

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Научная статья
УДК 631.4:504.53:539.16
<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-1-23-37>



Разработка стандартного образца, предназначенного для контроля точности результатов измерений содержания нефтепродуктов в воде, и применение его для проверки квалификации лабораторий посредством межлабораторных сличительных испытаний

Л. И. Горяева , Е. П. Щукина  

УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
Екатеринбург, Россия
 ShchukinaEP@uniim.ru

Аннотация. В статье рассмотрено понятие «содержание нефтепродуктов» как измеряемый показатель, приведены сведения о методиках измерений содержания нефтепродуктов методом ИК-спектрометрии в природной, питьевой и очищенной сточной воде. Установлено, что в системе метрологического обеспечения измерений были зарегистрированы стандартные образцы (СО) нефтепродуктов с аттестованными характеристиками массы или массовой концентрации нефтепродуктов в матрице. При установлении аттестованных значений данных СО не учитывается присутствие в исходном веществе полярных нефтепродуктов, это может привести к существенному отличию аттестуемой характеристики СО от определяемого показателя методик измерений, основанных на методе ИК-спектрометрии. В отличие от СО, аттестуемой характеристикой которых является валовое содержание нефтепродуктов, существовала потребность в разработке СО, аттестованного на массовую концентрацию только неполярных и малополярных нефтепродуктов, определяемых методом ИК-спектрометрии.

Представлены сведения об этапах разработки СО: отбор и подготовка материала, исследование стабильности материала. Продемонстрированы результаты аттестации СО по аттестуемым показателям в диапазоне значений 0,05–2,00 мг/дм³, корректность установления которых подтверждена в аккредитованных лабораториях посредством межлабораторных сличительных испытаний.

В результате исследования утверждён тип СО массовой концентрации неполярных нефтепродуктов в полярном органическом растворителе ГСО 11733–2021. Установлены метрологические характеристики СО: интервал допускаемых аттестованных значений 0,1–3,0 мг/см³, допускаемая относительная расширенная неопределённость аттестованного значения 5% (при $k=2$). Аттестованное значение СО обеспечено прослеживаемостью к единицам СИ. Подтверждено, что разработанный ГСО 11733–2021 предназначен для контроля точности результатов измерений массовой концентрации неполярных нефтепродуктов в питьевых, природных поверхностных и очищенных сточных водах методом инфракрасной спектрометрии. Указанный СО может быть использован для аттестации методик измерений массовой концентрации неполярных нефтепродуктов в воде методом инфракрасной спектрометрии. Область применения стандартного образца – охрана окружающей среды, контроль качества питьевой воды, природных поверхностных и очищенных сточных вод.

Ключевые слова: нефтепродукты, методы измерений содержания нефтепродуктов в воде, ИК-спектрометрия, межлабораторные сличительные испытания, стандартный образец

Используемые сокращения: СО – стандартный образец; ПДК – предельно допустимая концентрация; МСИ – межлабораторные сличительные испытания.

Ссылка при цитировании: Горяева Л. И., Щукина Е. П. Разработка стандартного образца, предназначенного для контроля точности результатов измерений содержания нефтепродуктов в воде, и применение его для проверки квалификации лабораторий посредством межлабораторных сличительных испытаний // Эталон. Стандартные образцы. 2022. Т. 18, № 1. С. 23–37. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-1-23-37>

Статья поступила в редакцию 29.11.2021; одобрена после рецензирования 16.02.2022; принята к публикации 22.02.2022.

REFERENCE MATERIALS

Research Article

Development of a certified reference material intended to control measurement results accuracy of petroleum products in water and its application for proficiency testing of laboratories through interlaboratory comparative tests

Lyudmila I. Goryaeva , Eugenia P. Shchukina  

UNIIM – Affiliated Branch of the D.I. Mendeleev Institute for Metrology,
Ekaterinburg, Russia
 ShchukinaEP@uniim.ru

Abstract. The article considers the notion of oil content as a measurable indicator and provides information on the procedures for measuring the content of petroleum products by IR spectrometry in natural water, drinking water, and treated wastewater. Certified reference materials (CRMs) for petroleum products with certified characteristics of the mass or mass concentration of petroleum products in the matrix were registered in the system of metrological support of measurements. The content of polar petroleum products in the raw material was not taken into account when establishing the certified values of these CRMs; this leads to a significant difference between a certified characteristic of CRMs and the determined indicator of measurement procedures based on the IR spectrometry method. In contrast to CRMs with a certified characteristic in the form of the total content of petroleum products, there was a need to develop CRM for determining the mass concentration of only non-polar and low-polar petroleum products by the IR spectrometry method.

Information about the stages of CRM development is presented: selection and preparation of material, investigation of material stability. The results of CRM certification for certified indicators in the range of 0.05–2.00 mg/dm³ are presented. The correctness of these results was confirmed in accredited laboratories by interlaboratory comparative tests.

The CRM of mass concentration of non-polar petroleum products in a polar organic solvent GSO 11733–2021 was approved. The metrological characteristics of the CRM were established: the range of permissible certified values is 0.1–3.0 mg/cm³, the permissible relative expanded uncertainty of the certified value for k=2 5%. The traceability to SI units of the certified CRM value is insured.

It has been confirmed that the developed GSO 11733–2021 is intended to control the accuracy of the measurement results of the mass concentration of non-polar petroleum products in drinking water, natural surface water, and treated wastewater using IR spectrometry and can be used for attestation of procedures for measuring the mass concentration of non-polar petroleum products in water by IR spectrometry. The scope of the CRM is environmental protection, quality control of drinking water, natural surface water, and treated wastewater.

Keywords: petroleum products, procedures for measuring the content of petroleum products in water, IR spectrometry, interlaboratory comparative tests, reference material

Abbreviations used in the article: CRM – certified reference material; MPC – maximum permissible concentration; ILC – interlaboratory comparative tests.

For citation: Goryaeva L. I., Shchukina E. P. Development of a Certified Reference Material Intended to Control Measurement Results Accuracy of Petroleum Products in Water and its Application for Proficiency Testing of Laboratories Through Interlaboratory Comparative Tests. *Measurement Standards. Reference Materials.* 2022;18(1): 23–37. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2022-18-1-23-37> (In Russ.).

The article was submitted 29.11.2021; approved after reviewing 16.02.2022; accepted for publication 22.02.2022.

Введение

Одними из наиболее распространенных загрязнителей природных вод являются нефть и нефтепродукты. Присутствие нефтепродуктов крайне негативно влияет на флору и фауну водоемов, а при попадании в питьевую воду высокие концентрации нефтепродуктов могут оказывать наркотическое действие и вызывать острые отравления. Присутствие нефти и нефтепродуктов в сточных водах, поступающих на биологические очистные сооружения, может вмешиваться в аэробные и анаэробные биологические процессы и приводить к снижению эффективности очистки сточных вод. Согласно СанПиН 1.2.3685–21, ПДК нефтепродуктов в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования составляет 0,3 мг/дм³, а для водоемов рыбохозяйственного значения – 0,05 мг/дм³.

Нефть и нефтепродукты представляют собой сложную смесь предельных, непредельных и ациклических углеводородов и их производных, обладающих существенно различающимися между собой свойствами. Лишь незначительные количества углеводородов образуются в воде или поступают в природные воды в процессе жизнедеятельности и разложения растительных и животных организмов. Основными источниками поступления нефтепродуктов в природные воды являются аварийные разливы нефти при нефтедобыче, транспортировке и хранении нефти и нефтепродуктов, недостаточная очистка сточных вод нефтеперерабатывающих предприятий и предприятий, применяющих продукты переработки нефти. Попадая в природные воды, легкие нефтепродукты частично растворяются в воде, частично образуют с водой эмульсии, а тяжелые нефтепродукты, к которым, в частности, относятся минеральные масла

и смазки, попадают на дно водоемов и накапливаются в донных отложениях. Распределение нефти и нефтепродуктов по миграционным формам одновременно сопровождается изменением их химического состава [1–2].

В связи с тем что присутствующие в природных водах нефтепродукты являются сложной, неопределенной и постоянно меняющейся смесью веществ, Комиссией по унификации методов анализа природных и сточных вод стран-членов СЭВ (1968), а также Международным симпозиумом в Гааге (1968) под «нефтепродуктами», присутствующими в водных объектах, было решено понимать сумму неполярных и малополярных соединений, растворимых в гексане и не сорбирующихся на оксиде алюминия, т. е. углеводородную фракцию. В международной практике содержание нефтепродуктов в воде определяется термином «углеводородный нефтяной индекс» (hydrocarbon oil index). В России в области экоаналитических измерений загрязненности природных, питьевых и сточных вод под показателем «содержание нефтепродуктов» также подразумевается содержание полярных и малополярных нефтепродуктов, извлекаемых из проб воды гексаном и другими неполярными растворителями. Эмпирический характер данного показателя связан также с тем, что за исключением методик измерений, основанных на гравиметрическом методе, при определении содержания нефтепродуктов косвенными методами (ИК-спектрометрией, флуориметрией и газовой хроматографией) необходимо установление градуировочной зависимости [3]. При этом состав градуировочных образцов является договорным и в значительной степени отличается от реального состава присутствующих в воде нефтепродуктов. Наиболее часто при определении содержания нефтепродуктов в пробах воды в качестве градуировочных

образцов используют растворы, приготовленные на основе смеси Симарда [4–5], состоящей из 37,5% гексадекана, 37,5% изооктана (2,2,4-триметилпентана) и 25% бензола по массе. Проведенный анализ данных Государственного реестра утвержденных типов стандартных образцов, представленных в Федеральном информационном фонде, показал, что в России выпускаются несколько типов стандартных образцов СО такого состава: ГСО 7248–96, ГСО 7424–97, ГСО 7554–99, ГСО 8824–2006, ГСО 8828–2006 и др.

Показатель «содержание нефтепродуктов», как правило, входит в область аккредитации лабораторий, выполняющих анализ проб природных, питьевых и сточных вод. При этом большинство аккредитованных лабораторий при измерениях содержания нефтепродуктов используют метод ИК-спектроскопии [6–9]. Соответствующие методики измерений включают этапы выделения эмульгированных и растворенных нефтяных компонентов из воды экстракцией четыреххлористым углеродом, хроматографического отделения неполярных и малополярных нефтепродуктов от сопутствующих органических соединений других классов на колонке, заполненной оксидом алюминия, измерения интенсивности поглощения С–Н связей метильных и метиленовых групп в инфракрасной области спектра и определения содержания нефтепродуктов по градуировочной зависимости на основе растворов тройной смеси гексадекана, изооктана и бензола. Метрологические характеристики некоторых наиболее распространенных методик измерений содержания нефтепродуктов в питьевой воде, природных и очищенных сточных водах приведены в табл. 1.

Подтверждение способности лаборатории выполнять соответствующие измерения с требуемой точностью является одним из основных требований при аккредитации лаборатории в Национальной системе аккредитации.

В соответствии с Федеральным законом от 28.12.2013 г. № 412, критериями аккредитации, установленными Приказом Минэкономразвития № 707 от 26.10.2020 г., и требованиями ГОСТ ISO/IEC17025–2019 система менеджмента любой испытательной лаборатории должна предусматривать такие обязательные элементы, как внутрилабораторный контроль точности измерений и участие лаборатории в программах проверки квалификации или в других видах МСИ.

Наиболее удобным средством как внутрилабораторного, так и внешнего контроля точности измерений являются СО. В Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов Федерального

информационного фонда по обеспечению единства измерений зарегистрировано несколько типов СО, основным назначением которых является контроль точности измерений содержания нефтепродуктов в воде: ГСО 7117–94, ГСО 8646–2005 ÷ ГСО 8654–2005, ГСО 8826–2006, ГСО 8827–2006 и др.

Исходными веществами для перечисленных СО являются минеральные масла (турбинное, моторное, индустриальное). Аттестуемыми характеристиками СО выступают масса или массовая концентрация нефтепродуктов в матрице. Поскольку при установлении аттестованных значений данных СО не учитывается присутствие в исходном веществе полярных нефтепродуктов, это приводит к существенному отличию аттестуемой характеристики СО от определяемого показателя методик измерений, основанных на методе ИК-спектроскопии.

Цель настоящей работы состояла в разработке и аттестации стандартного образца, предназначенного для контроля точности результатов измерений при ИК-спектроскопическом определении нефтепродуктов, аттестованного на содержание неполярных нефтепродуктов в интервале допускаемых аттестованных значений СО (0,1–3,0) мг/см³, допускаемой относительной расширенной неопределенностью аттестованного значения СО 5% (при $k=2$) и установленной метрологической прослеживаемостью результатов измерений к единицам СИ. В отличие от вышеперечисленных СО, аттестуемой характеристикой которых является валовое содержание нефтепродуктов, разрабатываемый СО должен аттестоваться на массовую концентрацию только неполярных и малополярных нефтепродуктов, определяемых методом ИК-спектроскопии.

Материалы и методы

В качестве материала кандидата СО был выбран раствор масла турбинного по ГОСТ 32–74 в полярном органическом растворителе. Турбинное масло представляло собой смесь преимущественно неполярных и малополярных органических углеводородов и является одним из самых распространенных продуктов переработки нефти. Материал кандидата СО расфасовывали не менее чем по 2,5 см³ в запаенные стеклянные ампулы с этикетками, помещенными в пластмассовые футляры.

Для выбора нормированных значений метрологических характеристик кандидата СО учитывали ПДК нефтепродуктов в воде водоемов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования, метрологические характеристики наиболее распространенных методик измерений

Таблица 1. Метрологические характеристики некоторых методик измерений массовой концентрации нефтепродуктов в природной воде методом ИК-спектрометрии

Table 1. Metrological characteristics of some procedures for measuring the mass concentration of petroleum products in natural water by IR spectrometry

Обозначение документа на методику измерений	Диапазон измерений, мг/дм ³	Интервал, мг/дм ³	Границы относительной погрешности при P=0,95, %
ГОСТ Р 51797-2001	0,05-50	0,05-0,5	50
		0,5-50	25
МУК 4.1.1013-01	0,02-2,00	0,02-0,05	50
		0,05-0,1	40
		0,1-2,0	25
ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000	0,020-2,0	0,020-0,025	48
		0,025-0,1	40
		0,1-2,0	24
ПНД Ф 14.1:2:4.5-95	0,05-50	0,05-0,1	42
		0,1-1,0	34
		1-25	26
		25-50	14
ПНД Ф 14.1.272-2012	0,05-1000	0,05-0,1	40
		0,1-0,5	35
		0,5-50	25
		50-100	12
		100-1000	10
ПНД Ф 14.1:2:4.273-2012	0,04-5	0,04-0,25	36
		0,25-0,50	28
		0,5-5	24
РД 52.24.476-2007	0,04-2	0,04-2	0,01+0,19X*

*Границы абсолютной погрешности результата измерений X при P=0,95, мг/дм³

содержания нефтепродуктов (МУК 4.1.1013-01, ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000, ПНД Ф 14.1:2:4.5-95, ПНД Ф 14.1.272-2012, ПНД Ф 14.1:2:4.273-2012, РД 52.24.476-2007) и методику приготовления материала СО.

Выбранные нормируемые метрологические характеристики СО НПВ приведены в табл. 2.

Для применения СО при проведении контроля точности результатов измерений аликвоту объемом 1 см³ материала СО разводили в 1 дм³ дистиллированной

Таблица 2. Нормируемые метрологические характеристики СО НПВ
Table 2. Specified metrological characteristics of the CRM for petroleum products in water

Аттестуемая характеристика СО, единица величины	Интервал допускаемых аттестованных значений СО	Допускаемая относительная расширенная неопределенность аттестованного значения СО при $k=2$, %
Массовая концентрация неполярных нефтепродуктов, мг/см ³	0,1–3,0	5

воды. При этом числовое значение массовой концентрации нефтепродуктов в растворе материала СО в мг/дм³ соответствовала аттестованному значению СО в мг/см³. Таким образом, полученный раствор имитировал природную воду, содержащую нефтепродукты.

Прослеживаемость аттестованного значения СО обеспечивали прослеживаемостью к единице массы, воспроизводимой ГЭТ 3 путем использования поверенных весов и стандартного образца состава раствора нефтепродуктов (углеводородов) в четыреххлористом углероде (НП-Сиб) ГСО 7822–2000 с установленной прослеживаемостью, а также единице объема, воспроизводимой ГЭТ 216, путем использования при измерениях поверенной мерной посуды.

Результаты и обсуждения

Определение аттестованных значений СО

В процессе разработки СО было установлено, что в диапазоне допускаемых аттестованных значений СО, приведенных в табл. 2, материал СО представляет собой гомогенный раствор. Это позволяет принять

равным нулю значение стандартной неопределенности от неоднородности материала СО.

Для подтверждения стабильности материала СО в течение предполагаемого срока годности (1 год) был проведен специальный эксперимент с использованием экземпляров опытной партии СО с массовой концентрацией нефтепродуктов 1,78 мг/см³. Экземпляры СО, отобранные для проведения измерений, в течение эксперимента хранили в сухом, хорошо проветриваемом лабораторном помещении при температуре 15–25 °С. Источники загрязнения и интенсивный свет были исключены.

В течение 490 дней с интервалом в 2–3 месяца проводили измерения массовой концентрации нефтепродуктов в материале одного из экземпляров СО методом ИК-спектрометрии на концентратометре КН-3 производства ООО «СИБЭКОПРИБОР» в соответствии с аттестованной методикой измерений М.УНИИМ 251.2-2021.

Для каждого образца выполняли пять измерений в условиях повторяемости. Всего было получено 9 серий измерений на 9 экземплярах СО. Полученные результаты измерений приведены в табл. 3.

Таблица 3. Экспериментальные данные, полученные при исследованиях стабильности материала СО НПВ
Table 3. Experimental data obtained during the stability studies of the CRM for petroleum products in water

Номер экземпляра СО	Число дней от начала эксперимента	Результаты измерений, полученные в условиях повторяемости, мг/см ³					\bar{Y}_i
		1	2	3	4	5	
1	0	1,777	1,780	1,769	1,804	1,770	1,780
2	73	1,762	1,799	1,766	1,753	1,781	1,772
3	117	1,768	1,784	1,795	1,767	1,808	1,784
4	193	1,779	1,774	1,786	1,789	1,785	1,783
5	244	1,768	1,773	1,780	1,775	1,772	1,774
6	320	1,771	1,782	1,768	1,79	1,785	1,779
7	375	1,782	1,774	1,781	1,787	1,785	1,782
8	439	1,774	1,778	1,766	1,779	1,781	1,776
9	490	1,767	1,782	1,786	1,785	1,780	1,780

Обработку экспериментальных данных по исследованию стабильности с учетом рекомендаций ГОСТ ISO Guide 35–2015 выполняли методом линейного регрессионного анализа. В основе обработки лежало предположение о линейной зависимости значения массовой концентрации нефтепродуктов в материале СО от времени. Линейную зависимость представляли в виде:

$$Y = b_0 + b_1 (X - \bar{X}), \quad (1)$$

где Y – значение массовой концентрации нефтепродуктов в материале СО, мг/см³;

X – интервал времени от начала эксперимента по исследованию стабильности, дни;

\bar{X} – интервал времени от начала до середины продолжительности эксперимента, дни.

Стандартное отклонение повторяемости S , оцененное по результатам единичных измерений, оценки коэффициентов b_0 и b_1 и соответствующих стандартных отклонений $S(b_1)$ и $S(b_0)$ приведены в табл. 4.

Проверку стабильности материала СО выполняли путем оценивания значимости отклонения рассчитанного значения коэффициента b_1 от нуля по критерию Стьюдента.

Величину

$$t = \frac{|b_1|}{S(b_1)}, \quad (2)$$

сравнивали с квантилем распределения Стьюдента $t_{0,95}(f)$, соответствующим вероятности 0,95 и числу степеней свободы

$$f = nm - 2, \quad (3)$$

где m – число серий измерений (число использованных экземпляров СО), $m = 9$;

n – число единичных измерений в каждой серии, полученных в условиях повторяемости, $n = 5$.

Поскольку значение $t = 0,010$ не превышает величину $t_{0,95}(f = 43) = 1,675$, коэффициент b_1 был принят равным нулю. Это свидетельствует о стабильности материала СО в течение предполагаемого срока годности.

Относительную стандартную неопределенность от нестабильности в течение предполагаемого срока

годности экземпляра СО ($X_T = 365$ дней) в процентах рассчитывали как относительное стандартное отклонение оценки величины Y по линии регрессии в точке по X_T формуле

$$u_{st} = \frac{100}{\bar{Y}_1} \sqrt{\frac{S^2}{mn} + S^2(b_1) \cdot (X_T - \bar{X})^2}, \quad (4)$$

где \bar{Y}_1 – результат измерений массовой концентрации нефтепродуктов в растворе экземпляра СО, полученный в начале эксперимента ($X_1 = 0$), мг/см³.

Относительная стандартная неопределенность от нестабильности составила 0,131 %. Срок годности экземпляра СО при соблюдении условий хранения был установлен равным 1 году.

Определение аттестованного значения массовой концентрации неполярных нефтепродуктов в материале первой партии СО проводили по аттестованной методике измерений М.УНИИМ 251.2–2021, предназначенной для измерений массовой концентрации нефтепродуктов (неполярных углеводородов) в полярном органическом растворителе в диапазоне от 0,1 до 5,0 мг/см³. Метрологические характеристики методики измерений приведены в табл. 5.

Измерения проводили в условиях внутрилабораторной прецизионности. С интервалом в несколько дней измеряли массовую концентрацию нефтепродуктов в растворе одного из экземпляров СО. Подготовку СО к измерениям проводили в соответствии с инструкцией по применению СО. В соответствии с рекомендациями ГОСТ ISO Guide 35–2015 значение массовой концентрации неполярных нефтепродуктов в материале первой партии СО приняли равным среднему значению полученных результатов 5 измерений: $X_{CO} = 0,82$ мг/см³.

При расчете относительной расширенной неопределенности с коэффициентом охвата 2 аттестованного значения СО учитывали:

- неопределенность аттестованного значения СО от способа характеристики, u_{ch} ;
- неопределенность от возможной нестабильности материала СО, u_{st} ;

Таблица 4. Оценки параметров линейной зависимости массовой концентрации нефтепродуктов в материале СО НПВ от времени

Table 4. Parameter estimation of the linear dependence on time of the mass concentration of petroleum products in the CRM

\bar{X}	\bar{Y}	b_0	b_1	$S(b_0)$	$S(b_1)$	S
250,1111	1,779	1,7788	0,00000011	0,010885	0,0000102	0,010885

Таблица 5. Метрологические характеристики методики измерений массовой концентрации нефтепродуктов в материале СО НПВ

Table 5. Metrological characteristics of the procedure for measuring the mass concentration of petroleum products in the CRM

Показатель, единица величины	Значение
Диапазон измерений массовой концентрации нефтепродуктов, мг/см ³	0,1–5,0
Относительная стандартная неопределенность повторяемости, u_r , %	0,9
Относительная стандартная неопределенность внутрилабораторной прецизионности (при выполнении трех измерений в условиях повторяемости при каждом измерении), $u_{R,LP}$, %	2,25
Относительная стандартная неопределенность смещения u_θ , %	2,0

– неопределенность, связанную с приготовлением раствора материала СО в воде при применении СО, u_{use} .

Относительную расширенную неопределенность с коэффициентом охвата 2 аттестованного значения СО рассчитывали по формуле

$$U_{CO} = 2\sqrt{u_{ch}^2 + u_{st}^2 + u_{use}^2}. \quad (5)$$

Значение относительной расширенной неопределенности аттестованного значения массовой концентрации неполярных нефтепродуктов в материале первой партии СО составил 4,64 %, что соответствует требованиям технического задания на разработку СО НПВ.

Разработанный СО прошел метрологическую экспертизу на базе УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» и внесен в Государственный реестр утвержденных типов стандартных образцов Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений в качестве государственного стандартного образца массовой концентрации неполярных нефтепродуктов в полярном органическом растворителе ГСО 11733–2021.

Проведение межлабораторных сличительных испытаний с использованием СО

Для проверки квалификации лабораторий, выполняющих измерения массовой концентрации нефтепродуктов в пробах природной, питьевой и очищенной сточной воды методом ИК-спектроскопии, аккредитованным провайдером проведения межлабораторных сличительных испытаний (RA.RU.430158) УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», был проведен раунд МСИ с применением ГСО 11733-2021.

В раунде МСИ 251-МСВ НП-07/2021 с использованием материала первой партии СО НПВ с аттестованным значением массовой концентрации неполярных нефтепродуктов $X_{CO} = 0,82$ мг/см³ приняли участие 8 аккредитованных лабораторий. В соответствии с инструкцией по применению образца для МСИ, в качестве которого был использован материал СО, каждый участник в процессе подготовки пробы к измерениям отбирал 1 см³ материала образца от предоставленного ему экземпляра и разводил в 1 дм³ дистиллированной воды. Всеми участниками МСИ были использованы аттестованные методики анализа воды, основанные на методе ИК-спектроскопии. Полученные в раунде МСИ экспериментальные данные представлены в табл. 6 и на рис. 1. Отклонение полученных участниками МСИ результатов измерений от установленного значения массовой концентрации нефтепродуктов в растворе материала СО не превышает границ погрешности этих результатов при $P=0,95$.

В аналогичном раунде МСИ 251-МСВ НП-08/2021 с использованием материала второй партии СО НПВ с аттестованным значением массовой концентрации неполярных нефтепродуктов $X_{CO} = 0,433$ мг/см³ приняли участие 18 лабораторий, 13 из которых аккредитованы на измерение содержания нефтепродуктов в разных типах вод. 15 лабораторий проводили измерения методом ИК-спектроскопии, 3 – флуориметрическим методом. Полученные в раунде МСИ лабораториями-участниками результаты измерений массовой концентрации нефтепродуктов в растворе материала СО представлены в табл. 7 и на рис. 2.

Обработка результатов измерений, полученных в раунде МСИ 251-МСВ НП-08/2021, была выполнена в соответствии с ГОСТ ISO/IEC 17043–2013 по числу E_n . Для каждого результата измерений, полученного участником МСИ, число E_n рассчитывали по формуле

Таблица 6. Результаты измерений массовой концентрации нефтепродуктов в растворе материала СО, полученные участниками раунда МСИ 251-МСВ НП-07/2021

Table 6. The measurement results of the mass concentration of petroleum products in the solution of the CRM material obtained by the participants of the ILC round 251-MSB NP-07/2021

Кодовый номер лаборатории	Результат измерения, мг/дм ³	Границы погрешности результата измерений при P=0,95, мг/дм ³	Методика измерений
НПВ-7.1	0,72	0,17	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000
НПВ-7.2	1,01	0,24	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000
НПВ-7.3	0,80	0,19	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000
НПВ-7.4	0,77	0,16	РД 52.24.476-2007
НПВ-7.5	0,81	0,28	ПНД Ф 14.1:2:4.5-95
НПВ-7.6	0,90	0,21	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000
НПВ-7.7	0,66	0,16	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000
НПВ-7.8	0,87	0,17	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000

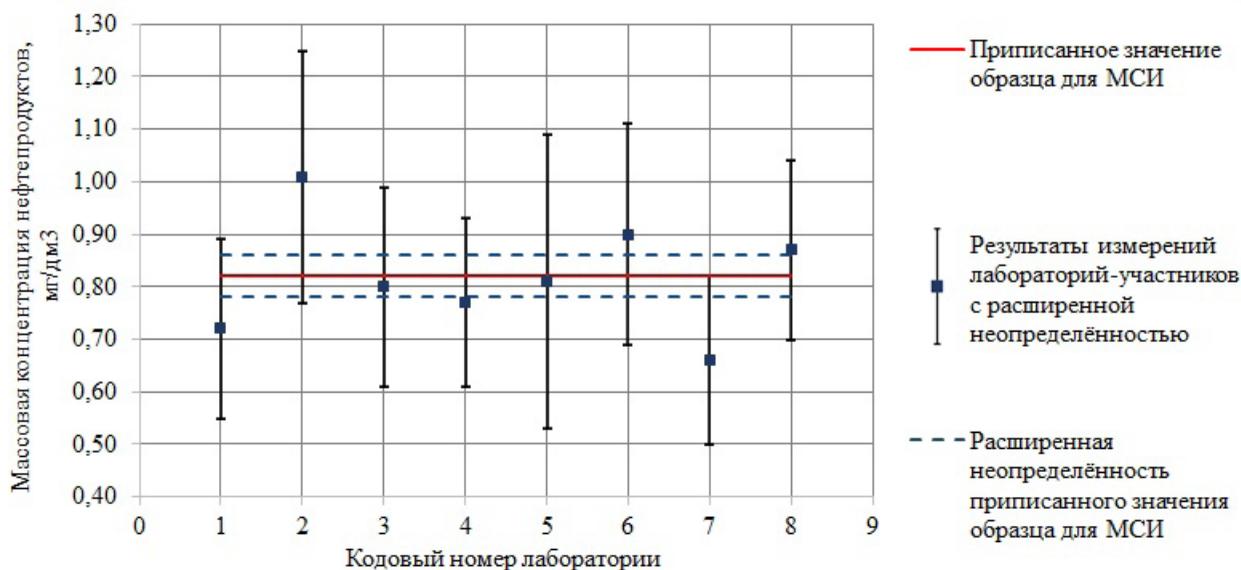


Рис. 1. Результаты измерения массовой концентрации нефтепродуктов в растворе материала СО, полученные в раунде МСИ 251МСВ НП-07/2021

Fig. 1. The measurement results of the mass concentration of petroleum products in a solution of CRM material obtained in the round of ILC 251 MSB NP-07/2021

$$E_n = \frac{x - X}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}}, \quad (6)$$

где x – результат измерений массовой концентрации нефтепродуктов, полученный лабораторией-участником, мг/дм³;

X – приписанное значение массовой концентрации нефтепродуктов в растворе стандартного образца, мг/дм³;

U_{lab} – расширенная неопределенность результата измерений при $k=2$ лаборатории-участника, мг/дм³;

U_{ref} – расширенная неопределенность приписанного значения раствора стандартного образца при $k=2$, мг/дм³.

В случае, если результат измерения предоставляется лабораторией-участником с указанием границ погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$,

Таблица 7. Результаты измерений массовой концентрации нефтепродуктов в растворе материала СО, полученные участниками раунда МСИ 251-МСВ НП-08/2021

Table 7. The measurement results of the mass concentration of petroleum products in the solution of the CRM material obtained by the participants of the ILC round 251-MCB НП-08/2021

Кодовый номер лаборатории	Результат измерения, мг/дм ³	Границы погрешности результата измерений при P=0,95, мг/дм ³	Методика измерений
НПВ-8.1	0,40	0,10	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000
НПВ-8.2	0,46	0,11	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000
НПВ-8.3	0,46	0,11	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000
НПВ-8.4	0,52	0,17	ПНД Ф 14.1:2:4.5–95
НПВ-8.5	0,44	0,11	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000
НПВ-8.6	0,438	0,105	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000
НПВ-8.7	0,42	0,10	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000
НПВ-8.8	0,40**	0,14	ПНД Ф 14.1:2:4.128–98
НПВ-8.9	0,40	0,14	ПНД Ф 14.1:2:4.5–95
НПВ-8.10	0,35	0,08	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000
НПВ-8.11	0,45	0,15	ПНД Ф 14.1:2:4.5–95
НПВ-8.12	0,53	0,13	ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000
НПВ-8.13	0,54	0,18	ПНД Ф 14.1:2:4.5–95
НПВ-8.14	0,46**	0,16	ПНД Ф 14.1:2:4.128–98
НПВ-8.15	0,48	0,16	ПНД Ф 14.1:2:4.5–95
НПВ-8.16	0,48	0,10	РД 52.24.476-2007
НПВ-8.17	0,49	0,17	ПНД Ф 14.1:2:4.5–95
НПВ-8.18	0,22**	0,08	ПНД Ф 14.1:2:4.128–98

** – Результаты, полученные флуориметрическим методом

то расширенная неопределенность результата лаборатории-участника при $k=2$ приравнена к верхней границе погрешности результата измерения. Число E_n интерпретировано согласно пункту В.3.1.3 Приложения В ГОСТ ISO/IEC 17043:2013: если $|E_n| \leq 1,0$, результат измерений признан удовлетворительным; если $|E_n| > 1,0$, результат измерений признан неудовлетворительным.

Для всех участников раунда МСИ 251-МСВ НП-08/2021, использовавших метод ИК-спектрометрии, отклонение результатов измерений от приписанного значения массовой концентрации нефтепродуктов в растворе материала СО не превышало границ погрешности этих результатов при $P=0,95$. Поскольку все участники раунда МСИ предварительно были

уведомлены о методе, в соответствии с которым должны были быть получены результаты измерений, целью участников, проводивших анализ образца флуориметрическим методом, вероятнее всего, было оценить наличие и величину систематического сдвига между двумя методами измерений. Результаты измерений, полученные флуориметрическим методом, также сравнивали с приписанным значением содержания нефтепродуктов в растворе материала СО (0,433 мг/дм³), и два из трех результатов были признаны удовлетворительными. Участник раунда МСИ под номером НПВ 8.18 получил неудовлетворительный результат. Неудовлетворительное качество полученного результата связано не только с методологическими различиями

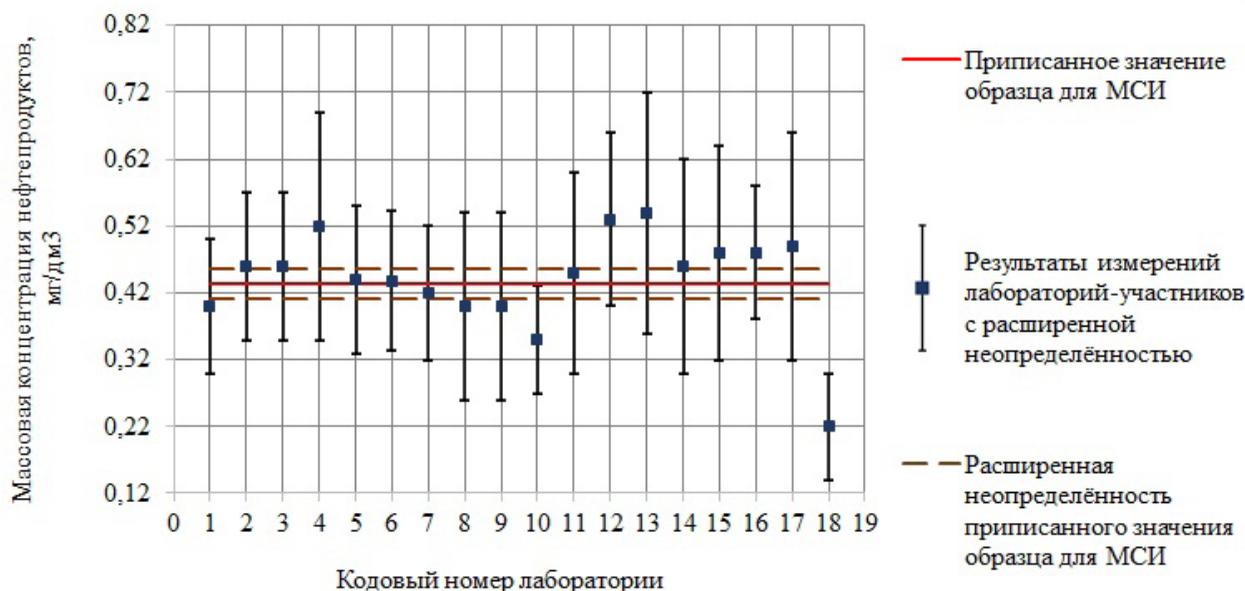


Рис. 2. Результаты измерения массовой концентрации нефтепродуктов в растворе материала СО, полученные в раунде МСИ 251МСВ НП-08/2021

Fig. 2. The measurement results of the mass concentration of petroleum products in the solution of the CRM material obtained in the round of ILC 251 MCB НП-08/2021

измерений содержания нефтепродуктов методами флуориметрии и ИК-спектрометрии, но и с возможными отклонениями от требований методики измерений и недостатками в проведении внутрилабораторного контроля точности.

Заключение

В ходе исследования завершена разработка стандартного образца массовой концентрации неполярных нефтепродуктов в полярном органическом растворителе ГСО 11733–2021. Установлены метрологические характеристики СО: интервал допускаемых аттестованных значений СО 0,1–3,0 мг/см³, допускаемая относительная расширенная неопределенность аттестованного значения СО 5 % (при k=2). Прослеживаемость аттестованного значения СО обеспечена прослеживаемостью к единице массы, воспроизводимой ГЭТ 3, путем использования поверенных весов и ГСО 7822–2000 с установленной прослеживаемостью, а также единице объема, воспроизводимой ГЭТ 216, путем использования при измерениях поверенной мерной посуды.

По результатам проведенных раундов МСИ 251-МСВ НП-07/2021 с использованием материала первой партии СО с аттестованным значением массовой концентрации неполярных нефтепродуктов $X_{CO} = 0,82$ мг/см³ и МСИ 251-МСВ НП-08/2021 с использованием материала второй партии СО НПВ с аттестованным значением

массовой концентрации неполярных нефтепродуктов $X_{CO} = 0,433$ мг/см³ экспериментально подтвержден интервал контролируемого показателя в образце массовой концентрации нефтепродуктов в диапазоне значений 0,05–2,00 мг/дм³.

Подтверждено, что разработанный ГСО предназначен для контроля точности результатов измерений массовой концентрации неполярных нефтепродуктов в питьевых, природных поверхностных и очищенных сточных водах методом инфракрасной спектрометрии. ГСО может быть использован для аттестации методик измерений массовой концентрации неполярных нефтепродуктов в воде методом инфракрасной спектрометрии.

Область применения стандартного образца – охрана окружающей среды, контроль качества питьевой воды, природных поверхностных и очищенных сточных вод.

Благодарности: все измерения проводились с использованием оборудования УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Acknowledgments: All measurements were carried out using the equipment of UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleev Institute for Metrology.

Вклад соавторов: Горяева Л. И. – разработка концепции исследования, программирование,

осуществление формального анализа, курирование данных, написание чернового варианта статьи, проверка и редакция текста статьи, руководство исследовательской деятельностью. Щукина Е. П. – проведение исследовательских работ, осуществление формального анализа, проверка и редакция текста статьи, подготовка визуальных материалов.

Author contribution: Goryaeva L. I. – development of the research concept, programming, formal analysis, data

curation, preparation of the article draft, revision of the article, management of research activities. Shchukina E. P. – conducting research, formal analysis, revision of the text, preparing visual materials.

Конфликт интересов: Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Conflict of interest: The authors declare no conflicts of interests.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. О некоторых методических аспектах оценки нефтяного загрязнения водных объектов с учетом деградации нефтепродуктов во времени / З. А. Темердашев [и др.] // Аналитика и контроль. 2016. Т. 20, № 3. С. 225–235. <https://doi.org/10.15826/analitika.2016.20.3.006>
2. Уланова Т. С., Макарова Ю. М. Методы определения содержания нефтепродуктов в водной среде // Научные исследования и инновации. 2010. Т. 4. № 4. С. 120–127.
3. Модельная смесь углеводородов для ИК-спектрофотометрии и флуориметрии нефтепродуктов / А. А. Кудрявцев [и др.] // Вестник Тюменского государственного университета. Экология и природопользование. 2011. № 5. С. 63–70.
4. Infrared spectrometric determination of oil and phenol in water / R. G. Simard [et al.] // Analytical Chemistry. 1951. no. 23. P. 1384–1389.
5. Унифицированная смесь углеводородов для определения нефтепродуктов инфракрасным и люминесцентным методами: пат. 2398004 РФ; заявл. 24.02.2009; опубл. 24.02.2009.
6. Методы определения нефтепродуктов в водах и других объектах окружающей среды (обзор) / Леоненко И. И. [и др.] // Методы и объекты химического анализа. 2010. Т. 5, № 2. С. 58–72.
7. Бродский Е. С., Савчук С. А. Определение нефтепродуктов в объектах окружающей среды // Журнал аналитической химии. 1998. Т. 53, № 12. С. 1238–1251.
8. Коренман Я. И., Жилинская К. И., Фокин В. Н. Хроматографическое определение нефтепродуктов в природных и минеральных водах // Химия и технология воды. 2005. Т. 27, № 2. С. 136–172.
9. Федорова М. А., Усова С. В., Вершинин В. И. Точность ИК-спектрометрических оценок суммарного содержания углеводородов в их модельных смесях при разных способах измерения обобщенного аналитического сигнала // Аналитика и контроль. 2014. Т. 18, № 1. С. 91–98.

REFERENCES

1. Temerdashev Z. A., Pavlenko L. Ph., Karpokova I. G., Ermakova Ya. S., Ekilik V. S. Some methodological aspects of oil pollution evaluation of water bodies based on the degradation of petroleum products over time. *Analytics and Control*. 2016;20(3):225–235. <https://doi.org/10.15826/analitika.2016.20.3.006>
2. Ulanova T. S., Makarova Yu. M. Methods for determining the content of petroleum products in the aquatic environment. *Scientific research and innovation*. 2010;4(4):120–127.
3. Kudryavtsev A. A., Znamenshchikov A. N., Volkova S. S., Panitcheva L. P. Model mixture of hydrocarbons for IR-spectrophotometry and fluorimetry of petroleum products. *Vestnik Tjumenskogo gosudarstvennogo universiteta. Jekologija i prirodopol'zovanie*. 2011;5:63–70. (In Russ.).
4. Simard R. G., Hasegawa J., Bandaruk W., Headindton C. E. Infrared spectrometric determination of oil and phenol in water. *Analytical Chemistry*. 1951;(23):1384–1389.
5. Pavlenko L. F., Anokhina N. S., Klimenko T. L., Skrypnik G. V., Larin A. A. *Unified mixture of carbons for the determination of petroleum products by infrared and luminescent methods*. Patent RF, no. 2398004, 2009. (In Russ.).
6. Leonenko I. I., Antonovich V. P., Andrianov A. M., Bezlutckaya I. V., Tsybalyuk K. K. Methods for the determination of petroleum products in water and other environmental objects. *Methods and Objects of Chemical Analysis*. 2010;5(2):58–72. (In Russ.).
7. Brodsky E. S., Savchuk S. A. Determination of petroleum products in environmental objects. *Journal of Analytical Chemistry*. 1998;53(12):1238–1251. (In Russ.).
8. Korenman Ya. I., Zhilinskaya K. I., Fokin V. N. Chromatographic determination of petroleum products in natural and mineral waters. *Journal of Water Chemistry and Technology*. 2005;27(2):136–172. (In Russ.).
9. Fedorova M. A., Usova S. V., Vershinin V. I. The accuracy of IR-spectpometric estimations for total hydrocarbon concentration of model mixtures with different methods to measure the generalized analytical signal. *Analytics and Control*. 2014;18(1):91–98. (In Russ.).

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

ГОСТ 32-74 Масла турбинные. Технические условия = Turbine oils. Specifications : межгосударственный стандарт : утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22.03.74 № 663 : издание официальное : дата введения 1975.01.01. / разработан и внесен Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР. Москва : Стандартинформ, 2011. 4 с. Текст : непосредственный.

ГОСТ ISO Guide 35-2015. Стандартные образцы. Общие и статистические принципы сертификации (аттестации) = Reference materials. General and statistical principles for certification : межгосударственный стандарт : утвержден и введен в действие Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 июня 2019 г. N 55) : издание официальное : дата введения 2019.09.01. / разработан Уральским научно-исследовательским институтом метрологии (УНИИМ). Москва : Стандартинформ, 2017. 58 с. Текст : непосредственный.

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий = General requirements for the competence of testing and calibration laboratories : межгосударственный стандарт : утвержден и введен в действие Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 12 ноября 2015 г. № 82-П) : издание официальное : дата введения 2016.12.01. / переведен Белорусским государственным центром аккредитации. Москва : Стандартинформ, 2019. 25 с. Текст : непосредственный.

ГОСТ ISO/IEC 17043-2013 Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации = Conformity assessment. General requirements for proficiency testing : межгосударственный стандарт : утвержден и введен в действие Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке (протокол от 19 мая 2013 г. N 56-П) : издание официальное : дата введения 2015.03.01. / подготовлен и переведен Белорусским государственным институтом метрологии (БелГИМ), Уральским научно-исследовательским институтом метрологии (УНИИМ). Москва : Стандартинформ, 2016. 32 с. Текст : непосредственный.

ГОСТ Р 51797-2001 Вода питьевая. Метод определения содержания нефтепродуктов = Drinking water. Method for determination of oil products content : Государственный стандарт РФ : утвержден и введен в действие Постановлением Госстандарта России от 21 августа 2001 г. № 339-ст : издание официальное : дата введения 2002.07.01. / разработан Техническим комитетом по стандартизации ТК 343 Качество воды (НПФ Люмэкс, ГУП ЦИКВ) / внесен Управлением продукции сельскохозяйственного производства, пищевой, легкой и химической промышленности Госстандарта России. Москва : Стандартинформ, 2010. 15 с. Текст : непосредственный.

ГСО 7117-94 Стандартный образец содержания нефтепродуктов в водорастворимой матрице. Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/392648> (дата обращения: 01.11.2021).

ГСО 7248-96 Стандартный образец состава раствора нефтепродуктов (углеводородов) в четыреххлористом углероде. Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/392564> (дата обращения: 01.11.2021).

ГСО 7424-97 Стандартный образец состава раствора нефтепродуктов (смесь гексадекана, изооктана и бензола) в четыреххлористом углероде (НП-1). Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/392444> (дата обращения: 01.11.2021).

ГСО 7554-99 Стандартный образец состава раствора нефтепродуктов в четыреххлористом углероде. Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/392330> (дата обращения: 01.11.2021).

ГСО 7822-2000 Стандартный образец состава раствора нефтепродуктов (углеводородов) в четыреххлористом углероде (НП-Сиб). Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/392152> (дата обращения: 01.11.2021).

ГСО 8646-2005 ÷ ГСО 8654-2005 Набор стандартных образцов состава раствора нефтепродуктов в водорастворимой матрице (НВМ-1-ЭК ÷ НВМ-9-ЭК). Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/391538> (дата обращения: 01.11.2021).

ГСО 8824-2006 Стандартный образец состава раствора нефтепродуктов в углероде четыреххлористом (комплект 33НП). Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/391361> (дата обращения: 01.11.2021).

ГСО 8826-2006 Стандартный образец содержания нефтепродуктов в водорастворимой матрице (комплект 35НП). Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/391359> (дата обращения: 01.11.2021).

ГСО 8827-2006 Стандартный образец содержания нефтепродуктов в водорастворимой матрице (комплект 35НП). Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/391358> (дата обращения: 01.11.2021).

ГСО 8828-2006 Стандартный образец состава раствора нефтепродуктов в углероде четыреххлористом (комплект 60 АН-2). Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/391357> (дата обращения: 01.11.2021).

ГСО 11733-2021 Стандартный образец массовой концентрации неполярных нефтепродуктов в полярном органическом растворителе (НПВ). Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1392011> (дата обращения: 01.11.2021).

ГЭТ 3-2020 Государственный первичный эталон единицы массы – килограмма / институт хранитель ВНИИМ им. Д.И. Менделеева. Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/1385582> (дата обращения: 01.11.2021).

ГЭТ 216 Государственный первичный эталон единицы объема жидкости от 1,0·10⁻⁹ м³ до 1,0 м³ / институт хранитель ВНИИМ им. Д.И. Менделеева. Текст : электронный // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397905> (дата обращения: 01.11.2021).

МУК 4.1.1013-01 Методы контроля. Химические факторы. Определение массовой концентрации нефтепродуктов в воде. = Control methods. chemical factors. Determination of the mass concentration of oil products in water : Методические указания : утвержден и введен в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем министра здравоохранения Российской Федерации 25 января 2001 года / разработан авторским коллективом в составе: В. Б. Скачков [и др.]. Москва : ФЦГиЭ Роспотребнадзора, 2001. 15 с. Текст : непосредственный.

М.УНИИМ 251.2-2021 Методика измерений массовой концентрации нефтепродуктов (неполярных углеводородов) в полярном органическом растворителе методом ИК-спектроскопии = Method for Measuring the Mass Concentration of Oil Products (Non-Polar Hydrocarbons) in a Polar Organic Solvent by IR Spectrometry : Свидетельство об аттестации № 251.0052/RA.RU.31188/2021 от 25.05.2021 / разработано УНИИМ – филиалом ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева». Екатеринбург : УНИИМ филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», 2021. 15 с. Текст : непосредственный.

Об аккредитации в национальной системе аккредитации: Федеральный закон от 28 декабря 2013 г. № 412-ФЗ (в редакции от 11 июня 2021 г. № 496-ФЗ) : [принят Государственной думой 23 декабря 2013 года : одобрен Советом Федерации 25 декабря 2013 года] // Российская газета. 2021. 17 июня.

Об утверждении критериев аккредитации и перечня документов, подтверждающих соответствие заявителя, аккредитованного лица критериям аккредитации: приказ Минэкономразвития от 26 октября 2020 года № 707 (в редакции от 30 декабря 2020 г. № 877) // Российская газета. 2021. 1 февраля.

Об утверждении нормативов качества воды водных объектов рыбохозяйственного значения, в том числе нормативов предельно допустимых концентраций вредных веществ в водах водных объектах рыбохозяйственного значения: приказ Министерства сельского хозяйства от 13 декабря 2016 года № 552 (в редакции от 10 марта 2020 г. № 118) // Российская газета. 2020. 17 июня.

Об утверждении санитарных правил и норм СанПиН 1.2.3685-21 Гигиенические нормативы и требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания : постановление Главного государственного санитарного врача от 28 января 2021 года № 2 (в редакции от 14 декабря 2021 г. № 37) // Российская газета. 2021. 31 декабря.

ПНД Ф 14.1.272-2012 Количественный химический анализ вод. Методика (метод) измерений массовой концентрации нефтепродуктов в пробах сточных вод методом ИК-спектрофотометрии с применением концентратометров серии КН : Методические указания : издание официальное : рассмотрена и одобрена Федеральным центром анализа и оценки техногенного воздействия : введен впервые : дата введения 2012.12.28 / разработчик Производственно – экологическое предприятие СИБЭКОПРИБОР. Москва : СИБЭКОПРИБОР, 2017. 27 с. Текст непосредственный.

ПНД Ф 14.1.2:4.5-95 Количественный химический анализ вод. Методика измерений массовой концентрации нефтепродуктов в питьевых, поверхностных и сточных водах методом ИК-спектроскопии : Методические указания : издание официальное : рассмотрена и одобрена Федеральным центром анализа и оценки техногенного воздействия : введен впервые : дата введения 2011.03.23 / разработчик Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия. Москва : ФЦАО, 2011. 15 с. Текст непосредственный.

ПНД Ф 14.1:2:4.168-2000 Количественный химический анализ вод. Методика (метод) измерений массовой концентрации нефтепродуктов в пробах питьевых, природных и очищенных сточных вод методом ИК-спектрофотометрии с использованием концентратометров серии КН : Методические указания : издание официальное : рассмотрена и одобрена Федеральным центром анализа и оценки техногенного воздействия : введен впервые : дата введения 2017.03.24 / разработчик Производственно – экологическое предприятие СИБЭКОПРИБОР. Москва : СИБЭКОПРИБОР, 2017. 26 с. Текст непосредственный.

ПНД Ф 14.1:2:4.273-2012 Количественный химический анализ вод. Методика (метод) измерений массовой концентрации нефтепродуктов и жиров (при их совместном присутствии) в пробах питьевых, природных и очищенных сточных вод методом ИК-спектрофотометрии с применением концентратометров серии КН: Методические указания : издание официальное : рассмотрена и одобрена Федеральным центром анализа и оценки техногенного воздействия : введен впервые : дата введения 2017.03.24 / разработчик Производственно – экологическое предприятие СИБЭКОПРИБОР. Москва : СИБЭКОПРИБОР, 2017. 25 с. Текст непосредственный.

РД 52.24.476-2007 Руководящий документ. Массовая концентрация нефтепродуктов в водах. Методика выполнения измерений ИК-фотометрическим методом: Руководящий документ : издание официальное : утвержден Заместителем Руководителя Росгидромета : введен взамен РД 52.14.476-95 : дата введения 2007.02.20 / разработчик Гидрохимический институт, Ростов-на-Дону : Росгидромет, 2007. 31 с. Текст непосредственный.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Горяева Людмила Ивановна – канд. хим. наук, ведущий научный сотрудник Уральского научно-исследовательского института метрологии – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».
Россия, 620075, г. Екатеринбург,
ул. Красноармейская, 4
e-mail: gorieva@uniim.ru

Щукина Евгения Павловна – инженер Уральского научно-исследовательского института метрологии – филиала ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева».
Россия, 620075, г. Екатеринбург,
ул. Красноармейская, 4
e-mail: ShchukinaEP@uniim.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Lyudmila I. Goryaeva – Cand. Sci. (Chem.), Leading Researcher, UNIIM – Affiliated Branch of the D.I. Mendeleev Institute for Metrology
4 Krasnoarmeyskaya str., Ekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: gorieva@uniim.ru

Eugenia P. Shchukina – Engineer, UNIIM – Affiliated Branch of the D.I. Mendeleev Institute for Metrology
4 Krasnoarmeyskaya str., Ekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: ShchukinaEP@uniim.ru