднее содержание аттестуемого компонента в материале СО;

$b_i$  - отклонение содержания от среднего значения в  $i$ -ой пробе;

$e_{ij}$  - случайная погрешность измерения содержания в  $i$ -ой пробе при  $j$ -ом повторном измерении.

Несмещённой оценкой дисперсии, обусловленной неоднородностью СО могла бы служить разность

$$S_b^2 - \frac{S_e^2}{J}$$

но она не является положительно определённой и может принимать отрицательные значения.

Поэтому окончательно вычисляют оценку дисперсии, обусловленную неоднородностью содержания аттестуемого компонента в СО

$$\hat{\sigma}_b^2 = \max\left(S_b^2 - \frac{S_e^2}{J}, \frac{S_e^2}{J} \cdot \sqrt{\frac{2}{I \cdot (J - 1)}}\right)$$

# ГОСТ 8.531 ГСИ. Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности

## Оценивание однородности монолитных материалов

Модель результатов измерений имеет вид:

$$x_{ijn} = x + b_i + w_{ij} + e_{ijn} \quad i = \overline{1, I}, \quad j = \overline{1, J}, \quad n = \overline{1, N}$$

$x$

- среднее содержание аттестуемого компонента в материале СО;

$b_i$

- отклонение среднего содержания аттестуемого компонента в  $i$ -ом отобранном экземпляре СО от среднего значения в материале СО;

$w_{ij}$

- отклонение содержания аттестуемого компонента на  $j$ -ой аналитической поверхности от среднего значения в  $i$ -ом экземпляре СО;

$e_{ijn}$

- случайная погрешность  $n$ -ого повторного измерения содержания аттестуемого компонента на  $j$ -ой аналитической поверхности в  $i$ -ом экземпляре СО

$$\hat{\sigma}_w^2 = \max\left(S_w^2 - \frac{S_e^2}{N}, \frac{S_e^2}{N} \cdot \sqrt{\frac{2}{I \cdot (J-1)}}\right) = S_{мик}^2$$

$$\hat{\sigma}_b^2 = \max\left(S_b^2 - \frac{S_w^2}{J}, \frac{S_w^2}{J} \cdot \sqrt{\frac{2}{I \cdot (J-1)}}\right) = S_{мак}^2$$

$$S_h = \sqrt{S_{мак}^2 + S_{мик}^2}$$

# Р 50.2.031 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Методика оценивания характеристики стабильности

Модель результатов измерений имеет вид:

$$\tilde{X}_n = X(\tau_n) + \varepsilon_n = X_0 + a \cdot \tau_n + \varepsilon_n, \quad n = \overline{0, N-1}$$

$\tilde{X}_n$  - результат измерения аттестуемой характеристики СО в момент времени  $n$

$\varepsilon_n$  - случайная погрешность измерения в этот же момент времени

$\tilde{X}_0$  - результат, полученный при аттестации СО.

$$U(\tau) = \hat{\Delta}_T(\tau) = |\hat{a}| \cdot \tau + t_{p, N-2} \cdot S(\hat{X}(\tau))$$

$$|\hat{a}| \cdot \tau_{\text{годн}} + t_{p, N-2} \cdot S(\varepsilon) \cdot \sqrt{\frac{1}{N} + \frac{(\tau_{\text{годн}} - \bar{\tau})^2}{\sum_{n=0}^{N-1} (\tau_n - \bar{\tau})^2}} = \Delta_T = U(\tau)$$

# ГОСТ 8.532 ГСИ. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация



$$u_{char,r}^2 = u_{d,r}^2 + u_{cor,r}^2 + \delta_r^2 + \dots$$



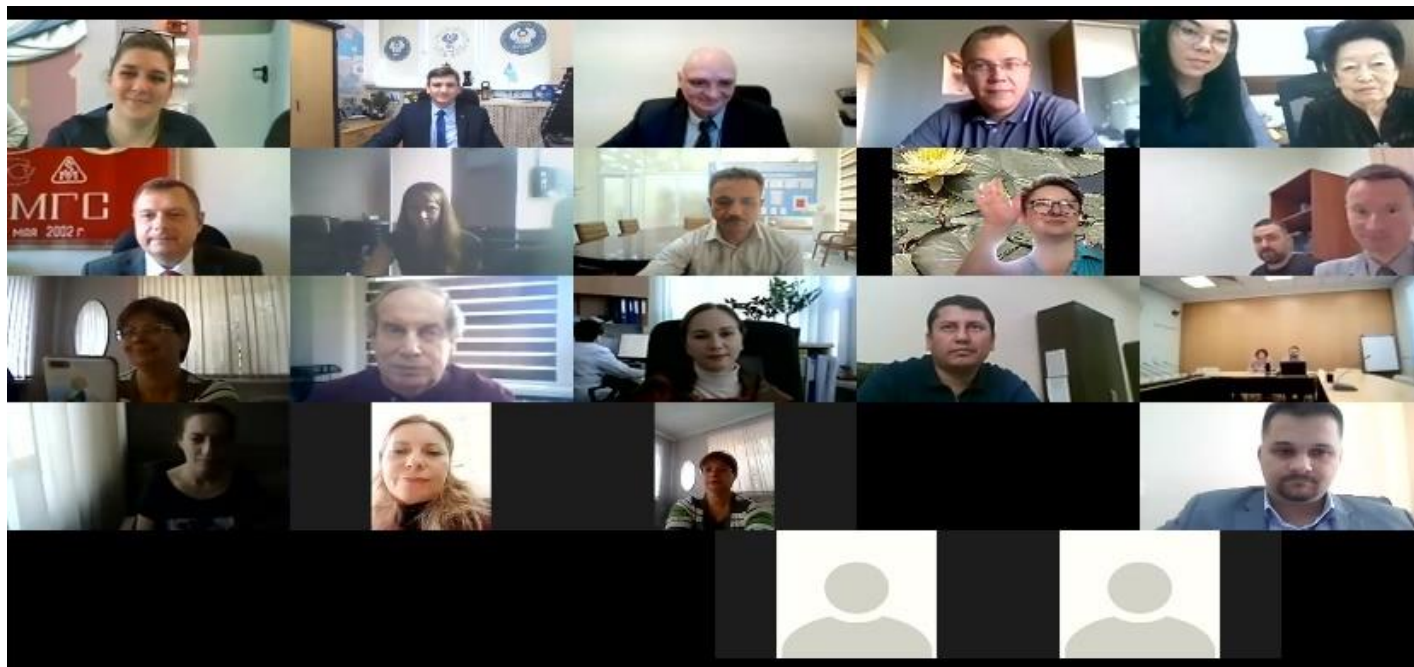
## Межгосударственные СО (МСО)



# Международные мероприятия в рамках соглашений, по планам международных организаций КООМЕТ, МГС, ИСО, МОЗМ

## РГ по стандартным образцам НТКМетр

06 октября 2021 года состоялось очередное 11-е заседание РГ СО НТКМетр. Приняли участие представители национальных органов по стандартизации, метрологии, сертификации и аккредитации Республики Беларусь, Республики Казахстан, Республики Молдова, Российской Федерации, Республики Таджикистан, Республики Узбекистан и Бюро по стандартам



# Международные мероприятия в рамках соглашений, по планам международных организаций

## ТК 1.12 «Стандартные образцы» КООМЕТ

На настоящий момент в ТК 1.12 представлены НМИ **17 стран-членов** КООМЕТ. В отчетный период ТК 1.12 осуществлял координацию и организацию работ специалистов по СО в рамках КООМЕТ по **25 темам сотрудничества по тематике «Стандартные образцы»**. Координаторами тем являются специалисты России.

### Проведено 26-ое заседание ТК 1.12

Состоялось 25–26 августа 2021 года в г.Екатеринбург на базе УНИИМ. В работе заседания приняли участие представители 8-ми стран-членов КООМЕТ: Азербайджана, Беларуси, Боснии и Герцеговины, Казахстана, Молдовы, Турции, России и Украины.



**Нормативные документы на пересмотре**  
Положение D5.7/2013 «Положение о Техническом Комитете КООМЕТ «Стандартные образцы» (ТК 1.12)»;

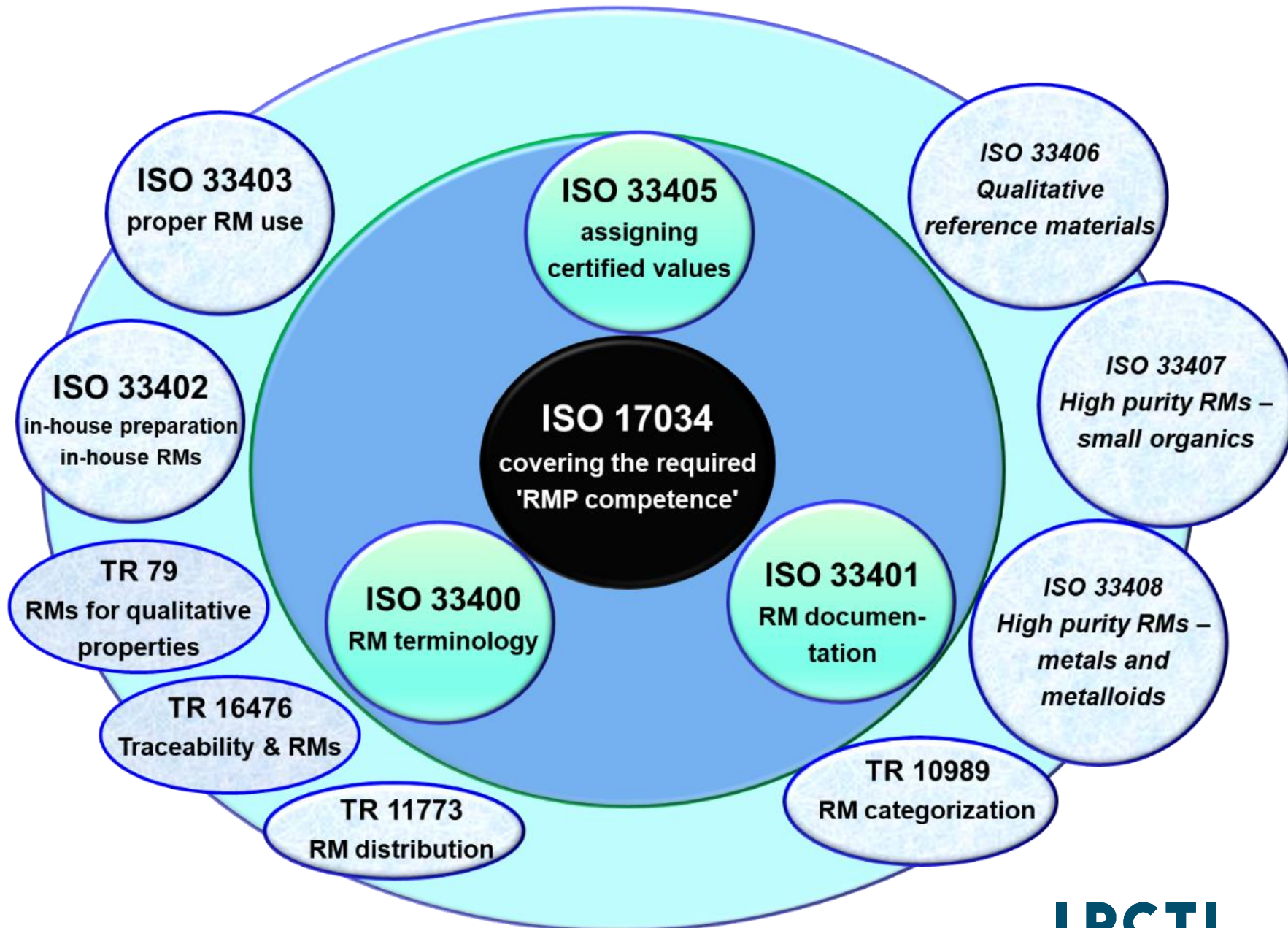
- Рекомендация СООМЕТ R/RM/4:2008 «Порядок совместной разработки, признания и регистрации стандартных образцов в рамках КООМЕТ». В результате обсуждения принято решение о смене общей концепции по вопросу признания СО в качестве СО КООМЕТ и соответственно **полной переработке** рекомендации СООМЕТ R/RM/4:2008 с увеличением срока выполнения работы.

# Международные работы в рамках ИСО/ТК 334

- |   |  |
|---|--|
| 1. ISO/WD 33400 (previously ISO Guide 30) – Reference materials – Selected terms and definitions  | 1. ISO/WD 33400 (ранее ISO Guide 30) – Стандартные образцы – Отдельные термины и определения   |
| 2. ISO/CD 33401 (previously ISO Guide 31) – Reference materials – Contents of certificates, labels and accompanying documentation                         | 2. ISO/CD 33401 (ранее ISO Guide 31) – Стандартные образцы – Содержание сертификаты, этикетки и сопроводительная документация                    |
| 3. ISO/CD 33402 (previously ISO Guide 80) – Guidance for the in-house preparation of quality control materials (QCMs)                                     | 3. ISO/CD 33402 (ранее ISO Guide 80) – Руководство по внутренней подготовке материалов для контроля качества (МКК)                               |
| 4. ISO/CD 33403 (previously ISO Guide 33) – Reference materials – Good practice in using reference materials  | 4. ISO/CD 33403 (ранее ISO Guide 33) – Стандартные образцы – Надлежащая практика использования стандартных образцов                              |
| 5. ISO/CD 33405 (previously ISO Guide 35) – Reference materials – Guidance for the characterization and assessment of homogeneity and stability           | 5. ISO/CD 33405 (ранее ISO Guide 35) – Стандартные образцы – Руководство для характеристики и оценке однородности и стабильности                 |
| 6. ISO/CD 33406 (previously WD/ISO Guide 85) – Guidance for the production of reference materials having one or more assigned qualitative property values | 6. ISO/CD 33406 (ранее WD/ISO Guide 85) – Руководство по созданию стандартных образцов, имеющие одно или несколько значений качественных свойств |
| 7. ISO/CD 33407 (previously WD/ISO Guide 86) – Guidance for the production of pure organic certified reference materials                                  | 7. ISO/CD 33407 (ранее WD/ISO Guide 86) – Руководство по производству чистых органических сертифицированных стандартных образцов                 |
| 8. ISO/AWI 33408 (previously AWI/ISO Guide 87) – Guidance for ‘pure’ reference materials for metals and metalloids  | 8. ISO/AWI 33408 (ранее AWI/ISO Guide 87) – Руководство по «чистым» стандартным образцам для металлов и металлоидов                              |



# Международные работы в рамках ИСО/ТК 334



**Спасибо за внимание!**