

ВЧЕРА И СЕГОДНЯ ЛАБОРАТОРНОГО ЦЕНТРА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ООО «ЭКОХИМ»

Арапов В.О., Пашнин Д.А., Ковалева Н.Г.

В статье представлен опыт по разработке и производству стандартных образцов, предназначенных для метрологического обеспечения эколого-аналитических измерений и контроля параметров качества нефти и нефтепродуктов.

Ключевые слова: стандартный образец экотоксикантов, стандартный образец нефтепродуктов, стандартные образцы производства ООО «Экохим».

✓ **Ссылка при цитировании:** Арапов В.О., Пашнин Д.А., Ковалева Н.Г. Вчера и сегодня лабораторного центра стандартных образцов ООО «ЭКОХИМ» // Стандартные образцы. 2015. № 3. С. 64–70.

Авторы:

АРАПОВ В.О.

Генеральный директор ООО «Экохим»
Российская Федерация, 199178, г. Санкт-Петербург,
В. О., 17-я линия, 22, корп. И, оф. 403, 406
E-mail: info@ecohim.ru

КОВАЛЕВА Н.Г.

Начальник лабораторного центра СО ООО «Экохим»
Российская Федерация, 199178, г. Санкт-Петербург,
В. О., 17-я линия, 22, корп. И, оф. 403, 406
E-mail: kovaleva@ecohim.ru

ПАШНИН Д.А.

Коммерческий директор ООО «Экохим»

Принятые сокращения:

ДНП – давление насыщенных паров
ГСО – стандартный образец утвержденного типа (до 2009 года – Государственный стандартный образец)
СО – стандартный образец

СОП – стандартные образцы предприятия
ТВЗТ – температура вспышки в закрытом тигле
ТВОТ – температура вспышки в открытом тигле

Инновационное технологическое предприятие «Экохим» входит в группу компаний «Экрос», которая была основана в 1990 году в Санкт-Петербурге. Первые шаги «Экроса» связаны с диоксиновой проблемой, возникшей в начале 90-х годов. Тогда группа молодых ученых, занимавшихся вопросами сложного органического синтеза и анализа, а также вопросами приборостроения в нашей стране, объединилась для комплексного решения возникшей проблемы. Решение должно было включать создание аналитических и вспомогательных приборов, методическое и метрологическое обеспе-

чение работ по определению содержания диоксинов в объектах окружающей среды. Для контроля точности результатов анализов требовался стандартный образец. В результате проведенных экспериментальных работ были синтезированы пять наиболее токсичных изомеров полихлорированных дибензо-п-диоксинов (ПХДД): 2, 3, 7, 8 – ТХДД; 1, 2, 3, 7, 8 – ПХДД; 1, 2, 3, 4, 7, 8 – ГкХДД; 1, 2, 3, 4, 6, 7, 8 – ГХДД; 1, 2, 3, 4, 6, 7, 8, 9 – ОХДД; разработаны методика определения их чистоты, методика приготовления стандартного образца (СО) и в 1992 году был утвержден наш первый СО – СО состава раствора

полихлордibenзо-п-диоксинов в толуоле ГСО 6543–92, позднее ГСО 7852–2000.

С этого времени и ведет свой отсчет лаборатория стандартных образцов, которая в 2008 году вошла в состав ООО «Экохим» и стала лабораторным центром стандартных образцов. Наличие собственных измерительных приборов и возможность сотрудничества и координации с крупнейшими лабораториями Санкт-Петербурга и Ленинградской области позволяют нам проводить разработки СО для метрологического обеспечения анализов объектов окружающей среды, контроля параметров качества нефти и нефтепродуктов. В настоящий момент в лаборатории работают высокопрофессиональные сотрудники, имеющие высшее химическое образование (двое – кандидаты химических наук) и большой опыт работы в разных областях химии, включая химический анализ и органический синтез.

На сегодняшний день ООО «Экохим» выпускает 182 стандартных образца утвержденных типов (ГСО), из них 60 типов для метрологического обеспечения аналитических измерений объектов окружающей среды и пищевых продуктов, 122 типа для метрологического обеспечения измерений показателей нефти и нефтепродуктов, более 100 типов стандартных образцов предприятия (СОП). Полная номенклатура СО находится на сайте www.ecohim.ru в разделе «Каталог продукции».

ООО «Экохим» производит СО параметров качества нефти и нефтепродуктов практически по всем основным показателям, определение которых регламентируется нормативными документами (ТУ, ГОСТ и др.). СО предназначены для контроля точности испытаний нефти и нефтепродуктов, а также для поверки, градуировки и калибровки соответствующих средств измерений. Материал СО фасуется в стеклянные и полимерные флаконы объемом 100, 250, 500, 1000 см³, что позволяет потребителям гибко планировать свои потребности и экономить материальные средства. К материалам СО предъявляются такие общие требования, как максимальная приближенность по составу и свойству к испытываемому объекту, стабильность по составу и свойству в течение срока годности, однородность (или исследованная неоднородность).

При разработке и дальнейшем производстве СО специалисты ООО «Экохим» руководствуются физико-химическими свойствами материалов, используемых в качестве СО. Так, например, для показателя кинематической вязкости материал должен быть ньютоновской жидкостью. Этому требованию удовлетворяют минеральные масла, в отличие от нефти. С теоретической точки

зрения стандартные образцы кинематической вязкости на основе нефти, которая не является ньютоновской жидкостью, неоднородна по физико-химическим показателям, нестабильна во времени, подвержена процессам окисления и др., не могут иметь срок годности 1 год. Следует заметить, что все импортные СО кинематической вязкости изготовлены только на основе масел. СО вязкости (РЭВ) производства ООО «Экохим» изготовлены из трансформаторного, индустриального, авиационного масел, которые обеспечивают их стабильность в течение 1 года. Значения вязкости отдельных образцов аттестованы при разных температурах (20, 40, 50, 100 °С), что указывается в паспорте СО. Кроме кинематической вязкости аттестовано значение динамической вязкости. Аттестация СО выполняется с помощью высокоточных вискозиметров, что обеспечивает получение низкой погрешности и возможности их использования для поверки, градуировки и калибровки рабочих вискозиметров. Аттестованное значение прослеживается к единице кинематической вязкости, воспроизводимой Государственным первичным эталоном единицы кинематической вязкости жидкости ГЭТ 17–96.

Значение показателя давления насыщенных паров (ДНП) в случае жидкостей неоднородного состава при данной температуре является сложной функцией их состава и зависит от объема пространства, в котором находится паровая фаза. Для того чтобы потребители СО могли получать стабильные результаты, не зависящие от возможных изменений состава материала в процессе хранения и транспортирования, специалисты ООО «Экохим» используют индивидуальные растворители высокой степени чистоты. На аттестованном значении ДНП не скажется ни случайный пролив материала СО, ни открывание и переливание при повышенных температурах в процессе работы (кроме внесения посторонних веществ). Прослеживаемость аттестованного значения СО давления насыщенных паров к единице величины (избыточное давление (Па), температура (°С)) обеспечивается посредством использования поверенных средств измерений и строгим соблюдением условий и требований методики измерений и ГОСТ 1756–2000 [1].

Для показателя плотности нефтепродуктов используются также индивидуальные растворители высокой степени чистоты. При этом устраняются возможные изменения состава материала вследствие разной летучести компонентов, чем обеспечивается стабильность СО плотности. СО плотности жидкостей производства ООО «Экохим» (11 типов) обеспечивают наиболее широкий выбор по значениям плотности в диапазоне

от 690 до 1330 кг/м³, что позволяет потребителям для контроля точности измерений выбрать СО, наиболее близкий по значению к испытываемому материалу. Аттестованное значение плотности нефтепродуктов прослеживается к единице плотности, воспроизводимой Государственным первичным эталоном единицы плотности ГЭТ 18–2000 ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» (Санкт-Петербург).

СО содержания воды (ВН) и механических примесей (МПН) в нефти и нефтепродуктах выпускаются в форме фиксаналов, то есть потребитель должен использовать все содержимое флакона, при этом не требуется получения усредненной по содержанию воды или механических примесей пробы и взятия навески. Это способствует получению стабильных результатов по контролю точности испытаний.

СО содержания серы в нефти и нефтепродуктах (СН) производства ООО «Экохим» (15 типов) для рентгено-флуоресцентного анализа обеспечивают градуировку рентгено-флуоресцентных анализаторов серы в диапазоне от 0,005 до 5 %, не требуя дополнительных разбавлений СО. СО изготавливают из вазелинового масла, в котором методом ультрафиолетовой флуоресценции контролируется содержание серы и дибутилдисульфида.

В качестве материала для СО температуры вспышки в закрытом (ТВЗТ) и открытом тиглях (ТВОТ) используются чистые растворители и масла. Как показал наш опыт, СО температуры вспышки в открытом тигле ТВОТ-190, ТВОТ-230, ТВОТ-270 являются наиболее проблемными при использовании в испытательных лабораториях. Определение температуры вспышки в открытом тигле является испытанием в условиях априорной неравновесности процессов, происходящих в измерительной аппаратуре по ГОСТ 4333–87 [2]. Из-за высокой теплопроводности латунного тигля и относительно низкой теплопроводности испытываемого материала, а также отсутствия принудительного перемешивания образца в тигле возникает градиент температур испытываемого вещества по диаметру тигля и, соответственно, градиент насыщенности воспламеняемых паров над тиглем. В ГОСТ 4333–87 [2] и ASTM D 92-1 [3] есть указания, что за температуру вспышки следует принимать температуру, при которой возникает вспышка над внутренней поверхностью тигля. Невыполнение данной рекомендации приводит к неправильной регистрации температуры вспышки. Наши многократные наблюдения иногда показывают существенный разброс значений температуры вспышки, неудовлетворяющий требованиям повторяемости и воспроизводимости. Это

подтверждают и результаты некоторых испытательных лабораторий. Так, результаты испытаний экзemplяров одной партии ГСО 8154–2002 – ТВОТ-230-ЭК, выполненные в 20 производственных химических лабораториях одного из филиалов ООО «Газпромтрансгаза», показали максимальное расхождение между результатами испытаний: 37 °С при нормативе воспроизводимости по ГОСТ 4333–87 [2] 16 °С.

Разработка наших стандартных образцов осуществляется в тесном сотрудничестве и координации с метрологическими учреждениями – ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», ФГУП «УНИИМ», «Тест-С.-Петербург», лабораториями химического факультета Санкт-Петербургского госуниверситета, ФГУП «РНЦ «Прикладная химия», НИИ гигиены, профпатологии и экологии человека Министерства здравоохранения РФ, крупными производственными предприятиями. Так, совместно с ООО «КИНЕФ» (г. Кириши, Ленинградская обл.) разработан СО содержания полициклических ароматических углеводородов в дизельном топливе (ПАУ-ДТ) ГСО 10130–2012 для контроля точности измерений по ГОСТ Р ЕН 12916–2008 «Определение типов ароматических углеводородов в средних дистиллятах. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии с детектированием по коэффициенту рефракции» [4]. Аттестуемыми характеристиками СО являются:

- массовая доля моноароматических углеводородов (МАУ), интервал допускаемых аттестованных значений – от 6,00 до 30,00 %;
- массовая доля диароматических углеводородов (ДАУ), интервал допускаемых аттестованных значений – от 1,00 до 10,00 %;
- массовая доля три+ароматических углеводородов (Т+АУ), интервал допускаемых аттестованных значений – от 0,10 до 2,00 %;
- массовая доля полициклических ароматических углеводородов (ПОЛИ-АУ), интервал допускаемых аттестованных значений – от 1,10 до 12,00 %.

Для метрологического обеспечения требований технического регламента «О требованиях к автомобильному и авиационному бензинам, дизельному и судовому топливу, топливу для реактивных двигателей и топочному мазуту» [5] и ГОСТ Р 52368–2005 «Топливо дизельное ЕВРО. Технические условия» [6] разработан и выпускается СО фракционного состава и массовой доли воды в дизельном топливе (ФС-В-ДТ-ЭК) ГСО 10201–2013. СО ФС-В-ДТ-ЭК представляет собой дизельное топливо марки ЕВРО по ГОСТ Р 52368–2005 [6], в котором по результатам межлабораторных испытаний аттестованы массовая доля воды по К. Фишеру

ГОСТ Р 54281–2010 [8] и фракционный состав. На композиции СО нефтепродуктов в водорастворимой матрице, фракционного состава, щелочного числа, йодного числа, хлорорганических соединений в нефти получены патенты.

Для эколого-аналитических измерений неорганических веществ ООО «Экохим» производит СО состава водных растворов анионов: хлорид-, роданид-, бромид-, иодид-, сульфат, фосфат-, нитрит-, нитрат-, сульфид-ионов, ионов аммония, кальция, магния, хрома, железа, меди, цинка, никеля, кадмия, марганца, свинца, ртути, кобальта, кремния, общей жесткости воды. Перечисленные СО предназначены для градуировки фотоколориметров, спектрофотометров, полярографов, атомно-абсорбционных спектрофотометров при определении перечисленных ионов в воде, объектах окружающей среды, пищевых продуктах, а также для контроля точности результатов измерений. Специально для атомно-абсорбционного метода определения тяжелых металлов выпускается СО состава раствора ионов металлов КС-1 ГСО 7330–96, который представляет собой раствор десяти наиболее распространенных металлов (алюминий, кадмий, марганец, цинк, железо, медь, молибден, свинец, кобальт, никель), в азотной кислоте. В комплект поставки входит в качестве стабилизатора очищенная азотная кислота, необходимая для стабилизации растворов с низкими концентрациями перечисленных металлов. Материал СО состава растворов катионов готовится растворением чистых металлов в азотной кислоте, что исключает внесение примесей, содержащихся в соответствующих солях. Аттестованные значения стандартных образцов определяются по методикам измерений, позволяющим установить метрологическую прослеживаемость к единицам величин (массовая (молярная) доля и массовая (молярная) концентрации), воспроизводимым Государственным первичным эталоном единицы массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176–2013 ФГУП «УНИИМ» (Екатеринбург), к единице величины массы, воспроизводимой Государственным первичным эталоном единицы массы (килограмма) ГЭТ 3–2008 ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» (Санкт-Петербург).

ООО «Экохим» производит самый широкий перечень СО индивидуальных органических веществ и их растворов:

– СО состава раствора бенз(а)пирена в гексане и ацетонитриле для определения бенз(а)пирена в воде, почве,

пищевых продуктах методами газовой, высокоэффективной жидкостной хроматографии, спектрофотометрии и другими специальными методами;

– СО состава раствора полихлорированных дибензо-п-диоксинов в толуоле;

– СО состава растворов нефтепродуктов в четыреххлористом углероде, тетрахлорэтилене, нефтепродуктов в водорастворимой матрице, бромдихлорметана в метаноле, смеси ароматических углеводородов в гексане для определения газохроматографическим методом бензола и ароматических углеводородов в бензинах;

– СО состава чистых веществ ацетона, толуола, бензола, хлорбензола, фенола, 2,4-дихлорфенола, 2,4,6-трихлорфенола, пентахлорфенола, анионоактивного ПАВ додецилсульфата натрия.

Номенклатура производимых стандартных образцов предприятия (СОП) также достаточно обширна: комплект полиядерных ароматических углеводородов в ацетонитриле, состоящий из 17 соединений, комплекты хлорированных фенолов в метаноле, легколетучих галогенированных углеводородов, замещенных фенолов, а также около 40 наименований чистых веществ для газовой хроматографии, которые могут использоваться в качественном анализе как реперные точки, а также для градуировки хроматографов при полуколичественном и количественном анализе.

Разрабатывая СО органических веществ, ООО «Экохим» сталкивается прежде всего с их многообразием, обусловленным спецификой самой органической молекулы: в качестве примесей органические соединения содержат, как правило, ближайшие гомологи или изомеры, то есть вещества, обладающие близкими химическими и физическими свойствами. Отсюда трудности очистки органических веществ и их анализа. Разработка любого СО органического вещества начинается с изучения его состава, который существенно зависит от состава исходного сырья, способа получения, производителя, и т. д. Для обнаружения и идентификации примесей используется комплекс методов органического анализа, но основную роль играют хроматографические методы, для которых до 2015 года было затруднительно обеспечить метрологическую прослеживаемость к единицам величин, воспроизводимым Государственными первичными эталонами.

Утверждение в конце 2014 года Государственного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии

с изотопным разбавлением и гравиметрии ГЭТ 208–2014 ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» (Санкт-Петербург) позволит проводить работы по установлению метрологической прослеживаемости результатов измерений показателей состава в органических жидкостях. Однако отсутствие в России СО состава органических веществ, выполняющих функцию эталонов сравнения или вторичных эталонов по государственной поверочной схеме ГОСТ Р 8.735.0–2011 «Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Основные положения» [8], существенно затрудняет оперативное ведение работы по измерениям показателей состава в органических веществах, обеспечивая метрологическую прослеживаемость.

Ухудшение экологической обстановки из-за новых высокотоксичных загрязнителей, как правило, органической природы, расширяет перечень веществ, содержание которых в объектах окружающей среды подлежит обязательному контролю. Для получения достоверных результатов анализа необходимы СО веществ анализируемых токсикантов. Перечень СО органических веществ в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов весьма скуден, одна из причин этого – в сложности разработки и некупаемости таких образцов. Специалисты ООО «Экохим» неоднократно обращали внимание на вопрос разработки СО индивидуальных полихлорированных бифенилов (ПХБ). В связи с широким использованием ПХБ в промышленности и значительными загрязнениями окружающей среды возрастает актуальность их определения. Технические смеси ПХБ получают прямым хлорированием бифенила, при этом теоретически может быть получено 209 соединений-конгенов. При определении ПХБ в почве, донных отложениях, природной и питьевой воде для градуировки хроматографов требуются не все эти 209 соединений, а только 17, которые выступают в качестве реперных точек. В России выпускается единственный СО, в котором аттестованы 4 конгенера, остальные СО состава растворов совола и арохлоров с аттестованной суммарной концентрацией смеси ПХБ не могут решить проблему градуировки хроматографов. Необходимые стандартные образцы есть только за рубежом, очень дорого стоят и не всегда доступны нашим лабораториям. Разработка отечественных СО состава растворов индивидуальных ПХБ очень актуальна, но на данный момент основная трудность заключается в ее высокой стоимости, которая вклю-

чает синтез или закупку исходных индивидуальных ПХБ в необходимом количестве, разработку методики измерений с ее аттестацией, проведение испытаний СО в целях утверждения типа. Понесенные затраты вряд ли окупятся за время действия свидетельства об утверждении типа ГСО. Следует сказать, что за последние год-два стоимость услуг государственных метрологических организаций (аттестация методик измерений, проведение испытаний СО в целях утверждения типа) выросла в несколько раз. Такая тенденция может привести только к одному: сокращению числа разработок новых ГСО, перевод ГСО после окончания срока действия свидетельства об утверждении типа СО в ранг СОП.

Считаем, что сегодня, когда в стране работают проекты по улучшению демографической ситуации, улучшению уровня и качества жизни человека, решению экологических проблем, крайне необходима Государственная программа по развитию и улучшению метрологического обеспечения эколого-аналитических измерений, без которых невозможна объективная оценка состояния окружающей среды.

Анализируя динамику наших продаж СО экотоксикантов, специалисты ООО «Экохим» наблюдают наряду с постоянным ростом продаж СО состава неорганических веществ, рост продаж СО состава органических веществ в целом. При этом в самой группе таких СО наблюдаем повышение продаж СО состава растворов полиядерных ароматических углеводородов, в том числе бенз(а)пирена, нефтепродуктов в четыреххлористом углероде, водорастворимой матрице и одновременно падение продаж СО состава хлорированных фенолов, которые выпускаются совместно с ООО «ЦСОВВ» (Санкт-Петербург), у которых наблюдается такая же тенденция продаж. Возможно, причина в том, что число анализов по контролю содержания хлорированных фенолов в объектах окружающей среды необоснованно сокращается.

Еще один наш печальный опыт. В 2002 году нами совместно с ФГУП «УНИИМ» был разработан СО состава сухарей пшеничных (ГСО 8101–2002). СО представлял собой естественную матрицу сухарей с аттестованным значением массовой доли меди, кадмия, свинца, цинка и предназначался для контроля точности методик измерений массовой доли указанных металлов в хлебобулочных, макаронных и сухарных изделиях. По заказу ФГУП «УНИИМ» для проведения межлабораторных сравнительных испытаний были выпущены 4 партии СО состава сухарей, последняя – в 2004 году. Результаты МСИ

неоднократно показывали высокую однородность СО и положительные отклики потребителей. Но в последние годы продажи этого стандартного образца упали настолько, что мы вынуждены были не продлевать срок действия свидетельства об утверждении типа СО. О чем может свидетельствовать этот факт? Вероятно, о том, что испытательные лаборатории, определяющие массовую долю меди, цинка, кадмия, свинца в хлебобулочных, макаронных и сухарных изделиях, не проводят контроль точности измерений с помощью единственного в стране ГСО, предназначенного для этих целей, тем самым не обеспечивают единство, сопоставимость и метрологическую прослеживаемость измерений. Очевидно, что введение новых нормативных документов, предписывающих проведение оперативного и статистического контроля точности измерений, системы аккредитации и сертификации лабораторий, не является достаточной гарантией проведения такого контроля, в частности с использованием СО.

БЛАГОДАРНОСТИ

Подводя итоги, хочется отметить, что работа в такой специфической области, как создание СО, познакомила нас со многими высокопрофессиональными специалистами – нашими коллегами из разных городов России. Это Н.Н. Трифонова («Сибцветметниипроект», Красноярск), Н.Д. Сергиенко («Виктори-Стандарт», Екатеринбург), С.Б. Шубина («Уральский институт металлов», Екатеринбург), М.Л. Карпюк («ЭКМЕТС», Москва), А.Н. Атанов (ООО «ЦСОБВ», Санкт-Петербург), М.М. Залетина («Экоаналитика», Москва), А.Х. Мухамедзянов («ИНТЕГРСО», Уфа), Д.Г. Лисиенко и М.А. Домбровская (УрФУ, Екатеринбург) и многие другие. Также хочется выразить благодарность сотрудникам Научного методического центра Государственной службы стандартных образцов ФГУП «УНИИМ» [9], у которых мы учились и продолжаем учиться: И.Е. Добровинскому, В.И. Паневой, Е.В. Осинцевой, Л.П. Остапук, Т.А. Кочневой, С.А. Агишевой и многим другим.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ 1756–2000 Нефтепродукты. Определение давления насыщенных паров. Минск: Изд-во стандартов, 2001. 19 с.
2. ГОСТ 4333–87 Нефтепродукты. Методы определения температур вспышки и воспламенения в открытом тигле. М.: Стандартиформ, 2005. 8 с.
3. ASTM D 92-12b Standard test method for flash and fire point by Cleveland open cup. USA: ASTM International, 11 p.
4. ГОСТ Р ЕН 12916–2008 Нефтепродукты. Определение типов ароматических углеводородов в средних дистиллятах. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии с детектированием по коэффициенту рефракции. М.: Стандартиформ, 2008. 18 с.
5. ТР ТС 013/2011 Технический регламент Таможенного союза «О требованиях к автомобильному и авиационному бензину, дизельному и судовому топливу, топливу для реактивных двигателей и топочному мазуту» // Евразийская экономическая комиссия [сайт]. URL: http://www.eurasiancommission.org/ru/act/txnnreg/deptexreg/tr/Documents/P_826_1.pdf (дата обращения: 10.03.2015).
6. ГОСТ Р 52368–2005 (ЕН 590:2009) Топливо дизельное евро. Технические условия. М.: Стандартиформ, 2009. 30 с.
7. ГОСТ Р 54281–2010 Нефтепродукты, смазочные масла и присадки. Метод определения воды кулонометрическим титрованием по Карлу Фишеру. М.: Стандартиформ, 2012. 15 с.
8. ГОСТ Р 8.735.0–2011 Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Основные положения. М.: Стандартиформ, 2012. 11 с.
9. *Осинцева Е.В.* Задачи и функции ФГУП «УНИИМ» – Научного методического центра Государственной службы стандартных образцов // Стандартные образцы. 2012. № 3. С. 15–40.

YESTERDAY AND TODAY THE CENTER OF LABORATORY REFERENCE MATERIALS LTD «ECOХИМ»

V.O. Arapov, D.A. Pashnin, N.G. Kovaleva

Ecohim Ltd. («Ecos» Group of Companies)
off. 406 BS Senator, V.O. 17-th line, 22 «I»,
St-Petersburg, 199178, Russian Federation

The article describes the experience of the development and production of certified reference materials intended for metrological maintenance of ecological and analytical measurement and control oil product quality.

Key words: certified reference material of ecotoxicants, certified reference material of oil, certified reference material produced by Ltd Ecohim.

✓ **When quoting reference:** Arapov V.O., Pashnin D.A., Kovaleva N.G. Vchera i segodnia laboratornogo tsentra standartnykh obraztsov ООО «EKOХИМ» [Yesterday and today the center of laboratory reference materials LTD «ECOХИМ»]. *Standartnye obraztsy – Reference materials*, 2015, No. 3, pp. 64–70. (In Russian).

REFERENCES:

1. GOST 1756–2000 Nefteprodukty. Opredelenie davleniia nasyshchennykh parov [Petroleum products. Determination of saturated vapours pressure]. Minsk, Izdatel'stvo standartov, 2001, 19 p. (In Russian).
2. GOST 4333–87 Nefteprodukty. Metody opredeleniia temperatur vspyshki i vospla-meneniia v otkrytom tigle [Petroleum products. Methods for determination of flash and ignition points in open crucible]. Moscow, Standartinform Publ., 2005, 8 p. (In Russian).
3. ASTM D 92-1 Standart test method for flash and fire point by Cleveland open cup.
4. GOST R EN 12916:2006 Nefteprodukty. Opredelenie tipov aromaticeskikh uglevodorodov v srednikh distilliatakh. Metod vysokoëffektivnoj zhidkostnoj khromatografii s detektirovaniem po koëffitsientu refraktsii [Petroleum products – Determination of aromatic hydrocarbon types in middle distillates – High performance liquid chromatography method with refractive index detection (IDT)]. Moscow, Standartinform Publ., 2008, 18 p. (In Russian).
5. TR TS 013/2011 Tekhnicheskij reglament Tamozhennogo soiuz. O trebovaniiah k avtomobil'nomu i aviatsionnomu benzinu, dizel'nomu i sudovomu toplivu, toplivu dlia reaktivnykh dvigatelej i topochnomu mazutu (2011). Available at: www.eurasiancommission.org/ru/act/tehnreg/deptexreg/tr/Documents/P_826_1.pdf [accessed 3 March 2015]. (In Russian).
6. GOST R 52368–2005 (EN 590:2009) Topливо dizel'noe èvro. Tekhnicheskie usloviia [EN 590:2009 Automotive fuels – Diesel – Requirements and test methods (MOD)]. Moscow, Standartinform Publ., 2009, 30 p. (In Russian).
7. GOST R 54281–2010 Nefteprodukty, smazochnye masla i prisadki. Metod opredeleniia vody kulonometricheskim titrovaniem po Karlu Fisheru [Petroleum products, lubricating oils and additives. Test method for determination of water by coulometric Karl Fischer titration]. Moscow, Standartinform Publ., 2012, 15 p. (In Russian).
8. GOST R 8.735.0–2011 Gosudarstvennaia poverochnaia skhema dlia sredstv izmerenij sodержaniia komponentov v zhidkikh i tvërdykh 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 Publ., 2012, 11 p. (In Russian).
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. (In Russian).