

УТВЕРЖДАЮ  
Генеральный директор

*В.А. Маловецкий*

« \_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 2022 г.

# О т ч е т   п о   р а у н д у

## «Нефть-1»

Шифр отчета: Н-22-1  
№ программы: ПР-ПК-002  
№ раунда: 1

Период  
проведения ПК: 28.02.2022 – 11.05.2022

**Составитель:**  
Координатор программы ПК

\_\_\_\_\_ *Ю.Б. Моргалюк*

**Проверил:**  
Начальник ООПК

\_\_\_\_\_ *Н.С. Афанасьев*

Санкт-Петербург  
2022 г.

## СОДЕРЖАНИЕ

|                                                                  |    |
|------------------------------------------------------------------|----|
| СОКРАЩЕНИЯ .....                                                 | 3  |
| ВВЕДЕНИЕ .....                                                   | 3  |
| 1. ССЫЛКИ НА СВЯЗАННЫЕ ДОКУМЕНТЫ .....                           | 3  |
| 2. ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ .....                         | 4  |
| 2.1. Образцы для проверки квалификации.....                      | 4  |
| 2.2. Аккредитация .....                                          | 5  |
| 2.3. Конфиденциальность .....                                    | 5  |
| 3. ОБРАЗЦЫ ДЛЯ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ .....                       | 6  |
| 3.1. Оценка однородности образцов.....                           | 6  |
| 3.2. Оценка стабильности образцов.....                           | 6  |
| 3.3. Дополнительная информация .....                             | 7  |
| 4. ПРЕДСТАВЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ .....         | 7  |
| 4.1. Статистическая обработка.....                               | 7  |
| 4.2. Графическое представление результатов .....                 | 8  |
| 4.3. Критерии для оценивания характеристик функционирования..... | 8  |
| 5. ОЦЕНКА РЕЗУЛЬТАТОВ.....                                       | 10 |
| 5.1. Сводная оценка результатов раунда .....                     | 10 |
| 5.2. Оценка общего количества полученных результатов .....       | 11 |
| 5.3. Сравнение результатов участников прошлых раундов .....      | 12 |
| 5.4. Результаты статистической обработки данных участников ..... | 13 |

## СОКРАЩЕНИЯ

**ПК** – проверка квалификации

**ОПК** – образец для проверки квалификации

**НД** – нормативный документ

## ВВЕДЕНИЕ

|                                  |                                                                               |
|----------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------|
| Провайдер ПК:                    | ООО «СпектроХим»                                                              |
| Адрес:                           | 190103, Россия, г. Санкт-Петербург, ул. Циолковского, д. 10А, 3Н, оф. 322-328 |
| Контактный телефон:              | +7 (812) 655-09-19                                                            |
| Интернет-сайт:                   | <a href="http://www.gso.ru">www.gso.ru</a>                                    |
| Электронная почта:               | <a href="mailto:msi@gso.ru">msi@gso.ru</a>                                    |
| Координатор программы ПК:        | Моргалюк Ю.Б.                                                                 |
| Контактный телефон координатора: | +7 (812) 655-09-19 доб. 2                                                     |
| Электронная почта координатора:  | <a href="mailto:morgalyukub@gso.ru">morgalyukub@gso.ru</a>                    |

С 2021 года компания ООО «СпектроХим» проводит проверку квалификации лабораторий по направлению «Нефть и нефтепродукты». ООО «СпектроХим» реализует программы проверки квалификации по параллельной схеме.

В отчете представлены результаты проверки квалификации участников по раунду «Нефть-1». В раунде ПК приняли участие 23 лаборатории из России и стран СНГ.

Данный Отчет доступен в электронном виде на веб-сайте компании ООО «СпектроХим» по ссылке <https://gso.ru/msi/>.

## 1. ССЫЛКИ НА СВЯЗАННЫЕ ДОКУМЕНТЫ

|                                          |                                                                                                                                                                               |
|------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| ГОСТ ISO/IEC 17043                       | Оценка соответствия.<br>Основные требования к проведению проверки квалификации                                                                                                |
| ГОСТ Р 50779.60-2017<br>(ИСО 13528:2015) | Статистические методы. Применение при проверке квалификации посредством межлабораторных испытаний                                                                             |
| ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002                   | Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений |
| ГОСТ Р 51858-2020                        | Нефть. Общие технические условия                                                                                                                                              |

|                    |                                                                     |
|--------------------|---------------------------------------------------------------------|
| ГОСТ ISO/IEC 17025 | Требования к аккредитации испытательных и калибровочных лабораторий |
| РК-ПК-001          | Руководство по качеству провайдера проверок квалификации            |
| ПР-ПК-002          | Программа проверки квалификации «Нефть»                             |

## 2. ПРОГРАММА ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ

### 2.1. Образцы для проверки квалификации

Для проведения испытаний по раунду «Нефть-1» в лаборатории ООО «СпектроХим» были подготовлены образцы для проверки квалификации:

- образец ПК Н01-22-1 (комплексный) представляет собой гомогенизированную стабильную нефть (испытания на показатели: фракционный состав: выход фракций при 200°C, выход фракций при 300°C; плотность при 20 °C; плотность при 15°C; массовая доля серы) и расфасован во флакон из темного стекла вместимостью 1 дм<sup>3</sup>;
- образец ПК Н02-22-1 (давление насыщенных паров) представляет собой гомогенизированную стабильную нефть и расфасован во флакон из темного стекла вместимостью 1 дм<sup>3</sup>;
- образец ПК Н03-22-1 (концентрация хлористых солей) представляет собой гомогенизированную стабильную нефть с добавкой хлористых солей, расфасован во флакон из темного стекла вместимостью 0,25 дм<sup>3</sup>;
- образец ПК Н04-22-1 (массовая доля воды) представляет собой гомогенизированную стабильную нефть с добавкой дистиллированной воды, подготовлен по методике приготовления стандартного образца, расфасован во флакон из темного стекла вместимостью 0,15 дм<sup>3</sup>; для проведения испытаний направляется 2 флакона;
- образец ПК Н05-22-1 (массовая доля механич. примесей) представляет собой гомогенизированную стабильную нефть с добавлением механических примесей, подготовлен по методике приготовления стандартного образца, расфасован во флакон из темного стекла вместимостью 0,15 дм<sup>3</sup>; для проведения испытаний направляется 2 флакона;
- образец ПК Н06-22-1 (массовая доля сероводорода и метил-и этилмеркаптанов) представляет собой гомогенизированную стабильную нефть с добавкой сероводорода и расфасован в ампулу из светлого стекла вместимостью 5 см<sup>3</sup>, для проведения испытаний направляется 2 ампулы;
- образец ПК Н07-22-1 (массовая доля органических хлоридов) представляет собой гомогенизированную стабильную нефть с добавкой органических хлоридов, и расфасован во флакон из темного стекла вместимостью 0,5 дм<sup>3</sup>;
- образец ПК Н08-22-1 (кинематическая вязкость) представляет собой гомогенизированную стабильную нефть и расфасован во флакон из темного стекла вместимостью 0,25 дм<sup>3</sup>;
- образец ПК Н09-22-1 (массовая доля парафина) представляет собой стандартный образец утвержденного типа ГСО 9270-2008 и расфасован во флакон из темного стекла вместимостью 0,1 дм<sup>3</sup>.

Всем участникам были предоставлены ОПК, имеющие одинаковую маркировку, объем и одинаковые условия подготовки. Даты проведения этапов раунда представлены в Табл. 1.

**Табл. 1** Этапы проведения раунда «Нефть – 1»

| Раунд     | Даты          | Прием заявок до | Отгрузка ОПК участнику, с | Предоставление результатов исп. ОПК участником, до | Предоставление заключений участнику, до |
|-----------|---------------|-----------------|---------------------------|----------------------------------------------------|-----------------------------------------|
| Нефть - 1 | 28.02 – 11.05 | 28.02           | 04.04                     | 25.04                                              | 11.05                                   |

Шифр образца, определяемые показатели и рекомендуемые участникам НД на методы испытания представлены в Табл. 2.

**Табл. 2** Характеристика ОПК, определяемые показатели, рекомендованные НД на метод испытания образца «Нефть-1»

| Шифр ОПК | Определяемый показатель                                                          | Методика испытания                                                      | Единицы измерения  |
|----------|----------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------|--------------------|
| H01-22-1 | Фракционный состав:<br>выход фракций при 200 °С<br>выход фракций при 300 °С      | ГОСТ 2177(метод А, Б)                                                   | % об.              |
| H01-22-1 | Плотность при 20 °С                                                              | ГОСТ 3900, ASTM D 5002, ASTM D 1298                                     | г/см <sup>3</sup>  |
| H01-22-1 | Плотность при 15 °С                                                              | ГОСТ Р 51069, ГОСТ Р ИСО 3675, ГОСТ ISO 3675, ASTM D 5002, ASTM D 1298  | г/см <sup>3</sup>  |
| H01-22-1 | Массовая доля серы                                                               | ГОСТ Р 51947, ГОСТ 32139, ASTM D 4294                                   | %                  |
| H02-22-1 | Давление насыщенных паров                                                        | DVPE, RVPE, RVP - ГОСТ 1756, ASTM D 323, ГОСТ EN 13016-1                | кПа                |
|          |                                                                                  | ASVP - ГОСТ EN 13016-1                                                  |                    |
|          |                                                                                  | VPCRх - ГОСТ 52340, ASTM D 6377                                         |                    |
| H03-22-1 | Массовая концентрация хлористых солей                                            | ГОСТ 21534 (метод А)                                                    | мг/дм <sup>3</sup> |
|          |                                                                                  | ГОСТ 21534 (метод Б)                                                    |                    |
|          |                                                                                  | ASTM D 3230, ГОСТ 33703                                                 |                    |
| H04-22-1 | Массовая доля воды                                                               | ГОСТ 2477, ASTM D 4006                                                  | %                  |
| H05-22-1 | Массовая доля механических примесей                                              | ГОСТ 6370                                                               | %                  |
| H06-22-1 | Массовая доля сероводорода                                                       | ГОСТ Р 50802                                                            | ppm                |
| H06-22-1 | Массовая доля метил-и этилмеркаптанов в сумме                                    | ГОСТ Р 50802                                                            | ppm                |
| H07-22-1 | Массовая доля органических хлоридов во фракции, выкипающей до температуры 204 °С | ГОСТ Р 52247 (методы А, Б, В), ГОСТ 33342 (методы А, Б, В), ASTM D 4929 | ppm                |
| H08-22-1 | Кинематическая вязкость при 20 °С                                                | ГОСТ 33, ASTM D 445                                                     | мм <sup>2</sup> /с |
| H09-22-1 | Массовая доля парафина                                                           | ГОСТ 11851 (методы А и Б)                                               | %                  |

## 2.2. Аккредитация

Провайдер ПК ООО «СпектроХим» аккредитован в ААЦ «Аналитика» на соответствие требованиям ГОСТ ISO/IEC 17043 (Аттестат аккредитации № ААС.РТР.00556 от 25 июня 2021г.).

## 2.3. Конфиденциальность

Все данные, представленные в этом отчете, являются конфиденциальными и могут использоваться только участниками. Раскрытие информации допускается только посредством опубликования

всего отчета. Использование содержания данного Отчета третьими лицами допускается только с письменного разрешения ООО «СпектроХим». Провайдер ПК ООО «СпектроХим» присваивает участникам программы проверки квалификации личный идентификационный номер, который является конфиденциальным.

Результаты испытаний относятся к коммерческой тайне организации, за исключением случаев, установленных законодательными и нормативными правовыми актами Российской Федерации.

### **3. ОБРАЗЦЫ ДЛЯ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ**

#### **3.1. Оценка однородности образцов**

В соответствии с процедурой подготовки в лаборатории ООО «СпектроХим» подготовлены и упакованы партии из необходимого количества образцов для проверки квалификации. Из каждой партии случайным образом отобраны не менее 10 ОПК и направлены на испытания в соответствующие лаборатории.

- Испытания образцов для оценки однородности по показателям – массовая доля органических хлоридов во фракции, выкипающей до температуры 204 °С, плотность при 20 °С, массовая доля серы, кинематическая вязкость при 20 °С, массовая концентрация хлористых солей, массовая доля воды, массовая доля механических примесей выполнены в лаборатории ООО «СпектроХим», прошедшей процедуру внутреннего аудита на соответствие требованиям ГОСТ ISO/IEC 17025-2019
- Испытания образцов для оценки однородности по показателям – фракционный состав, давление насыщенных паров, массовая доля сероводорода, массовая доля метил-и этилмеркаптанов в сумме выполнены в лаборатории ООО «ПетроХимТест», аккредитованной в Национальной системе аккредитации на соответствие требованиям ГОСТ ISO/IEC 17025-2019.

Однородность образцов была оценена по выбранным показателям в соответствии с ГОСТ Р 50779.60-2017.

#### **3.2. Оценка стабильности образцов**

Образцы прошли проверку на стабильность в течение всего периода проведения этапа. Стабильность образцов контролировалась в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р 50779.60 и внутренними правилами провайдера.

#### **3.3. Дополнительная информация**

Участникам было рекомендовано обращаться с ОПК как с обычной пробой. После выполнения испытаний участники предоставляли результаты испытаний в «Личный кабинет» на платформе «СпектроХим. Проверка квалификации».

Дополнительно участники направляли протокол испытаний по форме лаборатории на электронный адрес координатора ПК. Участники должны были предоставить точное число, результаты «выше предела обнаружения» и «ниже предела обнаружения» не принимались, т.к. их нельзя использовать при статистической обработке, в этом случае участникам было предложено

направить фактически полученное значение при испытании. Результаты были предоставлены участниками в строго определенных единицах измерений.

## 4. ПРЕДСТАВЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ

23 участника предоставили результаты до 05.05.2021 г. Количество предоставленных результатов по показателям отражено в Табл. 3. Результаты, направленные участниками в «Личный кабинет» программы «СпектроХим. Проверка квалификации», содержатся и оценены в п. 5.4 настоящего отчета. Лаборатории-участники указаны под своими индивидуальными номерами.

**Табл. 3** Количество предоставленных участниками результатов проверки квалификации

| Шифр ОПК | Определяемый показатель                                                                 | Количество заявившихся участников на определение показателя | Количество предоставленных результатов |
|----------|-----------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------|----------------------------------------|
| H01-22-1 | Фракционный состав:<br>выход фракций при 200 °C<br>выход фракций при 300 °C             | 13                                                          | 14                                     |
| H01-22-1 | Плотность при 20 °C                                                                     | 16                                                          | 16                                     |
| H01-22-1 | Плотность при 15 °C                                                                     | 6                                                           | 13                                     |
| H01-22-1 | Массовая доля серы                                                                      | 14                                                          | 14                                     |
| H02-22-1 | Давление насыщенных паров (DVPE, RVPE, RVP)                                             | 9                                                           | 9                                      |
|          | Давление насыщенных паров (ASVP)                                                        | 4                                                           | 2                                      |
|          | Давление насыщенных паров (VPCR <sub>x</sub> )                                          | 5                                                           | 5                                      |
| H03-22-1 | Массовая концентрация хлористых солей (метод титрования водного экстракта)              | 11                                                          | 11                                     |
|          | Массовая концентрация хлористых солей (метод неводного потенциометрического титрования) | 1                                                           | 0                                      |
|          | Массовая концентрация хлористых солей (электрометрический метод)                        | 5                                                           | 3                                      |
| H04-22-1 | Массовая доля воды                                                                      | 14                                                          | 14                                     |
| H05-22-1 | Массовая доля механических примесей                                                     | 13                                                          | 13                                     |
| H06-22-1 | Массовая доля сероводорода                                                              | 12                                                          | 11                                     |
| H06-22-1 | Массовая доля метил-и этилмеркаптанов в сумме                                           | 12                                                          | 11                                     |
| H07-22-1 | Массовая доля органических хлоридов во фракции, выкипающей до температуры 204 °C        | 15                                                          | 16                                     |
| H08-22-1 | Кинематическая вязкость при 20 °C                                                       | 11                                                          | 11                                     |
| H09-22-1 | Массовая доля парафина                                                                  | 8                                                           | 8                                      |

### 4.1. Статистическая обработка

Полученные результаты были обработаны в несколько этапов:

- На первом этапе оценки полученных результатов участников из расчетов удалены очевидные выбросы:
  - данные с некорректными единицами измерений;
  - ошибка в порядке предоставленного значения.
- Проведена визуальная оценка результатов для определения распределения результатов. Данный этап обработки позволяет выявить аномалии в распределении (бимодальное распределение, мультимодальное распределение, связанные с применением различных методик, либо оборудования (вспомогательного или измерительного) для выполнения испытаний по тому или иному показателю ОПК. При наличии бимодального распределения выборка делится и совокупности данных анализируются по отдельности. Выводы об ожидаемом распределении результатов представлены в п.5.4 отчета.

3. На следующем этапе была проведена проверка подозрительно выделяющихся значений в соответствии с тестом Диксона.

4. В зависимости от количества участников выполнены следующие варианты статистической обработки результатов в соответствии с ГОСТ Р 50779.60-2017 (ИСО 13528:2015) по показателям:

- 13 и более участников - расчет робастного среднего значения и робастного отклонения. Для расчетов применяется Алгоритм А с итеративной шкалой. В раунде «Нефть - 1» данный способ оценки применен к результатам участников по показателям – массовая доля органических хлоридов во фракции, выкипающей до температуры 204 °С, фракционный состав: выход фракций при 200 °С, выход фракций при 300 °С, плотность при 20 °С, плотность при 15 °С, массовая доля серы, массовая доля воды, массовая доля механических примесей.

- от 6 до 12 – расчет среднего значения и стандартного отклонения по результатам выполнения измерений лабораториями-участниками. В раунде «Нефть-1» данный способ оценки применен к результатам участников по показателям – массовая доля парафина, кинематическая вязкость при 20 °С, давление насыщенных паров (DVPE, RVPE, RVP), массовая концентрация хлористых солей (метод титрования водного экстракта), массовая доля сероводорода, массовая доля метил- и этилмеркаптанов в сумме.

- от 2 до 5 участников - расчет приписанного значения на основе медианы и стандартного отклонения по результатам выполнения измерений лабораториями-участниками. В раунде «Нефть-1» данный способ оценки применен к результатам участников по показателям – давление насыщенных паров (ASVP), давление насыщенных паров (VPCR<sub>x</sub>), массовая концентрация хлористых солей (электрометрический метод).

При направлении участнику стандартного образца с известной концентрацией за приписанное значение образца применяется аттестованное значение. В раунде «Нефть-1» данный способ оценки применялся по показателю – массовая доля парафина.

В случае использования для испытаний образца одной методики всеми лабораториями-участниками стандартное отклонение рассчитывается (если это возможно) на основе воспроизводимости методики.

## 4.2. Графическое представление результатов

В итоговом отчете результаты представлены следующими графиками:

- График распределения результатов между участниками;
- График нормального распределения.

## 4.3. Критерии для оценивания характеристик функционирования

Для оценки квалификации лабораторий ООО «СпектроХим» рассчитывает:

- z-индекс

$$z_i = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sigma_{pt}}, \text{ где} \quad (2)$$

$x_i$  – результат одной лаборатории;

$x_{pt}$  – приписанное значение;

$\sigma_{pt}$  – стандартное отклонение для оценки квалификации по результатам участников или стандартное отклонение для оценки квалификации на основе прецизионности используемого метода.

- $z'$ -индекс

$$z'_i = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u_A^2(x_{pt})}}, \text{ где} \quad (3)$$

$x_i$  – результат одной лаборатории;

$x_{pt}$  – приписанное значение;

$\sigma_{pt}$  – стандартное отклонение для оценки квалификации по результатам участников или стандартное отклонение для оценки квалификации на основе прецизионности используемого метода.

$u_A(x_{pt})$  – неопределенность приписанного значения.

Расчет неопределенности приписанного значения производится по формуле (расчет неопределенности по типу А):

$$u_A(x_{pt}) = \sqrt{\frac{\sum (x_i - x_{pt})^2}{n(n-1)}}, \text{ где} \quad (4)$$

$x_i$  – результат одной лаборатории;

$x_{pt}$  – приписанное значение;

$n$  – количество результатов участников.

- $z'$ -индекс

$$z'_i = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + S_s^2}}, \text{ где} \quad (5)$$

$x_i$  – результат одной лаборатории;

$x_{pt}$  – приписанное значение;

$\sigma_{pt}$  – стандартное отклонение для оценки квалификации по результатам участников или стандартное отклонение для оценки квалификации на основе прецизионности используемого метода.

$S_s$  – оценка стандартного отклонения изменчивости между образцами.

Индексы имеют следующую интерпретацию:

$|z(z')| \leq 2,0$  – результат удовлетворительный и не требующий выполнения действий;

$2,0 < |z(z')| < 3,0$  – сомнительный результат, требующий предупреждающих действий;

$|z(z')| \geq 3,0$  – неудовлетворительный результат, требующий выполнения корректирующих действий.

## 5. ОЦЕНКА РЕЗУЛЬТАТОВ

В этом разделе приведены данные, предоставленные после проведения испытаний участниками, а также результаты статистической обработки полученных значений.

### 5.1. Сводная оценка результатов раунда

Представлена сводная таблица результатов раунда, характеризующая возможные отклонения в ходе проведения процедуры проверки квалификации по определенным показателям (Табл. 4).

При обработке поступивших результатов проведена оценка использованных методик выполнения измерений, необходимая для объяснения наблюдаемых различий (в случае необходимости).

Табл. 4 Сводная оценка результатов раунда «Нефть-1»

| Определяемый показатель                                                            | Оценка результатов                                                                                                                                                                                                                                                                                               |
|------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>Фракционный состав:<br/>выход фракций при 200°C<br/>выход фракций при 300°C</b> | Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено.<br>Статистическая обработка – расчет робастного среднего по результатам участников и робастного стандартного отклонения. При расчете z'-индекса учтена изменчивость между образцами.                                                          |
| <b>Плотность при 20 °C</b>                                                         | Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено.<br>Статистическая обработка – расчет робастного среднего по результатам участников и робастного стандартного отклонения. При расчете z'-индекса учтена изменчивость между образцами.                                                          |
| <b>Плотность при 15 °C</b>                                                         | Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено.<br>Статистическая обработка – расчет робастного среднего по результатам участников и робастного стандартного отклонения. При расчете z'-индекса учтена стандартная неопределенность приписанного значения.                                    |
| <b>Массовая доля серы</b>                                                          | Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено.<br>Статистическая обработка – расчет робастного среднего по результатам участников и робастного стандартного отклонения. При расчете z'-индекса учтена стандартная неопределенность приписанного значения.                                    |
| <b>Давление насыщенных паров (DVPE, RVPE, RVP)</b>                                 | Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено.<br>Статистическая обработка – расчет среднего арифметического по результатам участников и стандартного отклонения. При расчете z'-индекса учтена стандартная неопределенность приписанного значения.                                          |
| <b>Давление насыщенных паров (ASVP)</b>                                            | Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено.<br>Статистическая обработка – расчет медианы по результатам участников и стандартного отклонения на основании прецизионности используемого метода. При расчете z'-индекса учтена стандартная неопределенность приписанного значения.          |
| <b>Давление насыщенных паров (VPCRx)</b>                                           | Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено.<br>Статистическая обработка – расчет медианы по результатам участников и стандартного отклонения. При расчете z'-индекса учтена стандартная неопределенность приписанного значения.                                                           |
| <b>Массовая концентрация хлористых солей (метод титрования водного экстракта)</b>  | При определении обнаружен один выброс. Статистическая обработка – расчет среднего арифметического значения по результатам участников и стандартного отклонения. Выброс не учитывается при расчете среднего значения.                                                                                             |
| <b>Массовая концентрация хлористых солей (электрометрический метод)</b>            | Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено. Статистическая обработка – расчет медианы по результатам участников и стандартного отклонения на основании прецизионности используемого метода. При расчете z'-индекса учтена стандартная неопределенность приписанного значения.             |
| <b>Массовая доля воды</b>                                                          | Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено. Статистическая обработка – расчет робастного среднего по результатам участников и робастного стандартного отклонения. При расчете z'-индекса учтена стандартная неопределенность приписанного значения.                                       |
| <b>Массовая доля механических примесей</b>                                         | Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено. Статистическая обработка – расчет робастного среднего по результатам участников и стандартного отклонения на основании прецизионности используемого метода. При расчете z'-индекса учтена стандартная неопределенность приписанного значения. |
| <b>Массовая доля сероводорода</b>                                                  | При определении обнаружен один выброс. Статистическая обработка – расчет среднего арифметического по результатам участников и стандартного отклонения. Выброс не учитывается при расчете среднего значения. При расчете z'-индекса учтена изменчивость между образцами.                                          |

|                                                                                         |                                                                                                                                                                                                                                                                            |
|-----------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>Массовая доля метил-и этилмеркаптанов в сумме</b>                                    | При определении обнаружен один выброс. Статистическая обработка – расчет среднего арифметического по результатам участников и стандартного отклонения. Выброс не учитывается при расчете среднего значения.                                                                |
| <b>Массовая доля органических хлоридов во фракции, выкипающей до температуры 204 °С</b> | Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено. Статистическая обработка – расчет робастного среднего по результатам участников и робастного стандартного отклонения. При расчете z'-индекса учтена стандартная неопределенность приписанного значения. |
| <b>Кинематическая вязкость при 20 °С</b>                                                | При определении обнаружены два выброса. Статистическая обработка – расчет среднего арифметического по результатам участников и стандартного отклонения. Выбросы не учитываются при расчете среднего значения.                                                              |
| <b>Массовая доля парафина</b>                                                           | Проблем с определением данного показателя участниками не выявлено. Статистическая обработка – расчет по аттестованному значению стандартного образца.                                                                                                                      |

Итоги статистической обработки результатов участников, получивших, соответственно удовлетворительные, сомнительные и неудовлетворительные оценки в ходе проверки квалификации представлены в п. 5.4 отчета.

Участникам, получившим сомнительные и неудовлетворительные результаты, рекомендуется выяснить причины и, при необходимости, осуществить корректирующие действия.

К наиболее вероятным причинам сомнительных и(или) неудовлетворительных результатов можно отнести:

- несоблюдение условий хранения образцов для проверки квалификации;
- нарушение условий транспортировки;
- отклонение от инструкций к ОПК;
- проведение испытаний образца через некоторое время после вскрытия его упаковки, а не сразу;
- нарушение процедуры проведения измерений и неправильность обработки и(или) представления полученных результатов;
- недостаточно точное соблюдение всех процедур, предусмотренных методиками испытаний, а также недостаточную эффективность внутрилабораторного контроля качества результатов испытаний.

## 5.2. Оценка общего количества полученных результатов

Оценка общего количества полученных результатов представлена в Табл. 5.

На основании предоставленных результатов проведено сравнение между воспроизводимостью, заявленной методикой испытаний (где возможно), и воспроизводимостью, найденной для группы участвующих лабораторий. Количество результатов испытаний, приписанное значение, неопределенность приписанного значения, рассчитанная воспроизводимость ( $2,77 \times \text{станд. отклон.}$ ) и воспроизводимость ( $R_{lit}$ ) метода испытаний, представлены в Табл. 5 и в п. 5.4 настоящего отчета.

Табл. 5 Общие данные участников по показателям

| Определяемый показатель                                                          | Единицы измерения  | Количество участников | Приписанное значение | Неопределенность приписанного значения | Стандартное отклонение | 2,77× станд. отклон. | R <sub>lit</sub> |
|----------------------------------------------------------------------------------|--------------------|-----------------------|----------------------|----------------------------------------|------------------------|----------------------|------------------|
| Фракционный состав: выход фракций при 200 °С                                     | % об.              | 14                    | 41,90                | 0,42                                   | 1,26                   | -                    | -                |
| Фракционный состав: выход фракций при 300 °С                                     | % об.              | 14                    | 64,10                | 0,32                                   | 0,96                   | -                    | -                |
| Плотность при 20 °С                                                              | г/см <sup>3</sup>  | 16                    | 0,7983               | 0,00019                                | 0,00059                | -                    | -                |
| Плотность при 15 °С                                                              | г/см <sup>3</sup>  | 13                    | 0,8019               | 0,00017                                | 0,00049                | -                    | -                |
| Массовая доля серы                                                               | %                  | 14                    | 0,3934               | 0,0022                                 | 0,0064                 | -                    | -                |
| Давление насыщенных паров (DVPE, RVPE, RVP)                                      | кПа                | 9                     | 45,36                | 0,95                                   | 2,86                   | -                    | -                |
| Давление насыщенных паров (ASVP)                                                 | кПа                | 2                     | 46,38                | 0,12                                   | 0,17                   | 0,47                 | 2,092            |
| Давление насыщенных паров (VPCRх)                                                | кПа                | 5                     | 52,40                | 0,31                                   | 0,63                   | -                    | -                |
| Массовая концентрация хлористых солей (метод титрования водного экстракта)       | мг/дм <sup>3</sup> | 11                    | 30,95                | 1,89                                   | 6,60                   | -                    | -                |
| Массовая концентрация хлористых солей (электрометрический метод)                 | мг/дм <sup>3</sup> | 3                     | 57,80                | 10,16                                  | 14,99                  | 41,53                | 46,53            |
| Массовая доля воды                                                               | %                  | 14                    | 0,927                | 0,021                                  | 0,062                  | -                    | -                |
| Массовая доля механических примесей                                              | %                  | 13                    | 0,486                | 0,0060                                 | 0,0302                 | 0,0835-              | 0,02             |
| Массовая доля сероводорода                                                       | ppm                | 11                    | 13,98                | 0,65                                   | 2,28                   | -                    | -                |
| Массовая доля метил-и этилмеркаптанов в сумме                                    | ppm                | 11                    | 11,53                | 0,56                                   | 1,95                   | -                    | -                |
| Массовая доля органических хлоридов во фракции, выкипающей до температуры 204 °С | ppm                | 16                    | 9,32                 | 1,05                                   | 3,35                   | -                    | -                |
| Кинематическая вязкость при 20 °С                                                | мм <sup>2</sup> /с | 11                    | 3,038                | 0,0027                                 | 0,0098                 | -                    | -                |
| Массовая доля парафина                                                           | %                  | 8                     | 2,9                  | -                                      | 0,39                   | -                    | -                |

### 5.3. Сравнение результатов участников прошлых раундов

Представлена сводная таблица результатов прошедших раундов, характеризующая общее количество результатов и отклонений в ходе проведения процедуры проверки квалификации по объекту «Нефть» (Табл. 6).

Табл. 6 Сравнительные данные по проведенным раундам

| Раунд | Период проведения раунда | Количество участников | Количество результатов | Количество выбросов | % выбросов от общего количества результатов |
|-------|--------------------------|-----------------------|------------------------|---------------------|---------------------------------------------|
| 1     | 12.02.2021 – 14.05.2021  | 14                    | 114                    | 8                   | 7,0                                         |
| 2     | 28.02.2022 – 11.05.2022  | 23                    | 185                    | 5                   | 2,7                                         |

## 5.4. Результаты статистической обработки данных участников

### 1. Показатель «Фракционный состав: выход фракций при 200 °С»

Табл. 7 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Фракционный состав: выход фракций при 200 °С».

| Шифр лаборатории | Методика испытания  | Результат, % об. | Тест Диксона (выброс +/-) | Z'-индекс | Интерпретация индекса |
|------------------|---------------------|------------------|---------------------------|-----------|-----------------------|
| 37               | ГОСТ 2177 (метод Б) | 42               | -                         | 0,059     | удовлетворительно     |
| 50               | ГОСТ 2177 (метод Б) | 41,0             | -                         | -0,541    | удовлетворительно     |
| 51               | ГОСТ 2177 (метод Б) | 41,0             | -                         | -0,541    | удовлетворительно     |
| 52               | ГОСТ 2177 (метод Б) | 43,0             | -                         | 0,660     | удовлетворительно     |
| 56               | ГОСТ 2177 (метод Б) | 41,8             | -                         | -0,061    | удовлетворительно     |
| 63               | ГОСТ 2177 (метод Б) | 40,0             | -                         | -1,141    | удовлетворительно     |
| 72               | ГОСТ 2177 (метод Б) | 42,0             | -                         | 0,059     | удовлетворительно     |
| 73               | ГОСТ 2177 (метод Б) | 42,0             | -                         | 0,059     | удовлетворительно     |
| 74               | ГОСТ 2177 (метод Б) | 42,0             | -                         | 0,059     | удовлетворительно     |
| 75               | ГОСТ 2177 (метод Б) | 42,0             | -                         | 0,059     | удовлетворительно     |
| 86               | ГОСТ 2177 (метод Б) | 43               | -                         | 0,660     | удовлетворительно     |
| 96               | ГОСТ 2177 (метод Б) | 38               | -                         | -2,342    | сомнительно           |
| 97               | ГОСТ 2177 (метод Б) | 44,5             | -                         | 1,560     | удовлетворительно     |
| 102              | ГОСТ 2177 (метод Б) | 43               | -                         | 0,660     | удовлетворительно     |

Нормальное распределение  
Количество результатов  
Робастная оценка среднего значения  
Робастная оценка стандартного отклонения  
Стандартная неопределенность  
Оценка стандартного отклонения  
изменчивости между образцами

Подтверждено  
14  
41,90  
1,26  
0,42  
1,09

### Н01-22-1 - Фракционный состав: выход фракции при 200°С

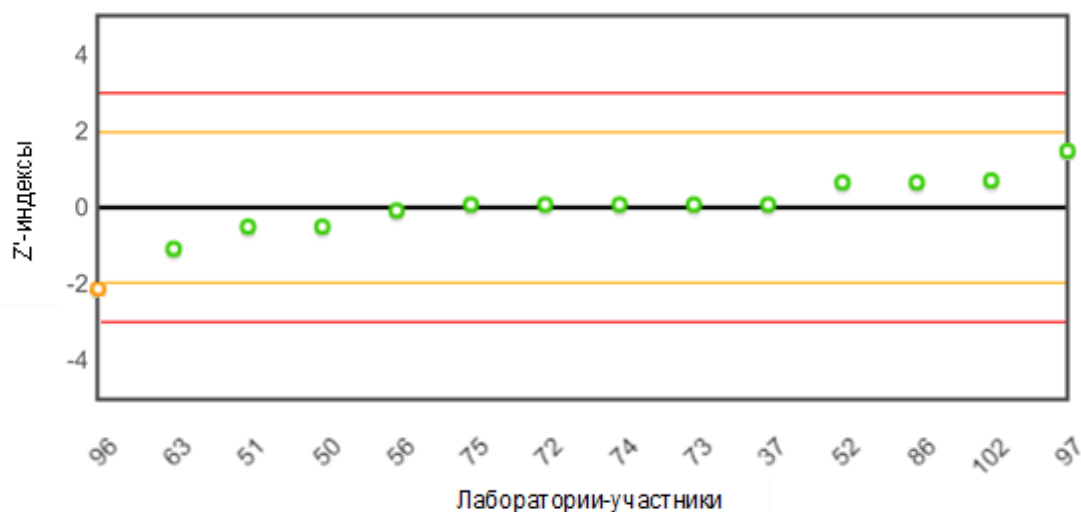
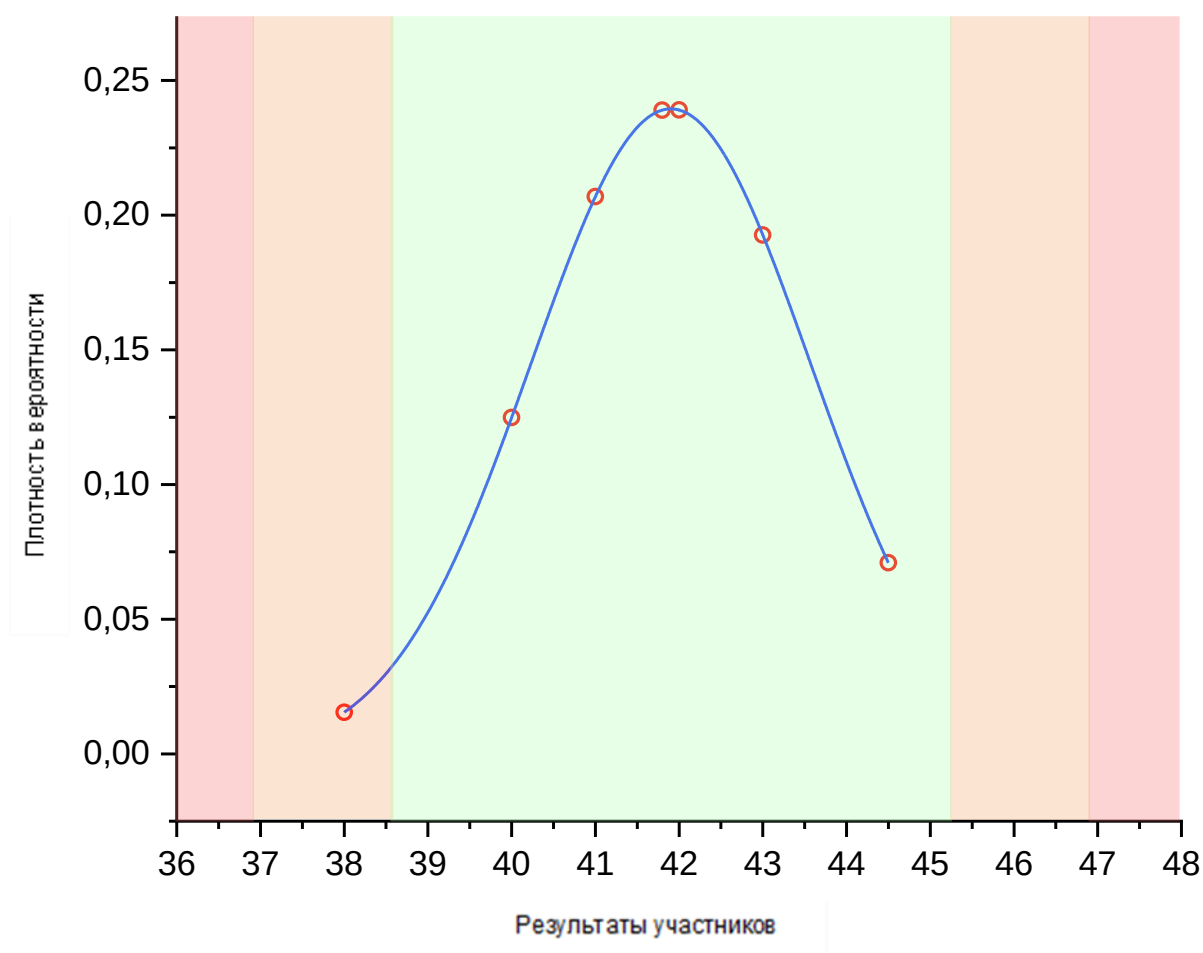


Рис. 1 Распределение z'-индексов для показателя «Фракционный состав: выход фракций при 200 °С»



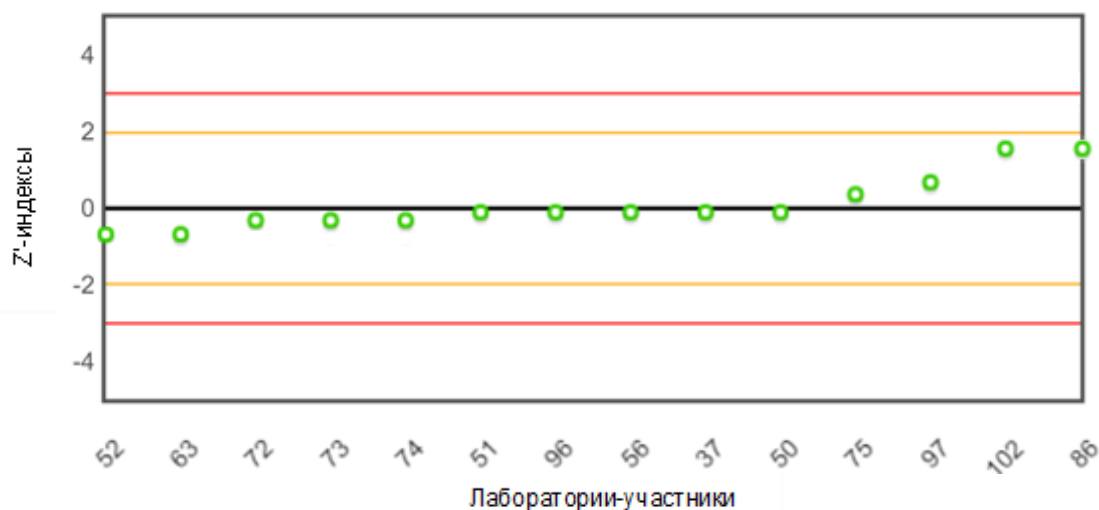
**Рис. 2** Нормальность распределения результатов по показателю «Фракционный состав: выход фракций при 200 °С»

## 2. Показатель «Фракционный состав: выход фракций при 300 °С»

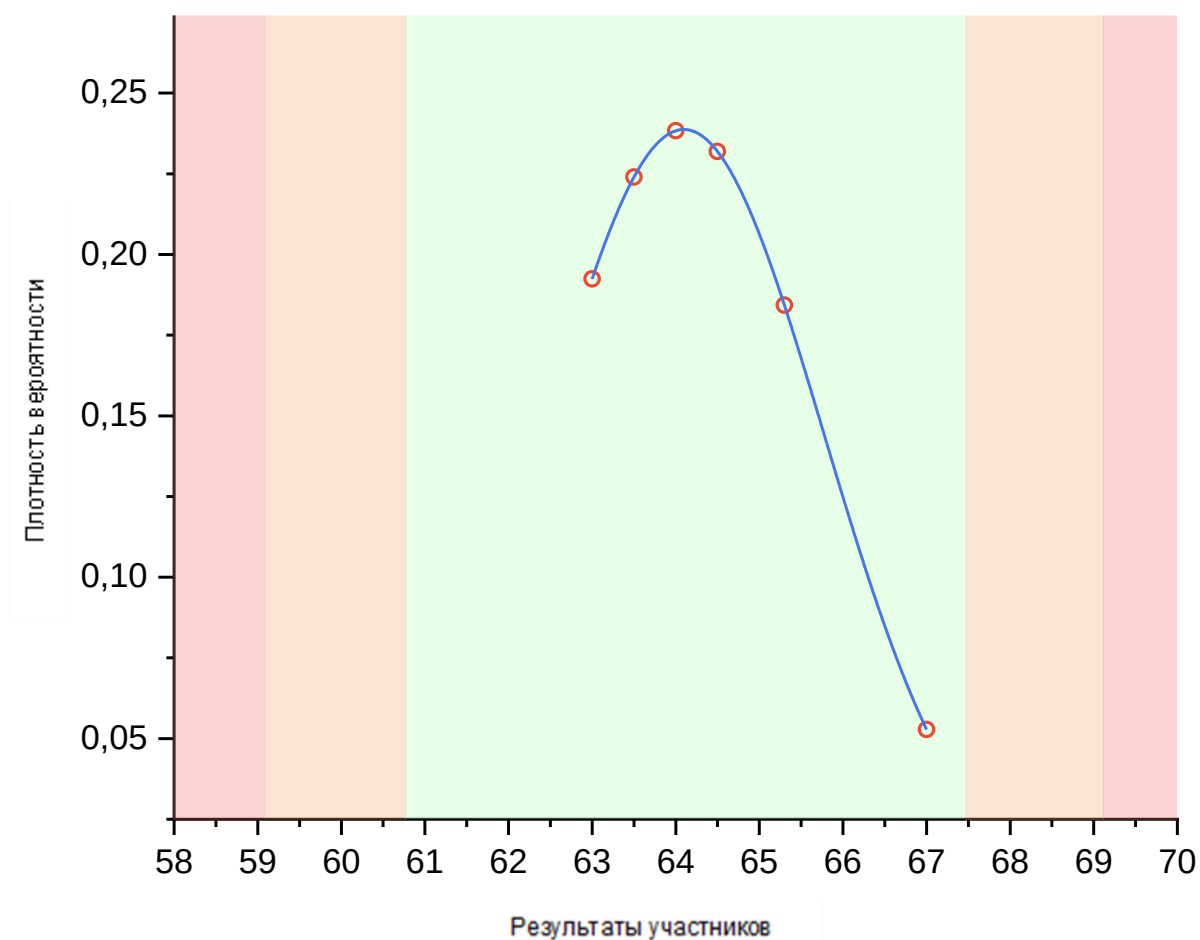
**Табл. 8** Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Фракционный состав: выход фракций при 300 °С».

| Шифр лаборатории                                            | Методика испытания  | Результат, % об.    | Тест Диксона (выброс +/-) | Z'-индекс | Интерпретация индекса |
|-------------------------------------------------------------|---------------------|---------------------|---------------------------|-----------|-----------------------|
| 37                                                          | ГОСТ 2177 (метод Б) | 64                  | -                         | -0,058    | удовлетворительно     |
| 50                                                          | ГОСТ 2177 (метод Б) | 64,0                | -                         | -0,058    | удовлетворительно     |
| 51                                                          | ГОСТ 2177 (метод Б) | 64,0                | -                         | -0,058    | удовлетворительно     |
| 52                                                          | ГОСТ 2177 (метод Б) | 63,0                | -                         | -0,657    | удовлетворительно     |
| 56                                                          | ГОСТ 2177 (метод Б) | 64,0                | -                         | -0,058    | удовлетворительно     |
| 63                                                          | ГОСТ 2177 (метод Б) | 63,0                | -                         | -0,657    | удовлетворительно     |
| 72                                                          | ГОСТ 2177 (метод Б) | 63,5                | -                         | -0,357    | удовлетворительно     |
| 73                                                          | ГОСТ 2177 (метод Б) | 63,5                | -                         | -0,357    | удовлетворительно     |
| 74                                                          | ГОСТ 2177 (метод Б) | 63,5                | -                         | -0,357    | удовлетворительно     |
| 75                                                          | ГОСТ 2177 (метод Б) | 64,5                | -                         | 0,241     | удовлетворительно     |
| 86                                                          | ГОСТ 2177 (метод Б) | 67                  | -                         | 1,737     | удовлетворительно     |
| 96                                                          | ГОСТ 2177 (метод Б) | 64                  | -                         | -0,058    | удовлетворительно     |
| 97                                                          | ГОСТ 2177 (метод Б) | 65,3                | -                         | 0,720     | удовлетворительно     |
| 102                                                         | ГОСТ 2177 (метод Б) | 67                  | -                         | 1,737     | удовлетворительно     |
| Нормальное распределение                                    |                     | <b>Подтверждено</b> |                           |           |                       |
| Количество результатов                                      |                     | <b>14</b>           |                           |           |                       |
| Робастная оценка среднего значения                          |                     | <b>64,10</b>        |                           |           |                       |
| Робастная оценка стандартного отклонения                    |                     | <b>0,96</b>         |                           |           |                       |
| Стандартная неопределенность                                |                     | <b>0,32</b>         |                           |           |                       |
| Оценка стандартного отклонения изменчивости между образцами |                     | <b>1,37</b>         |                           |           |                       |

### Н01-22-1 - Фракционный состав: выход фракции при 300°С



**Рис. 3** Распределение z'-индексов для показателя «Фракционный состав: выход фракций при 300 °С»



**Рис. 4** Нормальность распределения результатов по показателю «Фракционный состав: выход фракций при 300 °С»

### 3. Показатель «Плотность при 20 °С»

Табл. 9 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Плотность при 20 °С».

| Шифр лаборатории | Методика испытания  | Результат, г/см <sup>3</sup> | Тест Диксона (выброс +/-) | Z'-индекс | Интерпретация индекса |
|------------------|---------------------|------------------------------|---------------------------|-----------|-----------------------|
| 26               | ГОСТ 3900 (метод 1) | 0,79885                      | -                         | 0,852     | удовлетворительно     |
| 37               | ГОСТ 3900 (метод 1) | 0,7979                       | -                         | -0,627    | удовлетворительно     |
| 43               | ГОСТ 3900 (метод 1) | 0,7980                       | -                         | -0,472    | удовлетворительно     |
| 50               | ASTM D5002          | 0,7980                       | -                         | -0,472    | удовлетворительно     |
| 51               | ASTM D5002          | 0,7979                       | -                         | -0,627    | удовлетворительно     |
| 52               | ASTM D5002          | 0,7979                       | -                         | -0,627    | удовлетворительно     |
| 56               | ГОСТ 3900 (метод 1) | 0,8020                       | -                         | 5,757     | неудовлетворительно   |
| 63               | ГОСТ 3900 (метод 1) | 0,7972                       | -                         | -1,717    | удовлетворительно     |
| 72               | ГОСТ 3900 (метод 1) | 0,798                        | -                         | -0,472    | удовлетворительно     |
| 73               | ГОСТ 3900 (метод 1) | 0,799                        | -                         | 1,086     | удовлетворительно     |
| 74               | ГОСТ 3900 (метод 1) | 0,7983                       | -                         | -0,004    | удовлетворительно     |
| 75               | ГОСТ 3900 (метод 1) | 0,798                        | -                         | -0,472    | удовлетворительно     |
| 86               | ГОСТ 3900 (метод 1) | 0,8007                       | -                         | 3,733     | неудовлетворительно   |
| 95               | ГОСТ 3900 (метод 1) | 0,7986                       | -                         | 0,463     | удовлетворительно     |
| 96               | ГОСТ 3900 (метод 1) | 0,7983                       | -                         | -0,004    | удовлетворительно     |
| 97               | ГОСТ 3900 (метод 1) | 0,7983                       | -                         | -0,004    | удовлетворительно     |

Нормальное распределение  
Количество результатов  
Робастная оценка среднего значения  
Робастная оценка стандартного отклонения  
Стандартная неопределенность  
Оценка стандартного отклонения  
изменчивости между образцами

Подтверждено  
16  
0,7983  
0,00059  
0,00019  
0,00025

Н01-22-1 - Плотность при 20°С

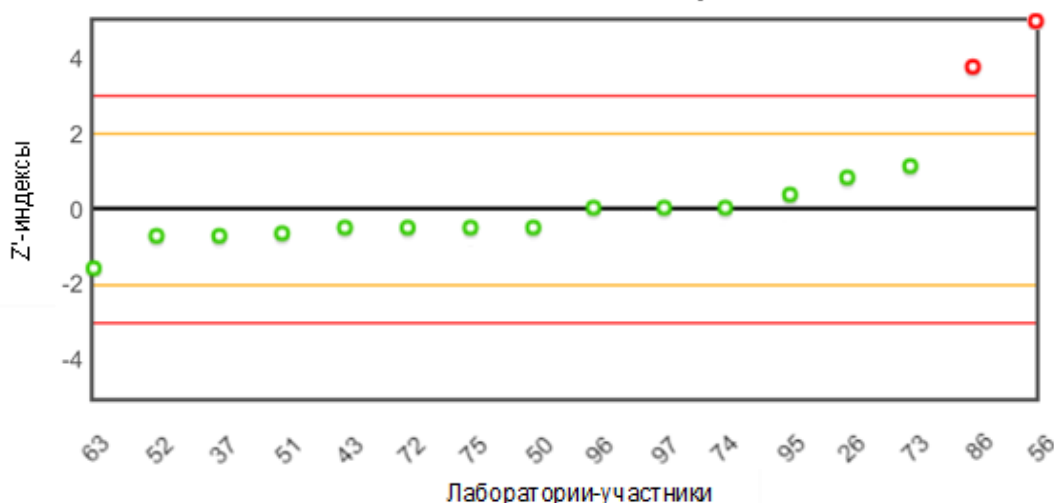
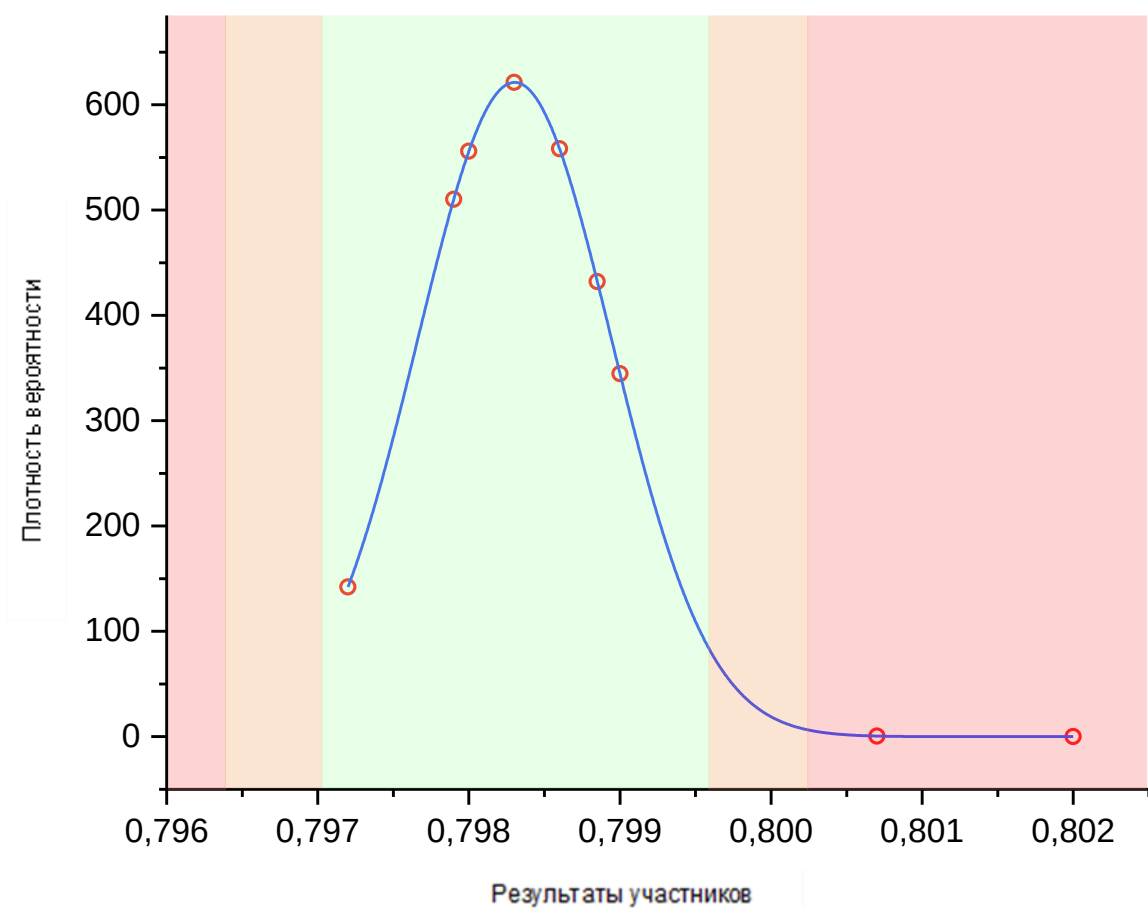


Рис. 5 Распределение z'-индексов для показателя «Плотность при 20 °С»



**Рис. 6** Нормальность распределения результатов по показателю «Плотность при 20 °С»

#### 4. Показатель «Плотность при 15 °С»

Табл. 10 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Плотность при 15 °С».

| Шифр лаборатории | Методика испытания | Результат, г/см <sup>3</sup> | Тест Диксона (выброс +/-) | Z'-индекс | Интерпретация индекса |
|------------------|--------------------|------------------------------|---------------------------|-----------|-----------------------|
| 37               | ASTM D5002         | 0,8016                       | -                         | -0,593    | удовлетворительно     |
| 50               | ASTM D5002         | 0,8017                       | -                         | -0,398    | удовлетворительно     |
| 51               | ASTM D5002         | 0,8017                       | -                         | -0,398    | удовлетворительно     |
| 52               | ASTM D5002         | 0,8015                       | -                         | -0,788    | удовлетворительно     |
| 56               | ГОСТ Р 51069       | 0,8057                       | -                         | 7,387     | неудовлетворительно   |
| 63               | ГОСТ Р 51069       | 0,8007                       | -                         | -2,345    | сомнительно           |
| 72               | ГОСТ Р 51069       | 0,8019                       | -                         | -0,009    | удовлетворительно     |
| 73               | ГОСТ Р 51069       | 0,8018                       | -                         | -0,204    | удовлетворительно     |
| 74               | ASTM D5002         | 0,80182                      | -                         | -0,165    | удовлетворительно     |
| 75               | ГОСТ Р 51069       | 0,8020                       | -                         | 0,186     | удовлетворительно     |
| 86               | ГОСТ Р 51069       | 0,8042                       | -                         | 4,467     | неудовлетворительно   |
| 96               | ГОСТ Р 51069       | 0,8019                       | -                         | -0,009    | удовлетворительно     |
| 97               | ГОСТ Р 51069       | 0,8024                       | -                         | 0,964     | удовлетворительно     |

Нормальное распределение

Количество результатов

Робастная оценка среднего значения

Робастная оценка стандартного отклонения

Стандартная неопределенность

Подтверждено

13

0,8019

0,00049

0,00017

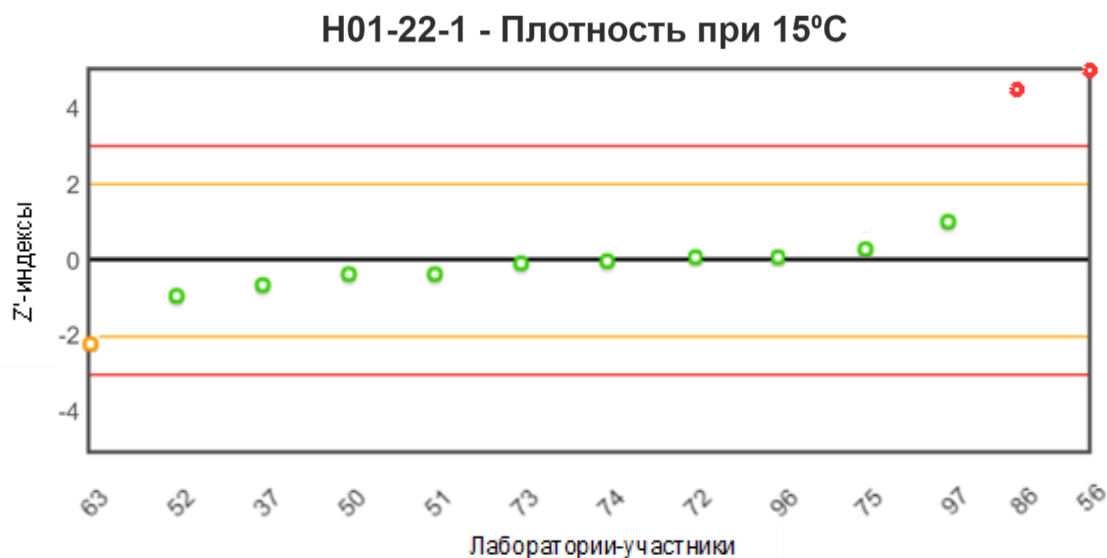
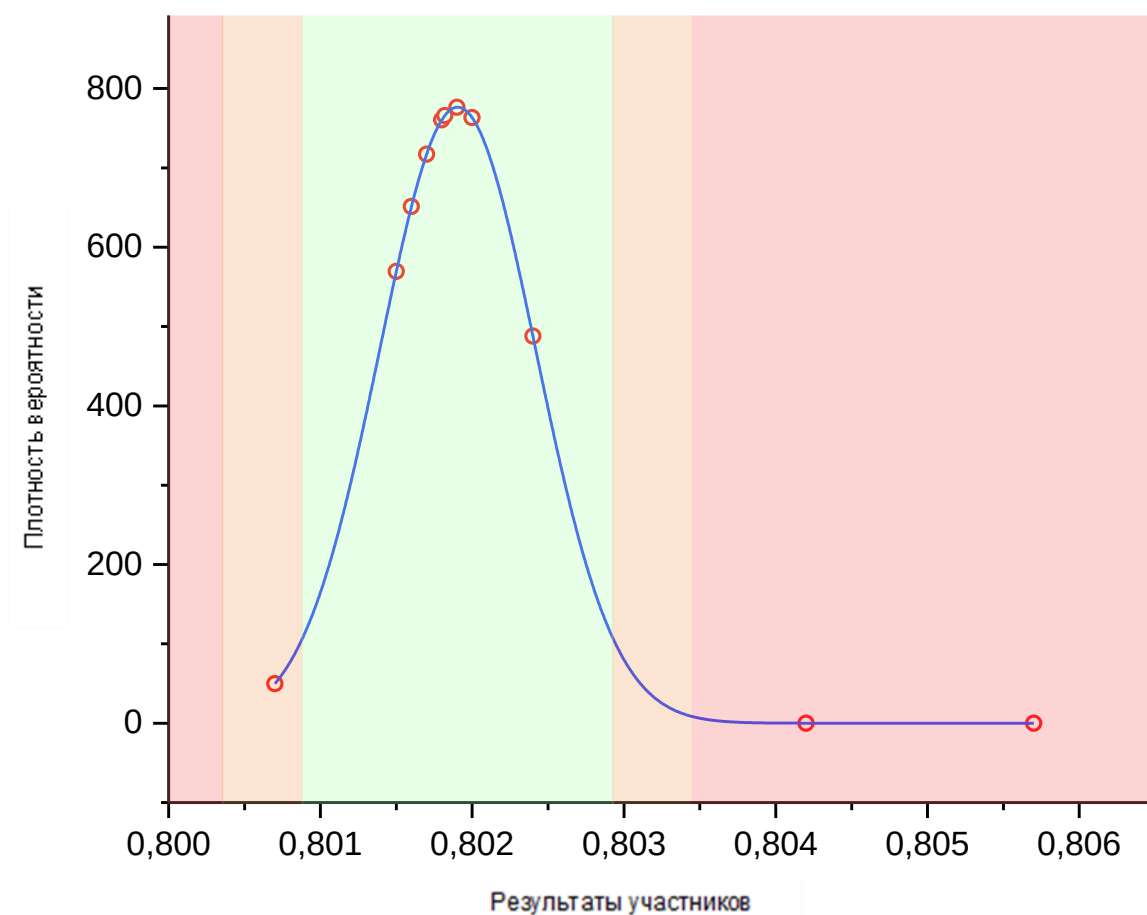


Рис. 7 Распределение z'-индексов для показателя «Плотность при 15 °С»



**Рис. 8** Нормальность распределения результатов по показателю «Плотность при 15 °С»

## 5. Показатель «Массовая доля серы»

Табл. 11 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Массовая доля серы».

| Шифр лаборатории                         | Методика испытания | Результат, % | Тест Диксона (выброс +/-) | Z'-индекс | Интерпретация индекса |
|------------------------------------------|--------------------|--------------|---------------------------|-----------|-----------------------|
| 26                                       | СТ РК АСТМ Д 4294  | 0,409        | -                         | 2,300     | сомнительно           |
| 37                                       | ASTM D4294         | 0,394        | -                         | 0,094     | удовлетворительно     |
| 43                                       | ГОСТ 32139         | 0,390        | -                         | -0,494    | удовлетворительно     |
| 50                                       | ГОСТ Р 51947       | 0,398        | -                         | 0,682     | удовлетворительно     |
| 51                                       | ГОСТ Р 51947       | 0,391        | -                         | -0,347    | удовлетворительно     |
| 52                                       | ASTM D4294         | 0,399        | -                         | 0,829     | удовлетворительно     |
| 56                                       | ГОСТ Р 51947       | 0,413        | -                         | 2,889     | сомнительно           |
| 63                                       | ГОСТ Р 51947       | 0,3936       | -                         | 0,035     | удовлетворительно     |
| 72                                       | ГОСТ Р 51947       | 0,385        | -                         | -1,230    | удовлетворительно     |
| 73                                       | ГОСТ Р 51947       | 0,391        | -                         | -0,347    | удовлетворительно     |
| 74                                       | ГОСТ Р 51947       | 0,3914       | -                         | -0,289    | удовлетворительно     |
| 75                                       | ГОСТ Р 51947       | 0,388        | -                         | -0,789    | удовлетворительно     |
| 96                                       | ГОСТ Р 51947       | 0,386        | -                         | -1,083    | удовлетворительно     |
| 97                                       | ГОСТ Р 51947       | 0,394        | -                         | 0,094     | удовлетворительно     |
| Нормальное распределение                 |                    | Подтверждено |                           |           |                       |
| Количество результатов                   |                    | 14           |                           |           |                       |
| Робастная оценка среднего значения       |                    | 0,3934       |                           |           |                       |
| Робастная оценка стандартного отклонения |                    | 0,0064       |                           |           |                       |
| Стандартная неопределенность             |                    | 0,0022       |                           |           |                       |

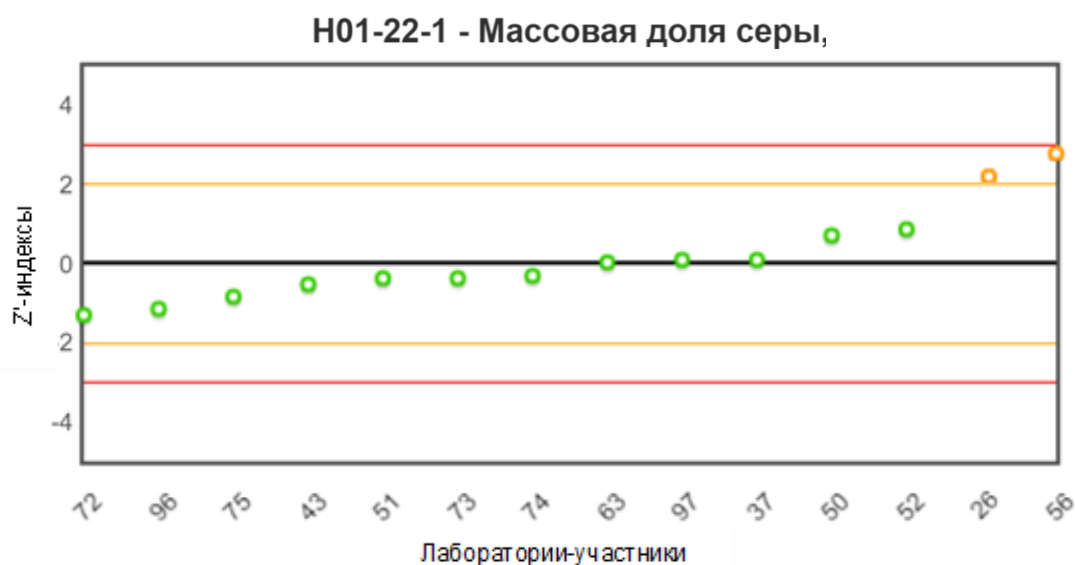
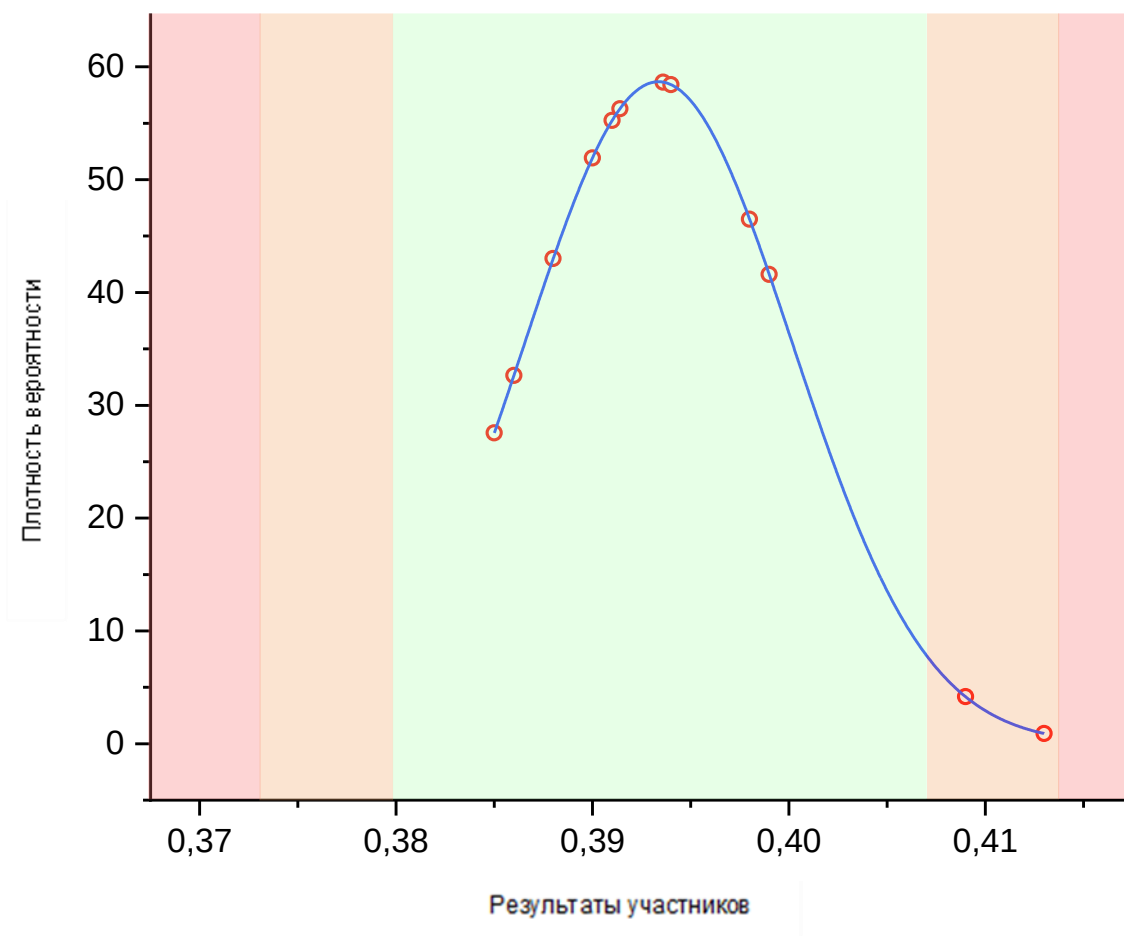


Рис. 9 Распределение z'-индексов для показателя «Массовая доля серы»

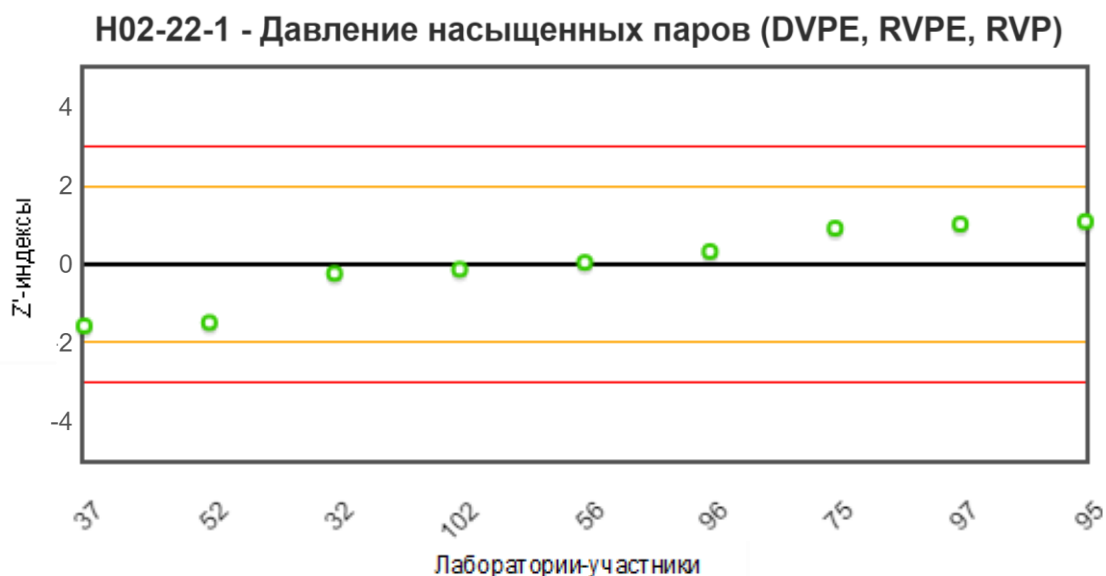


**Рис. 10** Нормальность распределения результатов по показателю «Массовая доля серы»

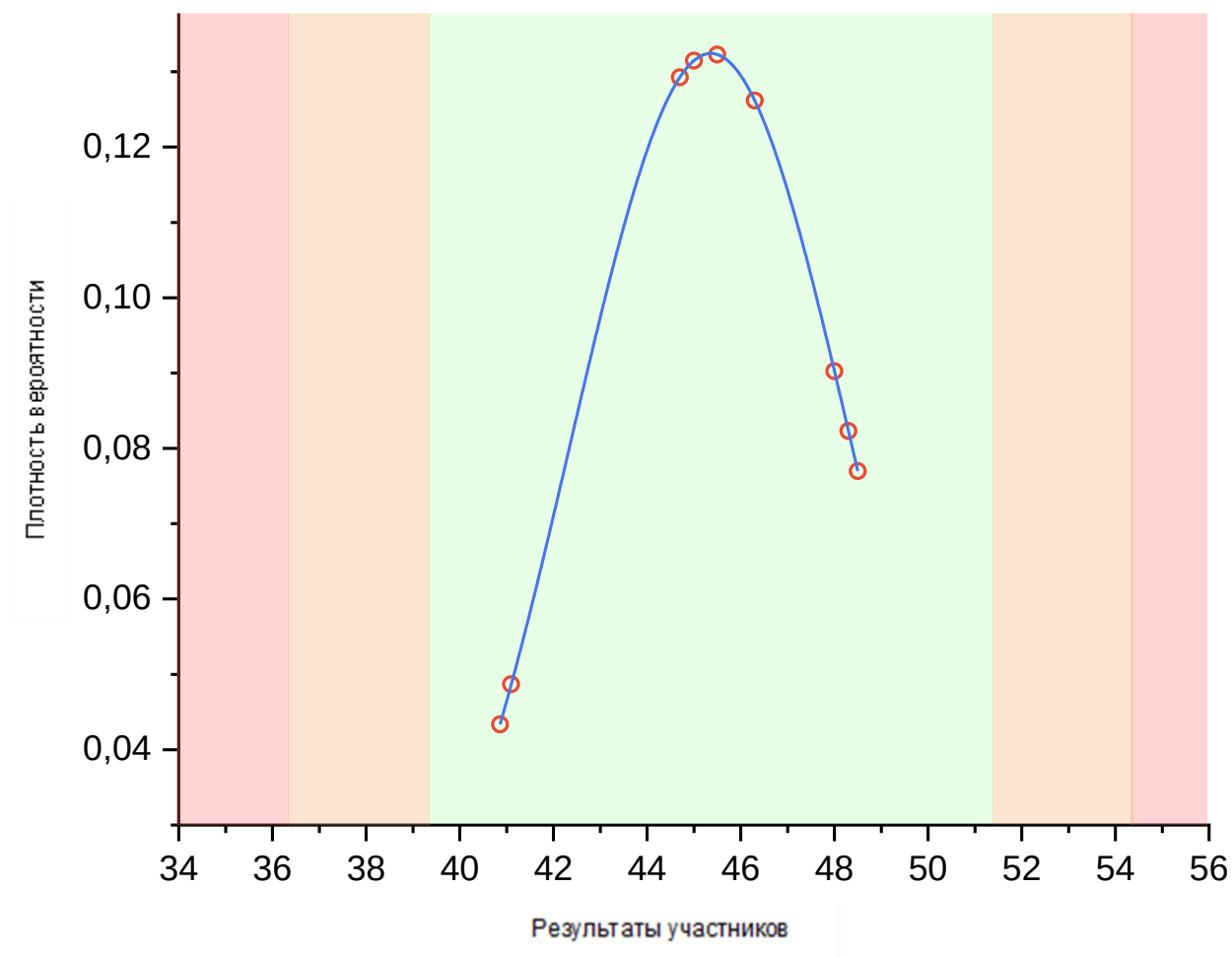
## 6. Показатель «Давление насыщенных паров (DVPE, RVPE, RVP)»

**Табл. 12** Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Давление насыщенных паров (DVPE, RVPE, RVP)».

| Шифр лаборатории                                   | Методика испытания | Результат, кПа      | Тест Диксона (выброс +/-) | Z'-индекс | Интерпретация индекса |
|----------------------------------------------------|--------------------|---------------------|---------------------------|-----------|-----------------------|
| 32                                                 | ГОСТ 1756          | 44,7                | -                         | -0,220    | удовлетворительно     |
| 37                                                 | ГОСТ EN 13016-1    | 40,86               | -                         | -1,495    | удовлетворительно     |
| 52                                                 | ГОСТ EN 13016-1    | 41,1                | -                         | -1,415    | удовлетворительно     |
| 56                                                 | ГОСТ 1756          | 45,50               | -                         | 0,046     | удовлетворительно     |
| 75                                                 | ГОСТ 1756          | 48,00               | -                         | 0,876     | удовлетворительно     |
| 95                                                 | ГОСТ 1756          | 48,50               | -                         | 1,042     | удовлетворительно     |
| 96                                                 | ГОСТ 1756          | 46,3                | -                         | 0,311     | удовлетворительно     |
| 97                                                 | ГОСТ 1756          | 48,3                | -                         | 0,975     | удовлетворительно     |
| 102                                                | ГОСТ 1756          | 45                  | -                         | -0,120    | удовлетворительно     |
| Нормальное распределение<br>Количество результатов |                    | <b>Подтверждено</b> |                           |           |                       |
| Среднее арифметическое набора результатов          |                    | <b>9</b>            |                           |           |                       |
| Стандартное отклонение набора результатов          |                    | <b>45,36</b>        |                           |           |                       |
| Стандартная неопределенность                       |                    | <b>2,86</b>         |                           |           |                       |
|                                                    |                    | <b>0,95</b>         |                           |           |                       |



**Рис. 11** Распределение z'-индексов для показателя «Давление насыщенных паров (DVPE, RVPE, RVP)»



**Рис. 12** Нормальность распределения результатов по показателю «Давление насыщенных паров (DVPE, RVPE, RVP)»

## 7. Показатель «Давление насыщенных паров (ASVP)»

Табл. 13 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Давление насыщенных паров (ASVP)».

| Шифр лаборатории                                                    | Методика испытания | Результат, кПа | Тест Диксона (выброс +/-) | Z'-индекс | Интерпретация индекса |
|---------------------------------------------------------------------|--------------------|----------------|---------------------------|-----------|-----------------------|
| 37                                                                  | ГОСТ EN 13016-1    | 46,26          | -                         | -0,157    | удовлетворительно     |
| 52                                                                  | ГОСТ EN 13016-1    | 46,5           | -                         | 0,157     | удовлетворительно     |
| Нормальное распределение                                            |                    | Подтверждено   |                           |           |                       |
| Количество результатов                                              |                    | 2              |                           |           |                       |
| Медиана набора результатов                                          |                    | 46,38          |                           |           |                       |
| Стандартное отклонение для оценки квалификации (по ГОСТ EN 13016-1) |                    | 0,76           |                           |           |                       |
| Стандартная неопределенность                                        |                    | 0,12           |                           |           |                       |

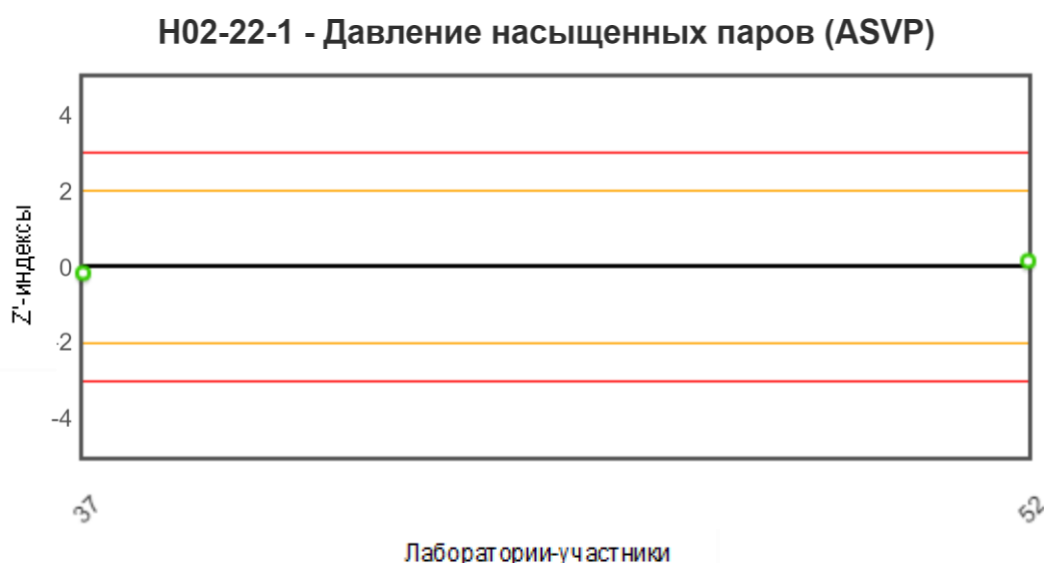


Рис. 13 Распределение z'-индексов для показателя «Давление насыщенных паров (ASVP)»

## 8. Показатель «Давление насыщенных паров (VPCR<sub>x</sub>)»

Табл. 14 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Давление насыщенных паров (VPCR<sub>x</sub>)».

| Шифр лаборатории                          | Методика испытания | Результат, кПа | Тест Диксона (выброс +/-) | Z'-индекс | Интерпретация индекса |
|-------------------------------------------|--------------------|----------------|---------------------------|-----------|-----------------------|
| 63                                        | ГОСТ Р 52340       | 51,85          | -                         | -0,779    | удовлетворительно     |
| 96                                        | ГОСТ Р 52340       | 53,3           | -                         | 1,275     | удовлетворительно     |
| 96                                        | ГОСТ 33361         | 53,3           | -                         | 1,275     | удовлетворительно     |
| 97                                        | ГОСТ Р 52340       | 52,4           | -                         | 0,000     | удовлетворительно     |
| 97                                        | ГОСТ 33361         | 52,4           | -                         | 0,000     | удовлетворительно     |
| Нормальное распределение                  |                    | Подтверждено   |                           |           |                       |
| Количество результатов                    |                    | 5              |                           |           |                       |
| Медиана набора результатов                |                    | 52,40          |                           |           |                       |
| Стандартное отклонение набора результатов |                    | 0,63           |                           |           |                       |
| Стандартная неопределенность              |                    | 0,31           |                           |           |                       |

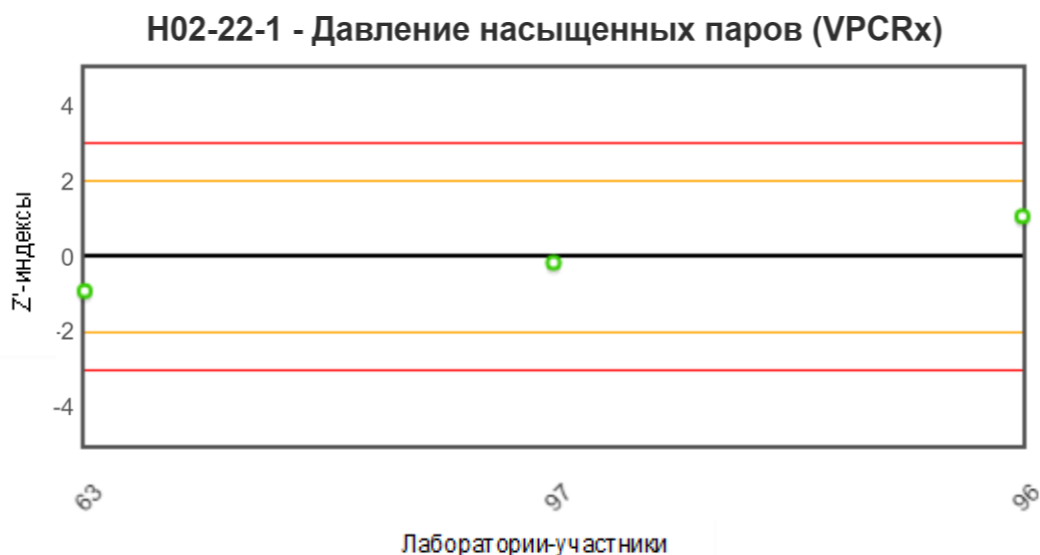
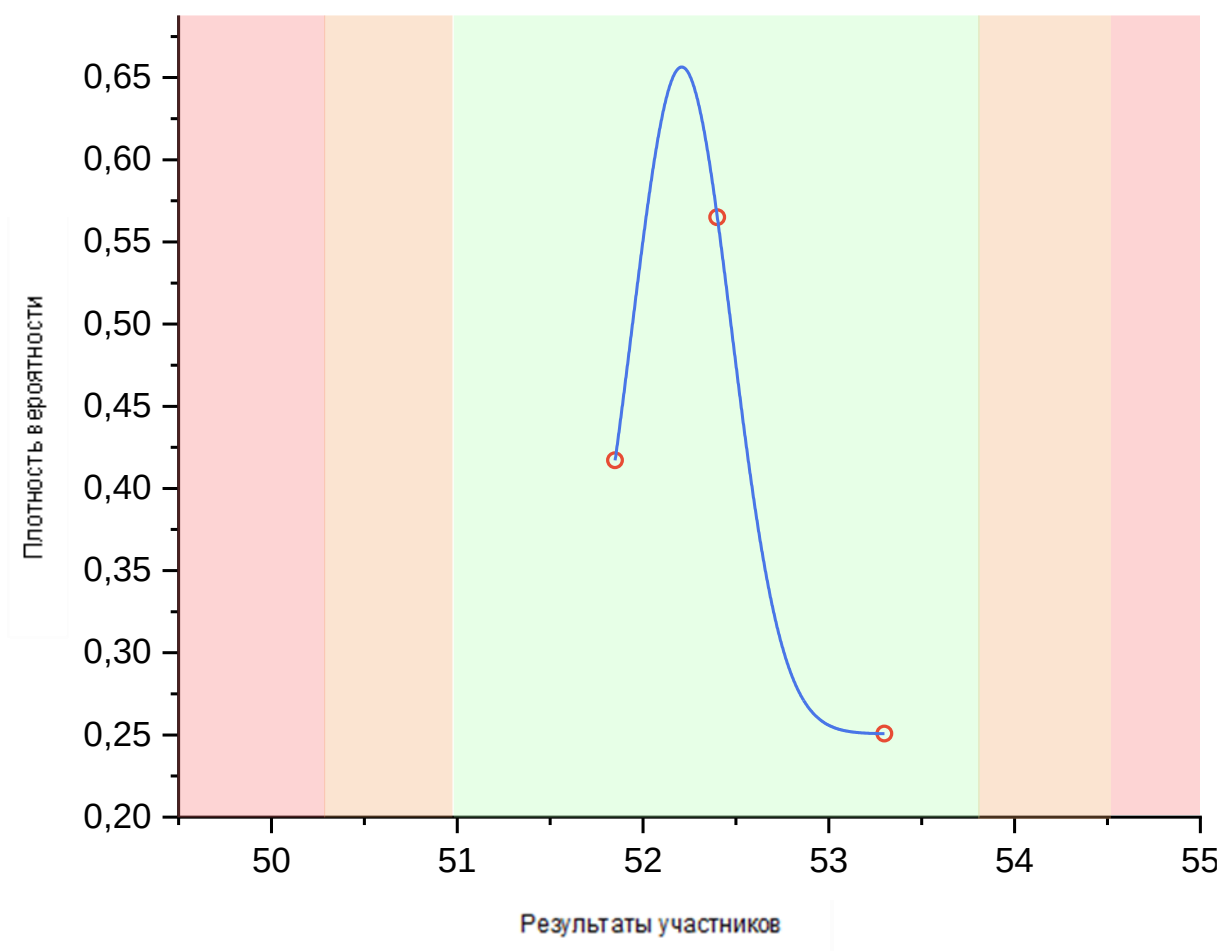


Рис. 14 Распределение z'-индексов для показателя «Давление насыщенных паров (VPCR<sub>x</sub>)»



**Рис. 15** Нормальность распределения результатов по показателю «Давление насыщенных паров (VPCRх)»

9. Показатель «Массовая концентрация хлористых солей (метод титрования водного экстракта)»

Табл. 15 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Массовая концентрация хлористых солей (метод титрования водного экстракта)».

| Шифр лаборатории                          | Методика испытания   | Результат, мг/дм <sup>3</sup> | Тест Диксона (выброс +/-) | Z-индекс | Интерпретация индекса |
|-------------------------------------------|----------------------|-------------------------------|---------------------------|----------|-----------------------|
| 32                                        | ГОСТ 21534 (метод А) | 15,96                         | -                         | -2,272   | сомнительно           |
| 43                                        | ГОСТ 21534 (метод А) | 24,23                         | -                         | -1,019   | удовлетворительно     |
| 51                                        | ГОСТ 21534 (метод А) | 57,9                          | +                         | 4,085    | неудовлетворительно   |
| 56                                        | ГОСТ 21534 (метод А) | 33,0                          | -                         | 0,310    | удовлетворительно     |
| 63                                        | ГОСТ 21534 (метод А) | 27,02                         | -                         | -0,596   | удовлетворительно     |
| 72                                        | ГОСТ 21534 (метод А) | 36,5                          | -                         | 0,841    | удовлетворительно     |
| 73                                        | ГОСТ 21534 (метод А) | 36                            | -                         | 0,765    | удовлетворительно     |
| 74                                        | ГОСТ 21534 (метод А) | 34,3                          | -                         | 0,507    | удовлетворительно     |
| 95                                        | ГОСТ 21534 (метод А) | 33,61                         | -                         | 0,403    | удовлетворительно     |
| 96                                        | ГОСТ 21534 (метод А) | 33,2                          | -                         | 0,341    | удовлетворительно     |
| 97                                        | ГОСТ 21534 (метод А) | 35,7                          | -                         | 0,720    | удовлетворительно     |
| Нормальное распределение                  |                      | Подтверждено                  |                           |          |                       |
| Количество результатов                    |                      | 11                            |                           |          |                       |
| Среднее арифметическое набора результатов |                      | 30,95                         |                           |          |                       |
| Стандартное отклонение набора результатов |                      | 6,60                          |                           |          |                       |
| Стандартная неопределенность              |                      | 1,89                          |                           |          |                       |

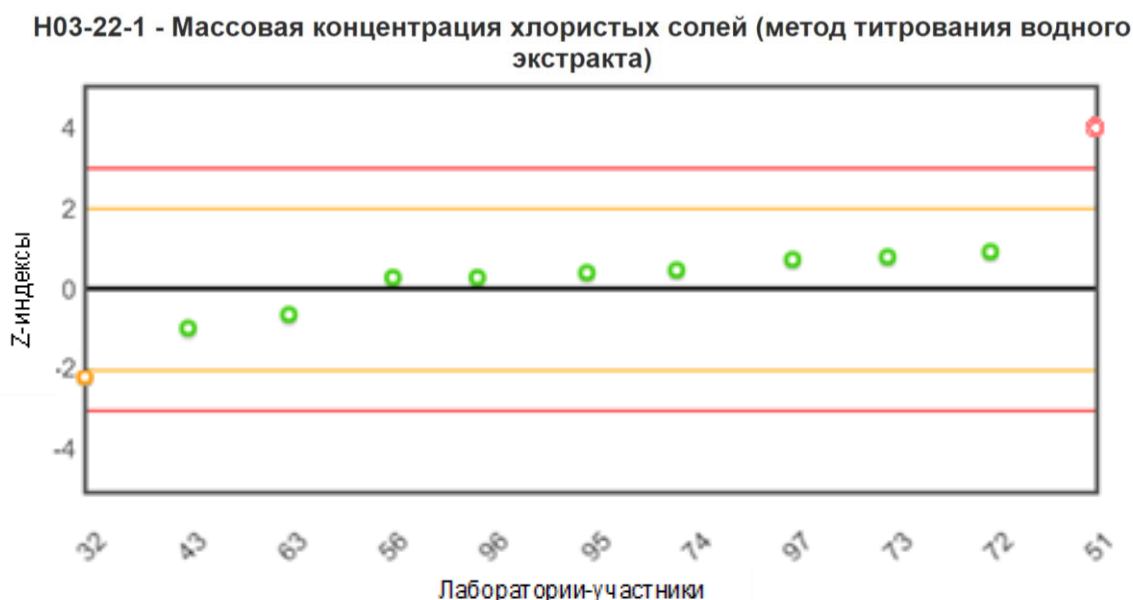
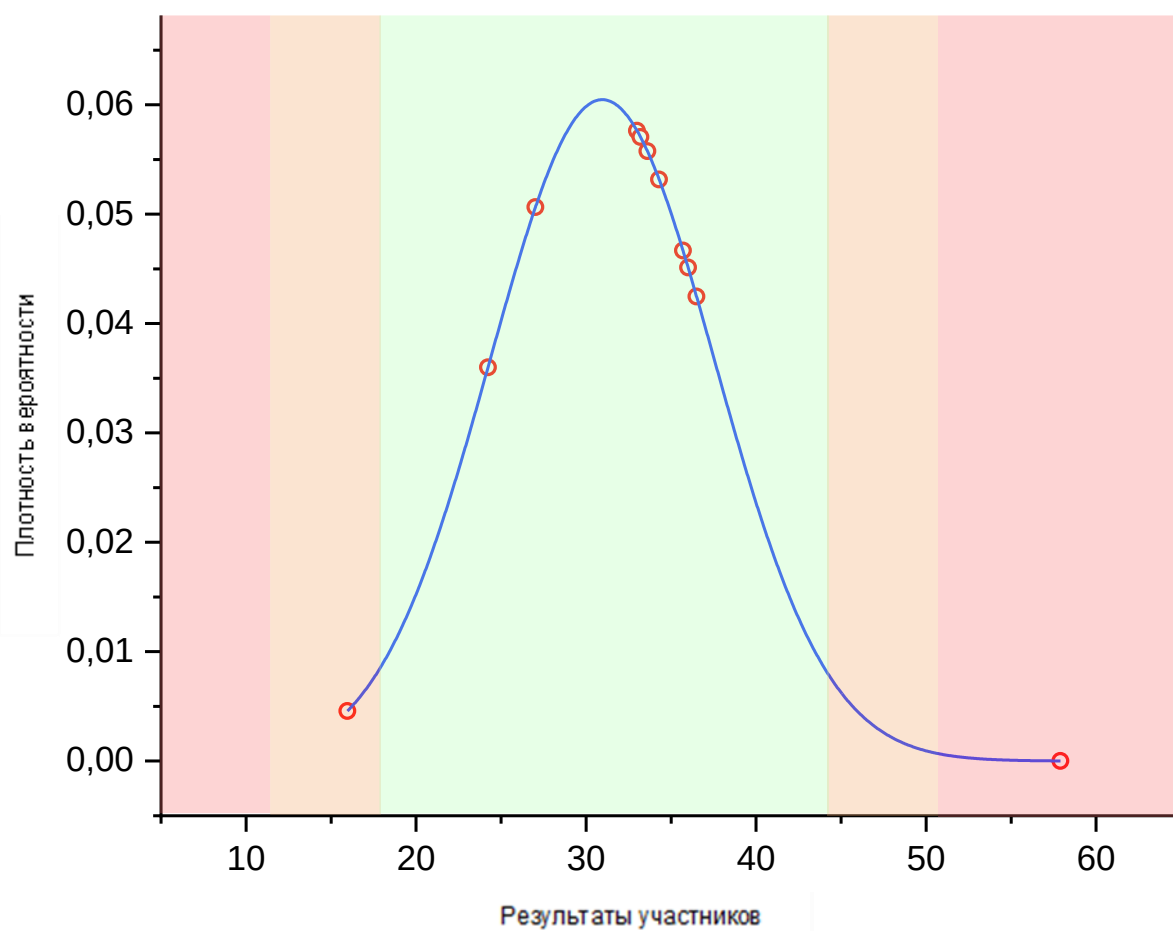


Рис. 16 Распределение z-индексов для показателя «Массовая концентрация хлористых солей (метод титрования водного экстракта)»



**Рис. 17** Нормальность распределения результатов по показателю «Массовая концентрация хлористых солей (метод титрования водного экстракта)»

# 10. Показатель «Массовая концентрация хлористых солей (электрометрический метод)»

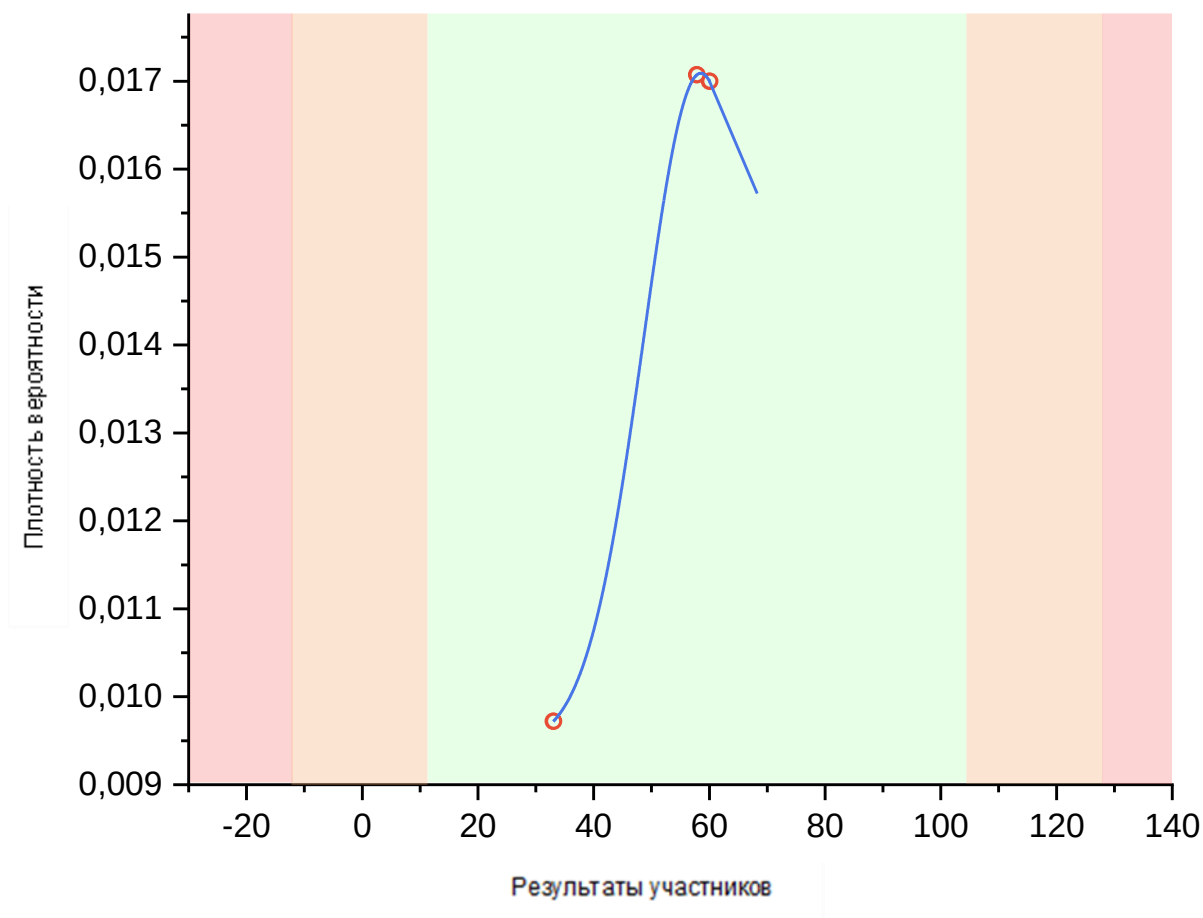
**Табл. 16** Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Массовая концентрация хлористых солей (электрометрический метод)».

| Шифр лаборатории                                               | Методика испытания | Результат, мг/дм <sup>3</sup> | Тест Диксона (выброс +/-) | Z'-индекс | Интерпретация индекса |
|----------------------------------------------------------------|--------------------|-------------------------------|---------------------------|-----------|-----------------------|
| 37                                                             | ASTM D3230         | 60                            | -                         | 0,112     | удовлетворительно     |
| 50                                                             | ASTM D3230         | 57,8                          | -                         | 0,000     | удовлетворительно     |
| 52                                                             | ASTM D3230         | 33                            | -                         | -1,263    | удовлетворительно     |
| Нормальное распределение                                       |                    | Подтверждено                  |                           |           |                       |
| Количество результатов                                         |                    | 3                             |                           |           |                       |
| Медиана набора результатов                                     |                    | 57,80                         |                           |           |                       |
| Стандартное отклонение для оценки квалификации (по ASTM D3230) |                    | 16,80                         |                           |           |                       |
| Стандартная неопределенность                                   |                    | 10,16                         |                           |           |                       |

**Н03-22-1 - Массовая концентрация хлористых солей (электрометрический метод)**



**Рис. 18** Распределение z'-индексов для показателя «Массовая концентрация хлористых солей (электрометрический метод)»



**Рис. 19** Нормальность распределения результатов по показателю «Массовая концентрация хлористых солей (электрометрический метод)»

## 11. Показатель «Массовая доля воды»

Табл. 17 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Массовая доля воды».

| Шифр лаборатории                         | Методика испытания | Результат, % | Тест Диксона (выброс +/-) | Z'-индекс | Интерпретация индекса |
|------------------------------------------|--------------------|--------------|---------------------------|-----------|-----------------------|
| 26                                       | ГОСТ 2477          | 1,001        | -                         | 1,130     | удовлетворительно     |
| 37                                       | ГОСТ 2477          | 0,9          | -                         | -0,407    | удовлетворительно     |
| 50                                       | ГОСТ 2477          | 0,91         | -                         | -0,255    | удовлетворительно     |
| 51                                       | ASTM D95           | 0,9          | -                         | -0,407    | удовлетворительно     |
| 52                                       | ГОСТ 2477          | 0,91         | -                         | -0,255    | удовлетворительно     |
| 56                                       | ГОСТ 2477          | 0,18         | -                         | -11,362   | неудовлетворительно   |
| 63                                       | ГОСТ 2477          | 0,95         | -                         | 0,354     | удовлетворительно     |
| 72                                       | ГОСТ 2477          | 1,0          | -                         | 1,114     | удовлетворительно     |
| 73                                       | ГОСТ 2477          | 0,90         | -                         | -0,407    | удовлетворительно     |
| 74                                       | ГОСТ 2477          | 0,90         | -                         | -0,407    | удовлетворительно     |
| 75                                       | ГОСТ 2477          | 0,85         | -                         | -1,168    | удовлетворительно     |
| 95                                       | ГОСТ 2477          | 0,95         | -                         | 0,354     | удовлетворительно     |
| 96                                       | ГОСТ 2477          | 1,2          | -                         | 4,157     | неудовлетворительно   |
| 97                                       | ГОСТ 2477          | 0,95         | -                         | 0,354     | удовлетворительно     |
| Нормальное распределение                 |                    | Подтверждено |                           |           |                       |
| Количество результатов                   |                    | 14           |                           |           |                       |
| Робастная оценка среднего значения       |                    | 0,927        |                           |           |                       |
| Робастная оценка стандартного отклонения |                    | 0,062        |                           |           |                       |
| Стандартная неопределенность             |                    | 0,021        |                           |           |                       |

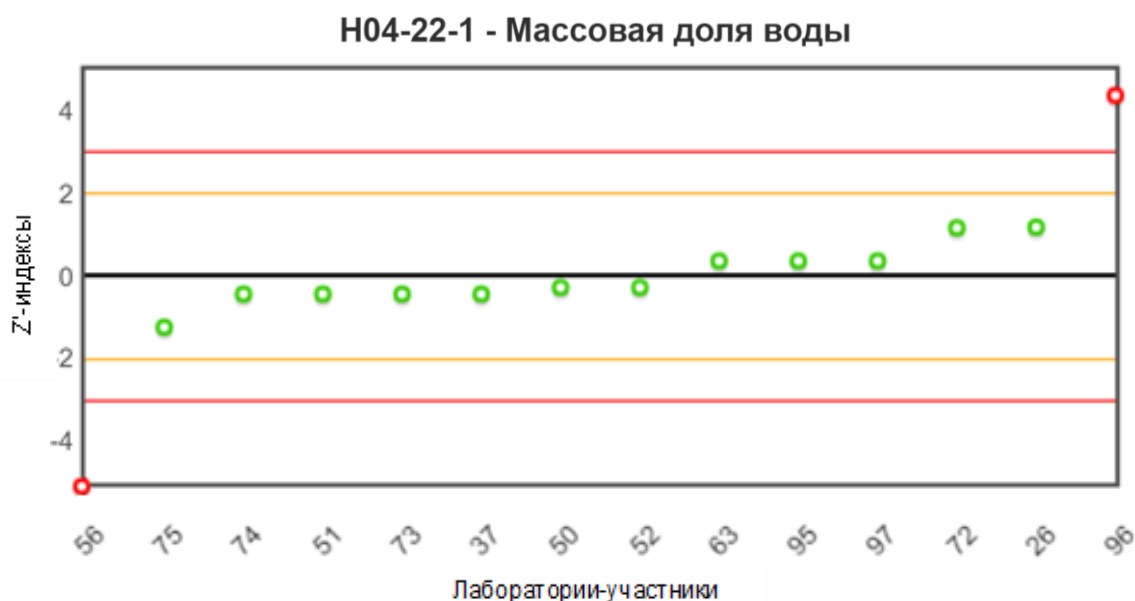
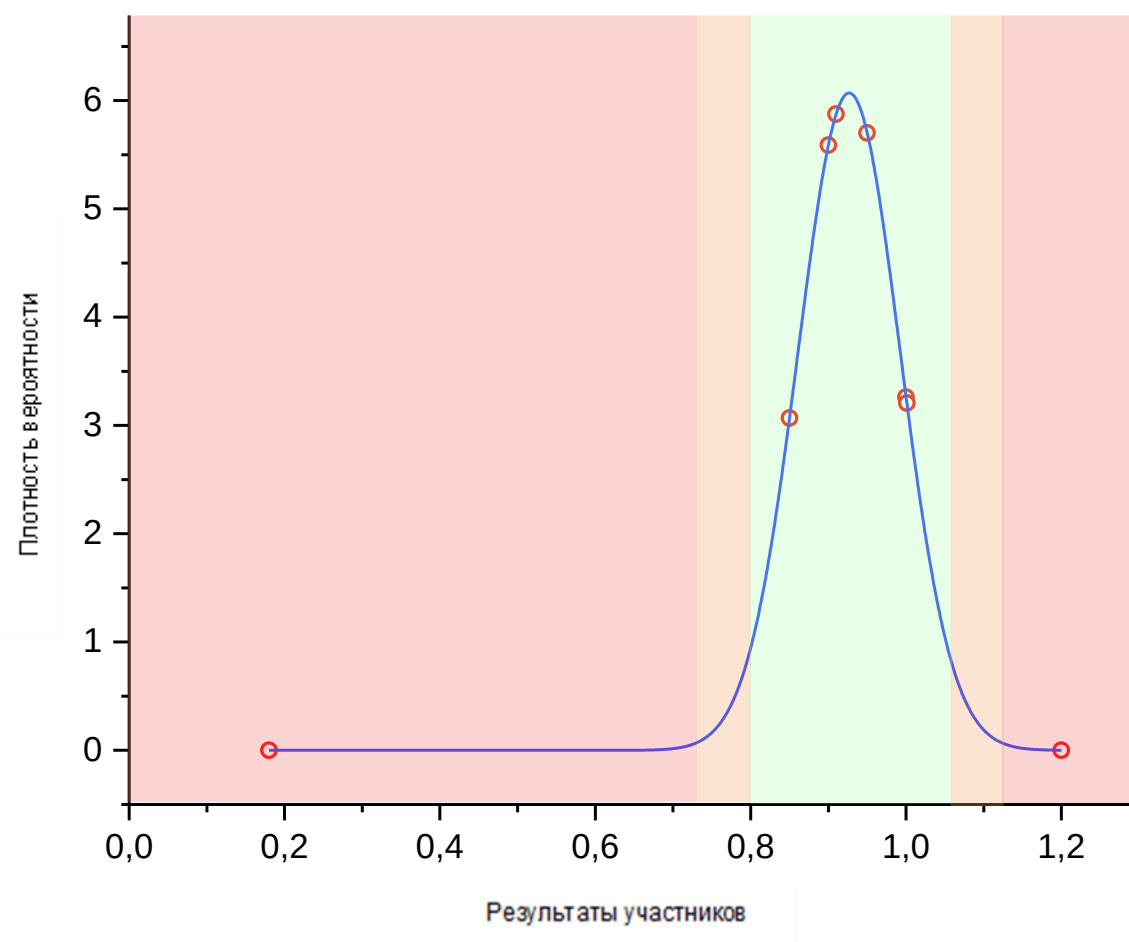


Рис. 20 Распределение z'-индексов для показателя «Массовая доля воды»



**Рис. 21** Нормальность распределения результатов по показателю «Массовая доля воды»

## 12. Показатель «Массовая доля механических примесей»

Табл. 18 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Массовая доля механических примесей».

| Шифр лаборатории                                              | Методика испытания      | Результат, % | Тест Диксона (выброс +/-) | Z'-индекс | Интерпретация индекса |
|---------------------------------------------------------------|-------------------------|--------------|---------------------------|-----------|-----------------------|
| 26                                                            | ГОСТ 6370 (СТ СЭВ 2876) | 0,497        | -                         | 1,200     | удовлетворительно     |
| 37                                                            | ГОСТ 6370 (СТ СЭВ 2876) | 0,48         | -                         | -0,611    | удовлетворительно     |
| 50                                                            | ГОСТ 6370 (СТ СЭВ 2876) | 0,465        | -                         | -2,210    | сомнительно           |
| 51                                                            | ГОСТ 6370 (СТ СЭВ 2876) | 0,47         | -                         | -1,677    | удовлетворительно     |
| 52                                                            | ГОСТ 6370 (СТ СЭВ 2876) | 0,49         | -                         | 0,454     | удовлетворительно     |
| 56                                                            | ГОСТ 6370 (СТ СЭВ 2876) | 0,39         | -                         | -10,201   | неудовлетворительно   |
| 63                                                            | ГОСТ 6370 (СТ СЭВ 2876) | 0,5082       | -                         | 2,393     | сомнительно           |
| 72                                                            | ГОСТ 6370 (СТ СЭВ 2876) | 0,501        | -                         | 1,626     | удовлетворительно     |
| 73                                                            | ГОСТ 6370 (СТ СЭВ 2876) | 0,49         | -                         | 0,454     | удовлетворительно     |
| 74                                                            | ГОСТ 6370 (СТ СЭВ 2876) | 0,501        | -                         | 1,626     | удовлетворительно     |
| 75                                                            | ГОСТ 6370 (СТ СЭВ 2876) | 0,49         | -                         | 0,454     | удовлетворительно     |
| 96                                                            | ГОСТ 6370 (СТ СЭВ 2876) | 0,4917       | -                         | 0,635     | удовлетворительно     |
| 97                                                            | ГОСТ 6370 (СТ СЭВ 2876) | 0,4709       | -                         | -1,581    | удовлетворительно     |
| Нормальное распределение                                      |                         | Подтверждено |                           |           |                       |
| Количество результатов                                        |                         | 13           |                           |           |                       |
| Робастная оценка среднего значения                            |                         | 0,486        |                           |           |                       |
| Стандартное отклонение для оценки квалификации (по ГОСТ 6370) |                         | 0,0072       |                           |           |                       |
| Стандартная неопределенность                                  |                         | 0,0060       |                           |           |                       |

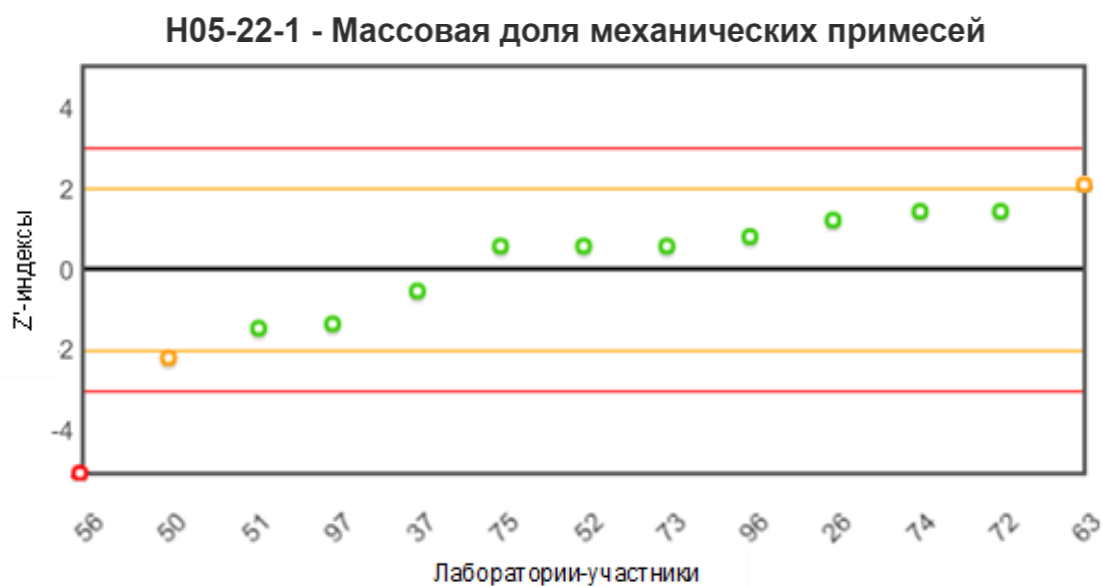


Рис. 22 Распределение z'-индексов для показателя «Массовая доля механических примесей»

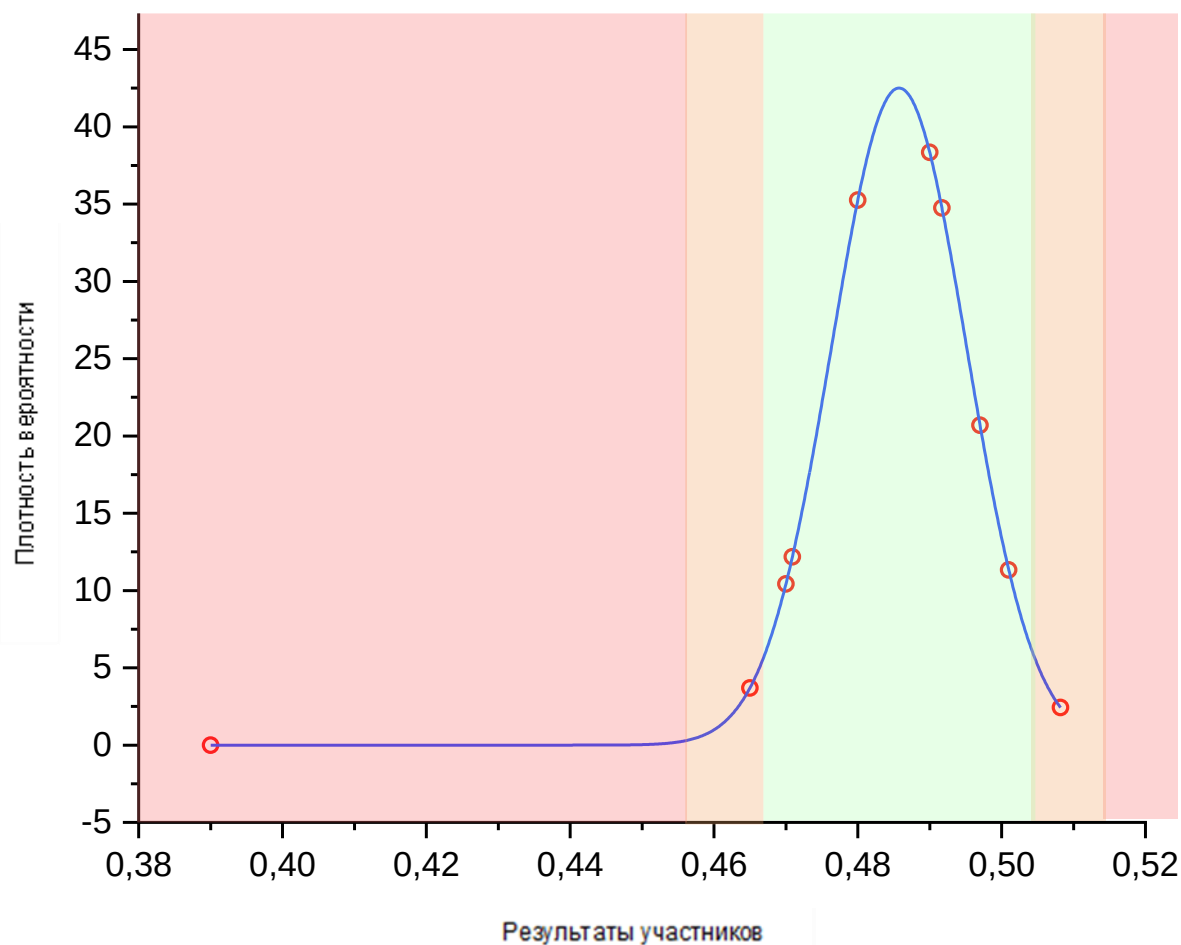


Рис. 23 Нормальность распределения результатов по показателю «Массовая доля механических примесей»

### 13. Показатель «Массовая доля сероводорода»

Табл. 19 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Массовая доля сероводорода».

| Шифр лаборатории                                            | Методика испытания | Результат, ppm | Тест Диксона (выброс +/-) | Z'-индекс | Интерпретация индекса |
|-------------------------------------------------------------|--------------------|----------------|---------------------------|-----------|-----------------------|
| 32                                                          | ГОСТ 32918         | 15,0           | -                         | 0,384     | удовлетворительно     |
| 51                                                          | ГОСТ Р 50802       | 16,5           | -                         | 0,949     | удовлетворительно     |
| 56                                                          | ГОСТ Р 50802       | 12,5           | -                         | -0,558    | удовлетворительно     |
| 63                                                          | ГОСТ Р 50802       | 17,49          | -                         | 1,322     | удовлетворительно     |
| 88                                                          | ГОСТ Р 50802       | 13,07          | -                         | -0,343    | удовлетворительно     |
| 89                                                          | ГОСТ Р 50802       | 13,5           | -                         | -0,181    | удовлетворительно     |
| 90                                                          | ГОСТ Р 50802       | 12,4           | -                         | -0,595    | удовлетворительно     |
| 91                                                          | ГОСТ Р 50802       | 9,7            | -                         | -1,612    | удовлетворительно     |
| 96                                                          | ГОСТ Р 50802       | 4,2            | +                         | -3,684    | неудовлетворительно   |
| 97                                                          | ГОСТ Р 50802       | 13,9           | -                         | -0,030    | удовлетворительно     |
| 102                                                         | ГОСТ Р 50802       | 15,74          | -                         | 0,663     | удовлетворительно     |
| Нормальное распределение                                    |                    | Подтверждено   |                           |           |                       |
| Количество результатов                                      |                    | 11             |                           |           |                       |
| Среднее арифметическое набора результатов                   |                    | 13,98          |                           |           |                       |
| Стандартное отклонение набора результатов                   |                    | 2,28           |                           |           |                       |
| Стандартная неопределенность                                |                    | 0,65           |                           |           |                       |
| Оценка стандартного отклонения изменчивости между образцами |                    | 1,36           |                           |           |                       |

Н06-22-1 - Массовая доля сероводорода

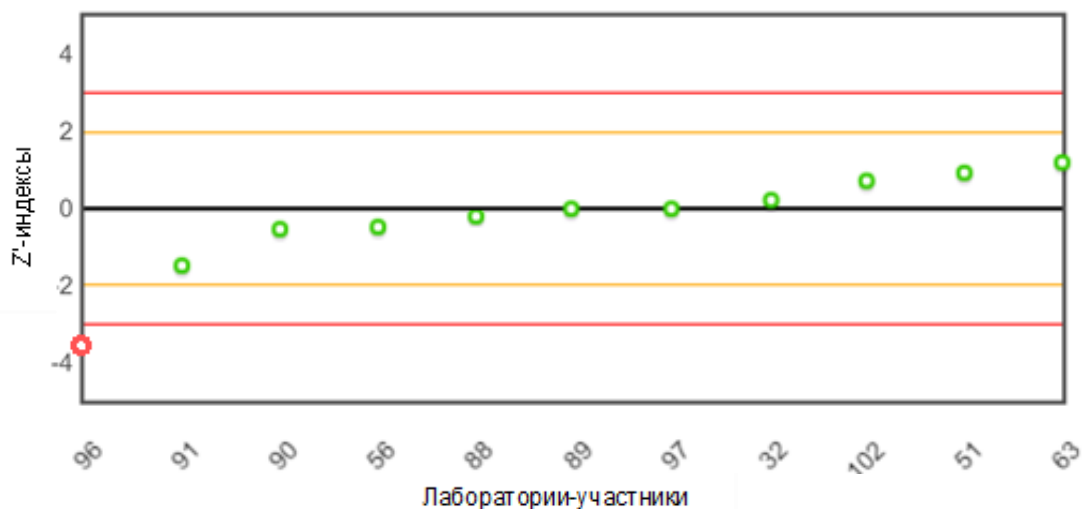
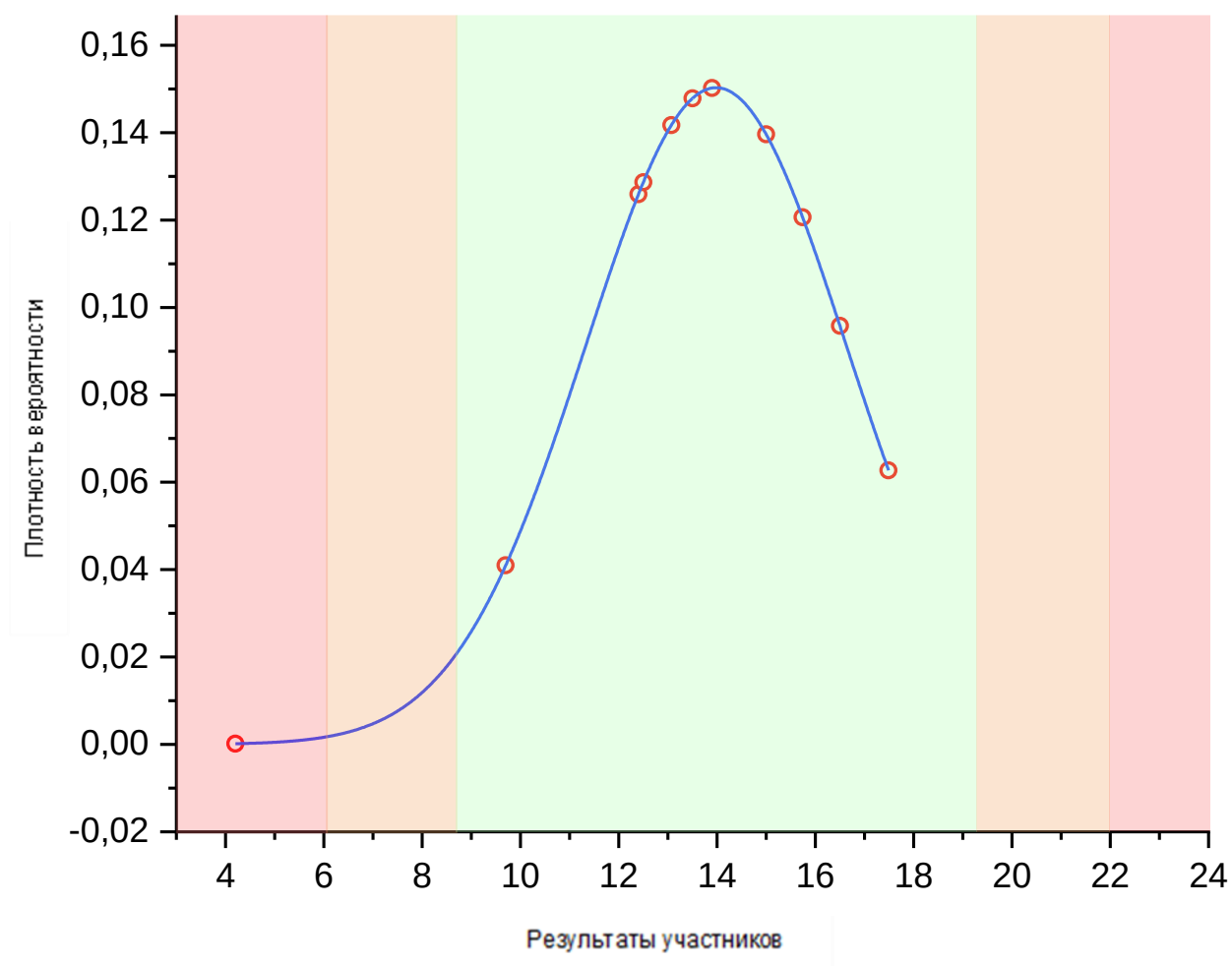


Рис. 24 Распределение z'-индексов для показателя «Массовая доля сероводорода»



**Рис. 25** Нормальность распределения результатов по показателю «Массовая доля сероводорода»

#### 14. Показатель «Массовая доля метил- и этилмеркаптанов в сумме»

Табл. 20 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Массовая доля метил- и этилмеркаптанов в сумме».

| Шифр лаборатории                          | Методика испытания | Результат, ppm | Тест Диксона (выброс +/-) | Z-индекс | Интерпретация индекса |
|-------------------------------------------|--------------------|----------------|---------------------------|----------|-----------------------|
| 32                                        | ГОСТ 32918         | 26,0           | +                         | 7,416    | неудовлетворительно   |
| 51                                        | ГОСТ Р 50802       | 9,6            | -                         | -0,992   | удовлетворительно     |
| 56                                        | ГОСТ Р 50802       | 10,5           | -                         | -0,530   | удовлетворительно     |
| 63                                        | ГОСТ Р 50802       | 11,68          | -                         | 0,075    | удовлетворительно     |
| 88                                        | ГОСТ Р 50802       | 13,02          | -                         | 0,762    | удовлетворительно     |
| 89                                        | ГОСТ Р 50802       | 10,1           | -                         | -0,735   | удовлетворительно     |
| 90                                        | ГОСТ Р 50802       | 11,3           | -                         | -0,120   | удовлетворительно     |
| 91                                        | ГОСТ Р 50802       | 16,4           | -                         | 2,495    | сомнительно           |
| 96                                        | ГОСТ Р 50802       | 10,5           | -                         | -0,530   | неудовлетворительно   |
| 97                                        | ГОСТ Р 50802       | 11,1           | -                         | -0,223   | удовлетворительно     |
| 102                                       | ГОСТ Р 50802       | 11,14          | -                         | -0,202   | удовлетворительно     |
| Нормальное распределение                  |                    | Подтверждено   |                           |          |                       |
| Количество результатов                    |                    | 11             |                           |          |                       |
| Среднее арифметическое набора результатов |                    | 11,53          |                           |          |                       |
| Стандартное отклонение набора результатов |                    | 1,95           |                           |          |                       |
| Стандартная неопределенность              |                    | 0,56           |                           |          |                       |

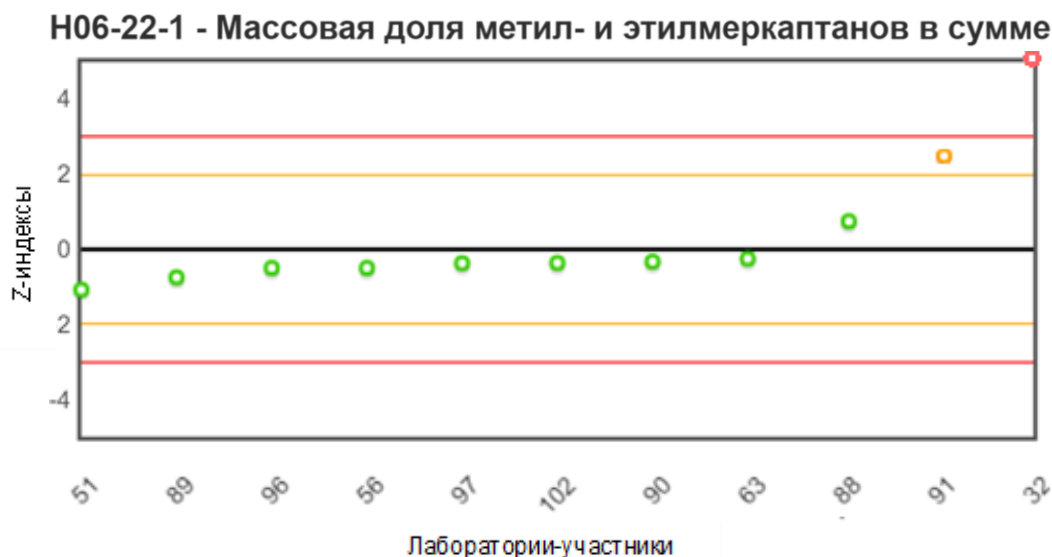
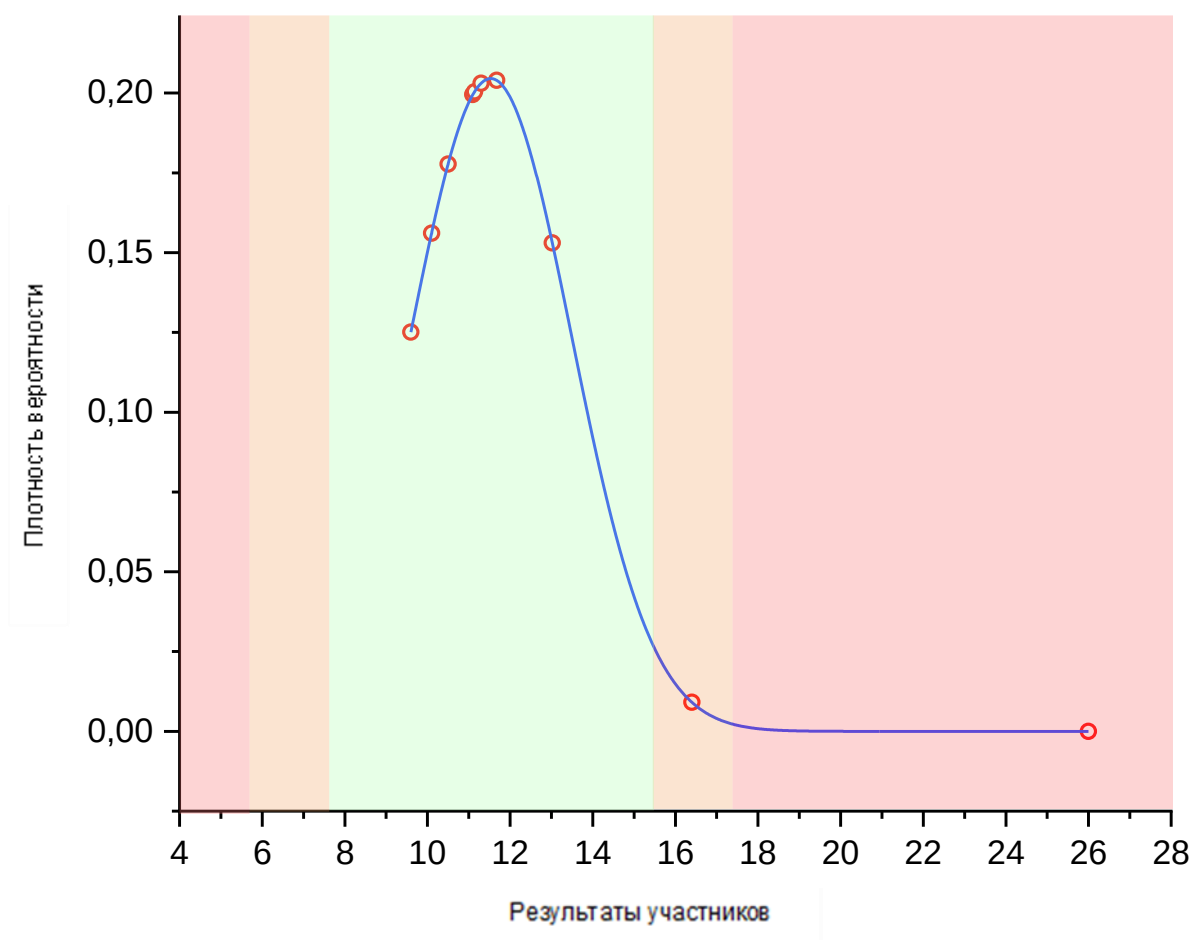


Рис. 26 Распределение z-индексов для показателя «Массовая доля метил- и этилмеркаптанов в сумме»



**Рис. 27** Нормальность распределения результатов по показателю «Массовая доля метил- и этилмеркаптанов в сумме»

15. Показатель «Массовая доля органических хлоридов во фракции, выкипающей до температуры 204 °С»

Табл. 21 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Массовая доля органических хлоридов во фракции, выкипающей до температуры 204 °С».

| Шифр лаборатории                         | Методика испытания       | Результат, ppm | Тест Диксона (выброс +/-) | Z'-индекс | Интерпретация индекса |
|------------------------------------------|--------------------------|----------------|---------------------------|-----------|-----------------------|
| 26                                       | ГОСТ Р 52247 (метод В)   | 9,8            | -                         | 0,138     | удовлетворительно     |
| 37                                       | ASTM D4929 (Процедура В) | 11             | -                         | 0,480     | удовлетворительно     |
| 43                                       | ГОСТ Р 52247 (метод В)   | 8,78           | -                         | -0,152    | удовлетворительно     |
| 50                                       | ASTM D4929               | 14,75          | -                         | 1,547     | удовлетворительно     |
| 51                                       | ГОСТ Р 52247 (метод Б)   | 11,60          | -                         | 0,650     | удовлетворительно     |
| 52                                       | ГОСТ Р 52247 (метод Б)   | 11,94          | -                         | 0,747     | удовлетворительно     |
| 56                                       | ГОСТ Р 52247 (метод А)   | 1,26           | -                         | -2,292    | сомнительно           |
| 63                                       | ГОСТ Р 52247 (метод В)   | 9,7            | -                         | 0,110     | удовлетворительно     |
| 72                                       | ГОСТ Р 52247 (метод Б)   | 5,45           | -                         | -1,100    | удовлетворительно     |
| 75                                       | ГОСТ Р 52247 (метод Б)   | 5,3            | -                         | -1,142    | удовлетворительно     |
| 84                                       | СТО 44235454-007-2013    | 3,2            | -                         | -1,740    | удовлетворительно     |
| 96                                       | ГОСТ Р 52247 (метод Б)   | 11,23          | -                         | 0,545     | удовлетворительно     |
| 96                                       | ГОСТ Р 52247 (метод В)   | 10,7           | -                         | 0,394     | удовлетворительно     |
| 97                                       | ГОСТ Р 52247 (метод Б)   | 10,65          | -                         | 0,380     | удовлетворительно     |
| 97                                       | ГОСТ Р 52247 (метод В)   | 9,57           | -                         | 0,073     | удовлетворительно     |
| 102                                      | ГОСТ Р 52247 (метод В)   | 10,4           | -                         | 0,309     | удовлетворительно     |
| Нормальное распределение                 |                          | Подтверждено   |                           |           |                       |
| Количество результатов                   |                          | 16             |                           |           |                       |
| Робастная оценка среднего значения       |                          | 9,32           |                           |           |                       |
| Робастная оценка стандартного отклонения |                          | 3,35           |                           |           |                       |
| Стандартная неопределенность             |                          | 1,05           |                           |           |                       |

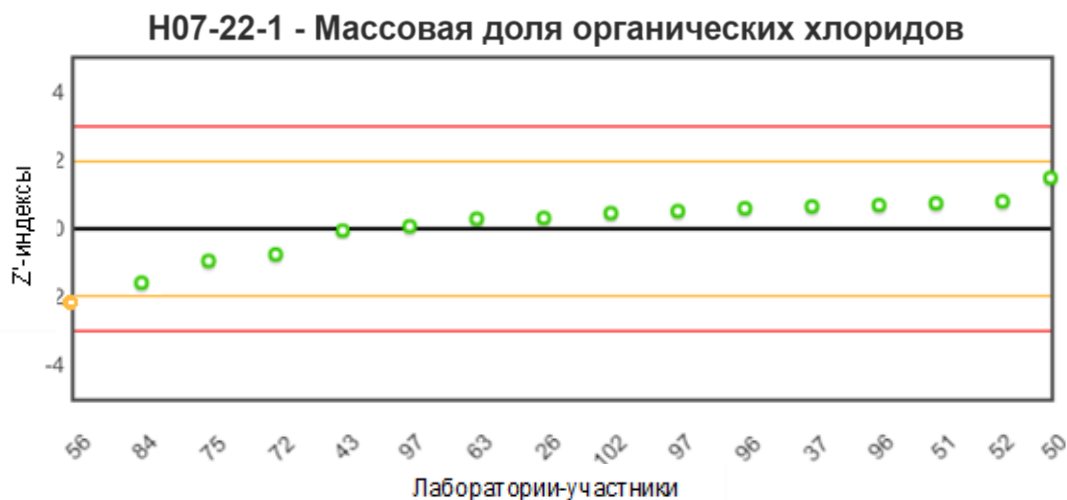
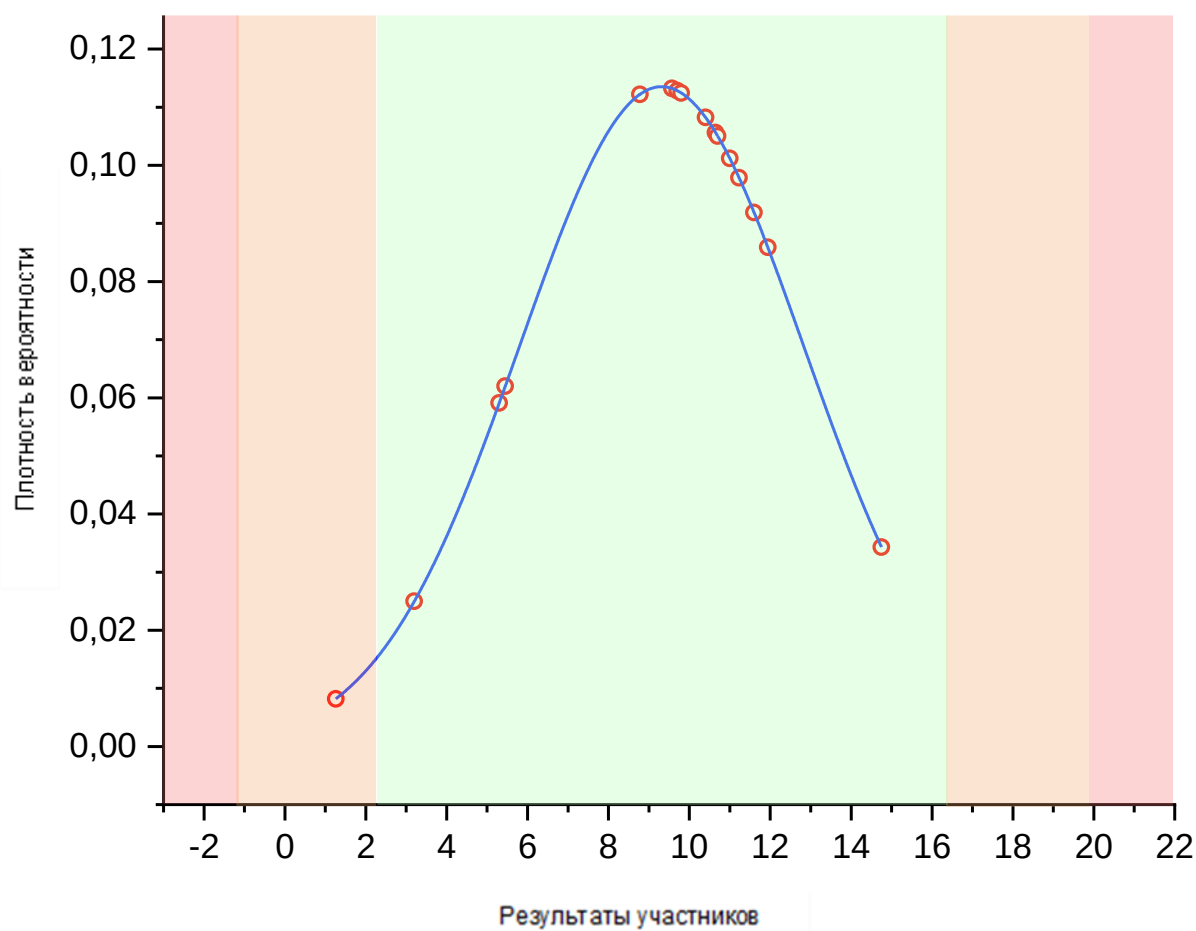


Рис. 28 Распределение z'-индексов для показателя «Массовая доля органических хлоридов во фракции, выкипающей до температуры 204 °С»



**Рис. 29** Нормальность распределения результатов по показателю «Массовая доля органических хлоридов во фракции, выкипающей до температуры 204 °С»

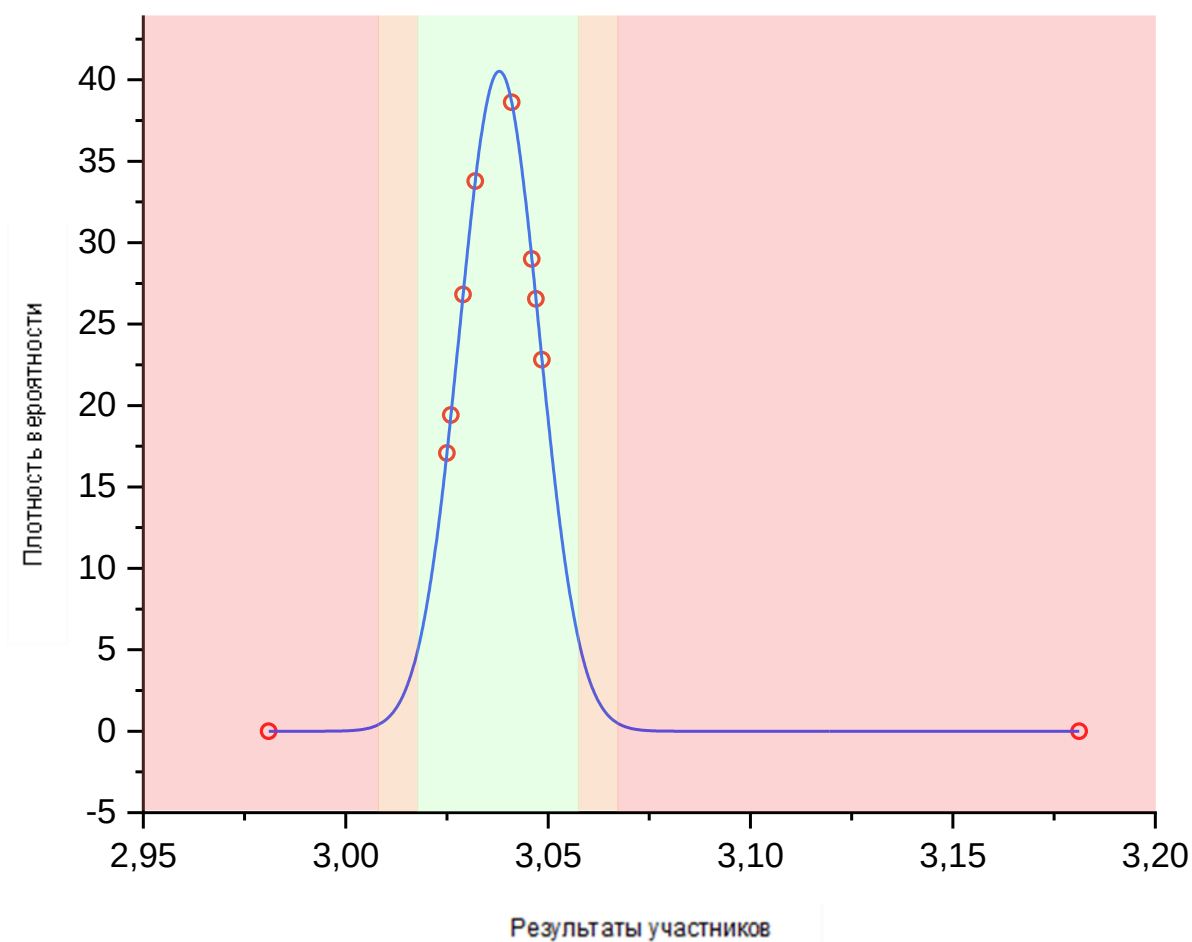
## 16. Показатель «Кинематическая вязкость при 20 °С»

Табл. 22 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Кинематическая вязкость при 20 °С».

| Шифр лаборатории                          | Методика испытания | Результат, мм <sup>2</sup> /с | Тест Диксона (выброс +/-) | Z-индекс | Интерпретация индекса |
|-------------------------------------------|--------------------|-------------------------------|---------------------------|----------|-----------------------|
| 26                                        | ГОСТ 33            | 3,1812                        | +                         | 14,553   | неудовлетворительно   |
| 37                                        | ASTM D445          | 3,026                         | -                         | -1,213   | удовлетворительно     |
| 50                                        | ASTM D445          | 3,029                         | -                         | -0,909   | удовлетворительно     |
| 56                                        | ГОСТ 33            | 2,981                         | +                         | -5,785   | неудовлетворительно   |
| 63                                        | ГОСТ 33            | 3,0320                        | -                         | -0,604   | удовлетворительно     |
| 72                                        | ГОСТ 33            | 3,041                         | -                         | 0,310    | удовлетворительно     |
| 73                                        | ГОСТ 33            | 3,047                         | -                         | 0,920    | удовлетворительно     |
| 74                                        | ГОСТ 33            | 3,0485                        | -                         | 1,072    | удовлетворительно     |
| 75                                        | ГОСТ 33            | 3,046                         | -                         | 0,818    | удовлетворительно     |
| 96                                        | ГОСТ 33            | 3,047                         | -                         | 0,920    | удовлетворительно     |
| 97                                        | ГОСТ 33            | 3,025                         | -                         | -1,315   | удовлетворительно     |
| Нормальное распределение                  |                    | Подтверждено                  |                           |          |                       |
| Количество результатов                    |                    | 11                            |                           |          |                       |
| Среднее арифметическое набора результатов |                    | 3,038                         |                           |          |                       |
| Стандартное отклонение набора результатов |                    | 0,0098                        |                           |          |                       |
| Стандартная неопределенность              |                    | 0,0027                        |                           |          |                       |



Рис. 30 Распределение z-индексов для показателя «Кинематическая вязкость при 20 °С»



**Рис. 31** Нормальность распределения результатов по показателю «Кинематическая вязкость при 20 °С»

## 17. Показатель «Массовая доля парафина»

Табл. 23 Сводная таблица результатов ПК участников по показателю «Массовая доля парафина».

| Шифр лаборатории                                  | Методика испытания    | Результат, % | Тест Диксона (выброс +/-) | Z-индекс | Интерпретация индекса |
|---------------------------------------------------|-----------------------|--------------|---------------------------|----------|-----------------------|
| 26                                                | ГОСТ 11851 (метод А)  | 2,19         | -                         | -1,814   | удовлетворительно     |
| 26                                                | СТ АО 970940000588-30 | 2,08         | -                         | -2,095   | сомнительно           |
| 50                                                | ГОСТ 11851 (метод А)  | 2,9          | -                         | 0,000    | удовлетворительно     |
| 51                                                | ГОСТ 11851 (метод А)  | 2,5525       | -                         | -0,888   | удовлетворительно     |
| 56                                                | ГОСТ 11851 (метод Б)  | 6,2          | -                         | 8,429    | неудовлетворительно   |
| 86                                                | ГОСТ 11851 (метод А)  | 2,7          | -                         | -0,511   | удовлетворительно     |
| 96                                                | ГОСТ 11851 (метод А)  | 3,1          | -                         | 0,511    | удовлетворительно     |
| 97                                                | ГОСТ 11851 (метод А)  | 3,1          | -                         | 0,511    | удовлетворительно     |
| Нормальное распределение                          |                       | Подтверждено |                           |          |                       |
| Количество результатов                            |                       | 8            |                           |          |                       |
| Аттестованное значение                            |                       | 2,9          |                           |          |                       |
| Стандартное отклонение по аттестованному значению |                       | 0,39         |                           |          |                       |

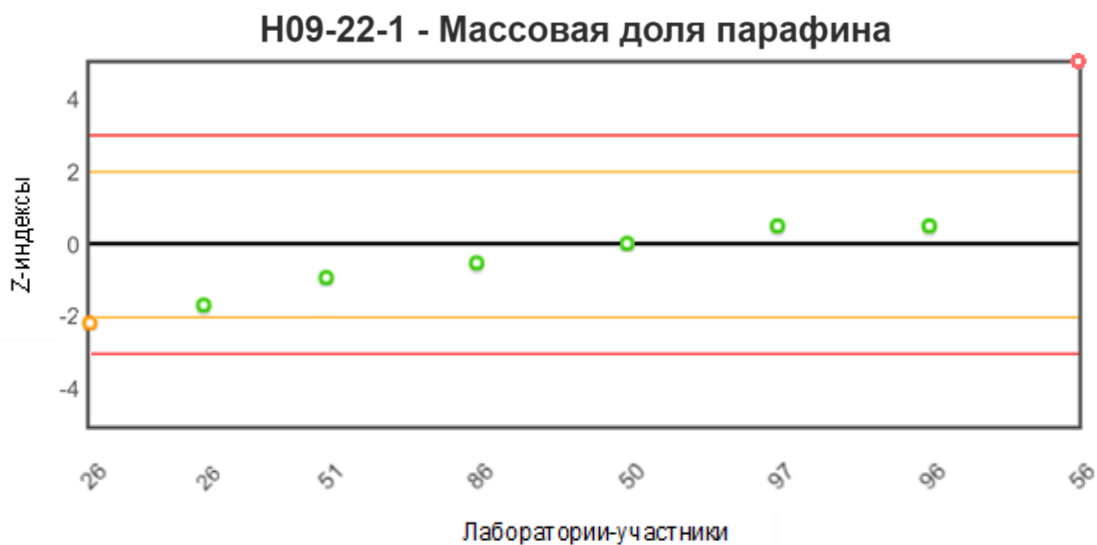
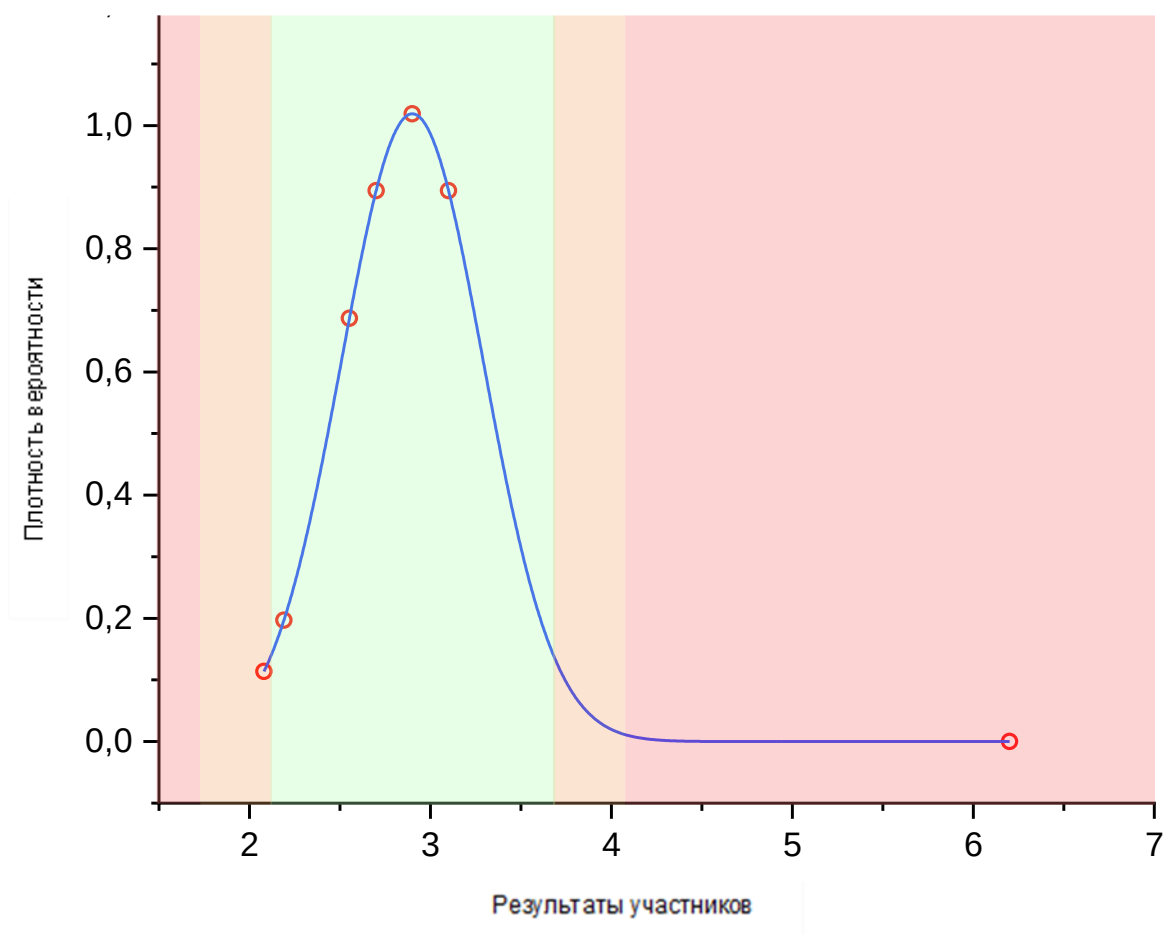


Рис. 32 Распределение z-индексов для показателя «Массовая доля парафина»



**Рис. 33** Нормальность распределения результатов по показателю «Массовая доля парафина»