

ОПИСАНИЕ ТИПА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА СТАНДАРТНЫЙ ОБРАЗЕЦ СОДЕРЖАНИЯ МЕТАЛЛОВ В НЕФТЕПРОДУКТАХ (СО СМН-ПА)

ГСО 10066-2012

Назначение стандартного образца: аттестация методик измерений и контроль точности результатов измерений содержания металлов в нефти и нефтепродуктах по ГОСТ Р 52530-2006, ГОСТ Р 51942-2019, ГОСТ Р ЕН 237-2008, ГОСТ 28828-90, ГОСТ Р 54278-2010, ГОСТ Р 51925-2011, ГОСТ 25784-83, ASTM D4927, ASTM D5863, ФР.1.31.2014.17352, ГОСТ 32350-2013, ГОСТ 32514-2013, ГОСТ ЕН 237-2013, ГОСТ 13538-68, ГОСТ 34242-2017, ГОСТ 33158-2014, ГОСТ 33899-2016, ГОСТ 13210-72, ГОСТ 33904-2016, ГОСТ 10364-90, ГОСТ Р 8.783-2012, ГОСТ Р 52666-2006, ГОСТ 33305-2015, ASTM D3237, ASTM D4628, ISO 14597:1997, ASTM D5184, ASTM D3605, ASTM D6595, ASTM D5185, ISO 10478:1994, ISO 8691:1994, ASTM D4951. Стандартный образец может применяться:

- для поверки средств измерений при условии его соответствия обязательным требованиям, установленным в поверочных схемах и методиках аттестации эталонов единиц величин или методиках поверки средств измерений;
- для калибровки средств измерений при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках калибровки средств измерений;
- для установления и контроля стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики при соответствии метрологических характеристик стандартного образца требованиям методики измерений.

Стандартный образец может применяться в качестве внутреннего стандарта при измерении массовой концентрации хлорорганических соединений по ГОСТ Р 52247-2004 (метод В) и ГОСТ 33342-2015 (метод В).

Область промышленности, производства, где преимущественно надлежит применять стандартный образец: нефтехимическая, нефтеперерабатывающая, химическая промышленности.

Описание стандартного образца: стандартный образец представляет собой раствор октоатов железа, марганца, свинца, никеля, цинка, меди, алюминия, бария, кальция, висмута, ванадия, молибдена, хрома, олова, кобальта, титана, серебра, натрия, калия, магния, иттрия и лантана (продукты компании abcr, Германия и Sigma-Aldrich, США) (содержат 2-этилгексановую кислоту, уайт-спирит, нафтеновую кислоту, гексан и белое минеральное масло), в смеси о-ксилол («ч.д.а» по СТП ТУ СОМР 2-081-08) – н-декан эталонный (по СТП ТУ КОМП 2-512-12) (1:9), разлитый в стеклянную ампулу вместимостью 5 см³ или стеклянный флакон вместимостью 5 см³, 10 см³, 15 см³, 25 см³ или 50 см³. Объем материала СО в ампуле должен составлять не менее 5 см³. Объем материала СО во флаконе должен составлять не менее 5 см³, 10 см³, 15 см³, 25 см³ или 50 см³.

Форма выпуска: серийное производство периодически повторяющимися партиями.

Метрологические характеристики: аттестуемые характеристики – массовая доля (мг/кг) и массовая концентрация металлов (мг/дм³).

Т а б л и ц а 1 - Нормированные метрологические характеристики

Аттестуемая характеристика СО	Интервал допускаемых аттестованных значений СО	Границы допускаемых значений относительной погрешности СО при P=0,95, %
Массовая доля железа, млн ⁻¹ (мг/кг)	от 0,03 до 5500 вкл.	±4
Массовая концентрация железа, мг/дм ³	от 0,02 до 4000 вкл.	±4
Массовая доля марганца, млн ⁻¹ (мг/кг)	от 0,03 до 5500 вкл.	±4
Массовая концентрация марганца, мг/дм ³	от 0,02 до 4000 вкл.	±4
Массовая доля свинца, млн ⁻¹ (мг/кг)	от 0,03 до 5500 вкл.	±4
Массовая концентрация свинца, мг/дм ³	от 0,02 до 4000 вкл.	±4
Массовая доля никеля, млн ⁻¹ (мг/кг)	от 0,03 до 5500 вкл.	±4
Массовая концентрация никеля, мг/дм ³	от 0,02 до 4000 вкл.	±4
Массовая доля цинка, млн ⁻¹ (мг/кг)	от 0,03 до 11000 вкл.	±4
Массовая концентрация цинка, мг/дм ³	от 0,02 до 7500 вкл.	±4
Массовая доля меди, млн ⁻¹ (мг/кг)	от 0,03 до 5500 вкл.	±4
Массовая концентрация меди, мг/дм ³	от 0,02 до 4000 вкл.	±4
Массовая доля алюминия, млн ⁻¹ (мг/кг)	от 0,03 до 5500 вкл.	±4
Массовая концентрация алюминия, мг/дм ³	от 0,02 до 4000 вкл.	±4
Массовая доля бария, млн ⁻¹ (мг/кг)	от 0,03 до 11000 вкл.	±4
Массовая концентрация бария, мг/дм ³	от 0,02 до 7500 вкл.	±4
Массовая доля кальция, млн ⁻¹ (мг/кг)	от 0,03 до 11000 вкл.	±4
Массовая концентрация кальция, мг/дм ³	от 0,02 до 7500 вкл.	±4
Массовая доля висмута, млн ⁻¹ (мг/кг)	от 0,03 до 5500 вкл.	±4
Массовая концентрация висмута, мг/дм ³	от 0,02 до 4000 вкл.	±4
Массовая доля ванадия, млн ⁻¹ (мг/кг)	от 0,03 до 5500 вкл.	±4
Массовая концентрация ванадия, мг/дм ³	от 0,02 до 4000 вкл.	±4
Массовая доля молибдена, млн ⁻¹ (мг/кг)	от 0,03 до 5500 вкл.	±4
Массовая концентрация молибдена, мг/дм ³	от 0,02 до 4000 вкл.	±4
Массовая доля хрома, млн ⁻¹ (мг/кг)	от 0,03 до 5500 вкл.	±4
Массовая концентрация хрома, мг/дм ³	от 0,02 до 4000 вкл.	±4
Массовая доля олова, млн ⁻¹ (мг/кг)	от 0,03 до 5500 вкл.	±4
Массовая концентрация олова, мг/дм ³	от 0,02 до 4000 вкл.	±4
Массовая доля кобальта, млн ⁻¹ (мг/кг)	от 0,03 до 5500 вкл.	±4
Массовая концентрация кобальта, мг/дм ³	от 0,02 до 4000 вкл.	±4
Массовая доля титана, млн ⁻¹ (мг/кг)	от 0,03 до 5500 вкл.	±4
Массовая концентрация титана, мг/дм ³	от 0,02 до 4000 вкл.	±4
Массовая доля серебра, млн ⁻¹ (мг/кг)	от 0,03 до 5500 вкл.	±4
Массовая концентрация серебра, мг/дм ³	от 0,02 до 4000 вкл.	±4
Массовая доля натрия, млн ⁻¹ (мг/кг)	от 0,03 до 5500 вкл.	±4
Массовая концентрация натрия, мг/дм ³	от 0,02 до 4000 вкл.	±4
Массовая доля калия, млн ⁻¹ (мг/кг)	от 0,03 до 5500 вкл.	±4
Массовая концентрация калия, мг/дм ³	от 0,02 до 4000 вкл.	±4

Окончание таблицы 1

Аттестуемая характеристика СО	Интервал допускаемых аттестованных значений СО	Границы допускаемых значений относительной погрешности СО при P=0,95, %
Массовая доля магния, млн ⁻¹ (мг/кг)	от 0,03 до 5500 вкл.	±4
Массовая концентрация магния, мг/дм ³	от 0,02 до 4000 вкл.	±4
Массовая доля иттрия, млн ⁻¹ (мг/кг)	от 0,03 до 5500 вкл.	±4
Массовая концентрация иттрия, мг/дм ³	от 0,02 до 4000 вкл.	±4
Массовая доля лантана, млн ⁻¹ (мг/кг)	от 0,03 до 5500 вкл.	±4
Массовая концентрация лантана, мг/дм ³	от 0,02 до 4000 вкл.	±4

Срок годности экземпляра: 5 лет.

Знак утверждения типа: наносят полиграфическим способом в правый верхний угол первого листа паспорта стандартного образца утвержденного типа и в правый верхний угол этикетки стандартного образца утвержденного типа.

Комплектность стандартного образца: в комплект поставки входят один экземпляр СО, паспорт стандартного образца и этикетка, оформленные по ГОСТ Р 8.691-2010 «ГСИ. Стандартные образцы материалов (веществ). Содержание паспортов и этикеток».

Документы, устанавливающие требования к стандартному образцу:

1. Техническая документация, по которой выпущен (будет выпускаться) стандартный образец:

– Утвержденного типа стандартный образец содержания металлов в нефтепродуктах. Техническое задание, утверждённое ООО «Петроаналитика» 12.10.2011 с изм. № 1 от 22.05.2017 и изм. № 2 от 10.10.2019 г.;

– Программа испытаний стандартного образца в целях утверждения типа, утвержденная ООО «Петроаналитика» 12.10.2011;

– Программа определения метрологических характеристик стандартного образца содержания металлов в нефтепродуктах повторных выпусков, утвержденная ООО «Петроаналитика» 01.10.2019;

– «Программа испытаний стандартного образца содержания металлов в нефтепродуктах (СО СМН-ПА) (ГСО 10066-2012) в целях утверждения типа в части вносимых изменений в описание типа, влияющих на метрологические характеристики», утвержденная УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» 18.08.2020 г.

2. Документы, определяющие применение стандартного образца:

- на методики измерений:

ASTM D 4927. Standard Test Methods for Elemental Analysis of Lubricant and Additive Components – Barium, Calcium, Phosphorus, Sulfur, and Zinc by Wavelength-Dispersive X-Ray Fluorescence Spectroscopy (АСТМ Д 4927. Стандартные методы элементного анализа смазок и присадок – определение бария, кальция, фосфора, серы и цинка с помощью рентгеновской флуоресцентной спектроскопии с дисперсией по длинам волн).

- ASTM D 5863. Standard Test Methods for Determination of Nickel, Vanadium, Iron, and Sodium in Crude Oils and Residual Fuels by Flame Atomic Absorption Spectrometry (АСТМ Д 5863. Стандартные методы определения никеля, ванадия, железа и натрия в сырой нефти и нефтяных топливах с помощью пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии).
- ГОСТ Р 51942-2019. Бензины. Определение свинца методом атомно-абсорбционной спектроскопии.
- ГОСТ Р ЕН 237-2008. Нефтепродукты жидкие. Определение малых концентраций свинца методом атомно-абсорбционной спектроскопии.
- ГОСТ Р 52530-2006. Бензины автомобильные. Фотоколориметрический метод определения железа.
- ГОСТ 28828-90. Бензины. Метод определения свинца.
- ГОСТ Р 51925-2011. Бензины. Определение марганца методом атомно-абсорбционной спектроскопии.
- ГОСТ Р 54278-2010. Бензин автомобильный. Методы определения свинца рентгеновской спектроскопией.
- ГОСТ 25784-83. Топливо нефтяное для газотурбинных установок. Метод определения натрия, калия и кальция.
- ФР.1.31.2014.17352. Методика измерений массовой доли свинца, цинка, никеля, железа, марганца, ванадия в нефти и нефтепродуктах рентгенофлуоресцентным методом с применением аппаратов рентгеновских для спектрального анализа СПЕКТРОСКАН МАКС (№ М-049 М/12).
- ГОСТ 32350-2013. Бензины. Определение свинца методом атомно-абсорбционной спектроскопии.
- ГОСТ 32514-2013. Бензины автомобильные. Фотоколориметрический метод определения железа.
- ГОСТ ЕН 237-2013. Нефтепродукты жидкие. Определение низких концентраций свинца методом атомно-абсорбционной спектроскопии.
- ГОСТ 13538-68. Присадки и масла с присадками. Метод определения содержания бария, кальция и цинка комплексонометрическим титрованием.
- ГОСТ Р 52247-2004 (метод В). Нефть. Методы определения хлорорганических соединений.
- ГОСТ 33342-2015 (метод В). Нефть. Методы определения органического хлора.
- ГОСТ 34242-2017. Нефть и нефтепродукты. Определение никеля, ванадия и железа методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой.
- ГОСТ 33158-2014. Бензины. Определение марганца методом атомно-абсорбционной спектроскопии.
- ГОСТ 33899-2016. Бензин. Определение содержания свинца методами рентгеновской спектроскопии.
- ГОСТ 13210-72. Бензины. Метод определения содержания свинца комплексонометрическим титрованием.
- ГОСТ 33904-2016. Масла смазочные. Определение содержания бария, кальция, магния и цинка методом атомно-абсорбционной спектроскопии.
- ГОСТ 10364-90. Нефть и нефтепродукты. Метод определения ванадия.
- ГОСТ Р 8.783-2012. Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Бензин автомобильный. Прямой метод определения свинца, железа и марганца.
- ГОСТ Р 52666-2006. Масла смазочные. Определение концентраций бария, кальция, магния и цинка методом атомно-абсорбционной спектроскопии.

ГОСТ 33305-2015. Масла смазочные. Метод определения фосфора, серы, кальция и цинка энергодисперсионной рентгенофлуоресцентной спектроскопией.

ASTM D3237. Standard Test Method for Lead in Gasoline by Atomic Absorption Spectroscopy. (АСТМ Д 3237. Стандартный метод определения свинца в бензине атомно-абсорбционной спектроскопией.)

ASTM D4628. Standard Test Method for Analysis of Barium, Calcium, Magnesium, and Zinc in Unused Lubricating Oils by Atomic Absorption Spectrometry. (АСТМ Д4628. Стандартный метод определения содержания бария, кальция, магния и цинка в неотработанных смазочных маслах атомно-абсорбционной спектрометрией.)

ISO 14597:1997. Petroleum products - Determination of vanadium and nickel content - Wavelength-dispersive X-ray fluorescence spectrometry. (ИСО 14597:1997. Нефтепродукты. Определение содержания ванадия и никеля. Рентгеновская флуоресцентная спектрометрия с дисперсией по длине волны.)

ASTM D5184. Standard Test Methods for Determination of Aluminum and Silicon in Fuel Oils by Ashing, Fusion, Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry, and Atomic Absorption Spectrometry. (АСТМ Д5184. Стандартный метод определения содержания алюминия и кремния в топливах методом озоления, плавления, атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой и атомно-абсорбционной спектрометрии.)

ASTM D3605. Standard Test Method for Trace Metals in Gas Turbine Fuels by Atomic Absorption and Flame Emission Spectroscopy. (АСТМ Д3605. Стандартный метод определения следовых количеств металлов в топливах для газотурбинного двигателя с помощью атомно-абсорбционной и пламенно-эмиссионной спектроскопии.)

ASTM D6595. Standard Test Method for Determination of Wear Metals and Contaminants in Used Lubricating Oils or Used Hydraulic Fluids by Rotating Disc Electrode Atomic Emission Spectrometry. (АСТМ Д6595. Стандартный метод определения металлов износа и загрязняющих веществ в отработанных смазочных маслах или отработанных рабочих жидкостях при помощи атомно-эмиссионной спектрометрии с вращающимся дисковым электродом.)

ASTM D5185. Standard Test Method for Multielement Determination of Used and Unused Lubricating Oils and Base Oils by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES). (АСТМ Д5185. Стандартный метод многоэлементного анализа отработанных и неотработанных смазочных масел и базовых масел методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП).)

ISO 10478:1994. Petroleum products - Determination of aluminium and silicon in fuel oils - Inductively coupled plasma emission and atomic absorption spectroscopy methods. (ИСО 10478:1994. Нефтепродукты. Определение содержания алюминия и кремния в нефтяном топливе. Спектроскопические методы эмиссии индуктивно связанной плазмы и атомной абсорбции.)

ISO 8691:1994. Petroleum products. Low levels of vanadium in liquid fuels. Determination by flameless atomic absorption spectrometry after ashing. (ИСО 8691:1994. Нефтепродукты. Низкие уровни содержания ванадия в жидком топливе. Определение с помощью спектрометрического метода атомной абсорбции без пламени после озоления.)

ASTM D4951. Standard Test Method for Determination of Additive Elements in Lubricating Oils by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry. (АСТМ Д4951. Стандартный метод определения элементов присадок в смазочных маслах методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой.)

-на методики поверки:

МП-242-2040-2016. «Анализаторы рентгеновские флуоресцентные волнодисперсионные «СПЕКТРОСКАН MSW». Методика поверки».

МП-242-2031-2016. «Спектрометры оптические эмиссионные R3 ROTROIL. Методика поверки».

МП 242-1795-2015. «Спектрометры рентгенофлуоресцентные многоэлементные HD MAXINE. Методика поверки».

МП 79-241-2019. «Анализаторы рентгенофлуоресцентные Sindie. Методика поверки».

- другие документы:

РМГ 54-2002 «ГСИ. Характеристики градуировочных средств измерений состава и свойств веществ и материалов. Методика выполнения измерений с использованием стандартных образцов»;

РМГ 76-2014 «ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа»;

РМГ 61-2010 «ГСИ. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки».

3. Периодичность актуализации технической документации на стандартный образец: не реже одного раза в пять лет.

Номер экземпляра (партии), дата выпуска: представлены в целях внесения изменений в описание типа стандартного образца партии № 206 и 207, выпущенные 19 сентября 2019 г.

Изготовитель: Общество с ограниченной ответственностью «Петроаналитика» (ООО «Петроаналитика»), 190020, г. Санкт-Петербург, ул. Бумажная, д. 17. ИНН 7805523334.

Заявитель: Общество с ограниченной ответственностью «Петроаналитика» (ООО «Петроаналитика»), 190020, г. Санкт-Петербург, ул. Бумажная, д. 17.

Испытательный центр: Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»), 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, д. 4, аттестат аккредитации в области обеспечения единства измерений № РОСС RU.0001.310442.

Заместитель
Руководителя Федерального агентства
по техническому регулированию
и метрологии

подпись

А.В. Кулешов
расшифровка подписи

М.П. « ____ » _____ 2020 г.