

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Handwritten signature
Н.И. Ханов
2015 г.

АНАЛИЗАТОР НЕФТЕПРОДУКТОВ
АВТОМАТИЧЕСКИЙ
ФЛЮОРАТ-АЕ-2
Методика поверки
МП 242-1018- 2015

Handwritten: з.р. 64130-16

Handwritten: Руководитель отдела
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Handwritten signature
Л.А. Конопелько

Руководитель сектора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Handwritten signature
И.Б. Максакова

Содержание

Введение.....	3
1 Операции поверки.....	3
2 Средства поверки.....	3
3 Требования безопасности.....	4
4 Условия поверки.....	4
5 Подготовка к поверке.....	4
6 Проведение поверки.....	4
6.1 Внешний осмотр, проверка комплектности.....	4
6.2 Опробование.....	5
6.3 Определение основной относительной погрешности	6
7 Оформление результатов поверки.....	7
<i>Приложение А. Протокол поверки.....</i>	<i>8</i>
<i>Приложение Б.</i>	
<i>Методика приготовления растворов для поверки</i>	<i>10</i>

Настоящая методика поверки распространяется на автоматические анализаторы нефтепродуктов ФЛЮОРАТ-АЕ-2 (далее именуемые анализаторами) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

Анализатор предназначен для непрерывных автоматизированных измерений массовой концентрации растворённых нефтепродуктов в питьевых, природных и очищенных сточных водах посредством регистрации интенсивности флуоресценции пробы, пропорциональной массовой концентрации определяемых нефтепродуктов. Основа метода - проточно-инжекционный анализ.

Область применения анализатора - контроль объектов окружающей среды и контроль технологических процессов.

Интервал между поверками – 1 год.

1 Операции поверки

1.1 При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1.1.

Таблица 1.1

Наименование операции	Пункт раздела “Проведение поверки”	Выполнение операции поверки	
		Первичной	Периодической
1 Внешний осмотр, проверка комплектности	6.1	+	+
2 Проверка ПО	6.2	+	+
3 Опробование	6.3	+	+
4 Определение основной относительной погрешности и диапазона измерений массовой концентрации нефтепродуктов	6.4	+	+

Примечание: При изменении элементной базы или доработке программы управления анализатором в п.п.6.2 - 6.4 могут быть внесены изменения, не влияющие на метрологические характеристики анализатора.

2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки должны применяться следующие средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы:

Наименование	НД
Термометр лабораторный для воды	ГОСТ 13646-68
Измеритель параметров микроклимата, например Термогигрометр ИВА-6Н-КП-Д	Номер в Госреестре РФ № 46434-11
Дистиллятор лабораторный	
Колбы мерные, вместимостью 100, 50 см ³	ГОСТ 1770-74
Пипетки мерные, вместимостью 5,0 см ³ , 10 см ³	ГОСТ 29227-91
Стаканы химические, вместимостью 50 см ³ , 25 см ³	ГОСТ 25336-82
Гексан, х. ч., «КРИОХРОМ»	ТУ 2631-001-54260861-2013

2.2 Все используемые средства измерения, стандартные образцы и вспомогательное оборудование должны иметь действующие свидетельства о поверке.

2.3 При проведении поверки допускается использование иных средств измерения, стандартных образцов и вспомогательного оборудования с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками.

2.4 Основные средства поверки - растворы, приготовленные на основе:

Государственного стандартного образца (ГСО) нефтепродуктов в гексане, с содержанием нефтепродуктов $1,00 \text{ мг/см}^3$, согласно Приложению Б;

Поверочные растворы готовятся в объеме не менее $50,0 \text{ см}^3$.

3 Требования безопасности

3.1 При проведении поверки анализатора необходимо соблюдать требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79, правила техники безопасности при работе в химической лаборатории, а так же требования, изложенные в технической документации на анализатор.

4 Условия поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены нормальные условия эксплуатации анализатора:

- температура окружающего воздуха, °С	-	20 ±5;
- относительная влажность воздуха, %	-	от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа	-	от 87 до 107;
- температура анализируемой воды, °С	-	от 10 до 25

5 Подготовка к поверке

5.1 Перед проведением поверки необходимо изучить раздел 2 руководства по эксплуатации анализатора 243.00.00.00.00РЭ и настоящую методику.

5.2 Перед проведением операций поверки необходимо провести следующие подготовительные работы:

- при эксплуатации анализатора в режиме подключения к магистрали водозабора отключить его от анализируемого потока жидкости и промыть входную магистраль;
- подготовить средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы, указанные в Приложении Б, руководствуясь соответствующими рекомендациями;
- подготовить анализатор к поверке в соответствии с п.2.2.3-2.2.4 руководства по эксплуатации 243.00.00.00.00РЭ;
- приготовить поверочные растворы с массовой концентрацией нефтепродуктов: $C_{0,1} = 0,050 \text{ мг/дм}^3$; $C_{0,2} = 0,50 \text{ мг/дм}^3$; $C_{0,3} = 5,0 \text{ мг/дм}^3$ (см. Таблицу Б1 Приложения Б).

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр, проверка комплектности

6.1.1 При проведении внешнего осмотра необходимо установить соответствие поверяемого анализатора следующим требованиям:

- маркировка анализатора должна соответствовать подразделу 1.6 руководства по эксплуатации 243.00.00.00.00РЭ, заводской номер анализатора должен соответствовать номеру, указанному в его паспорте;
- комплектность анализатора должна соответствовать подразделу 1.3 руководства по эксплуатации 243.00.00.00.00РЭ;

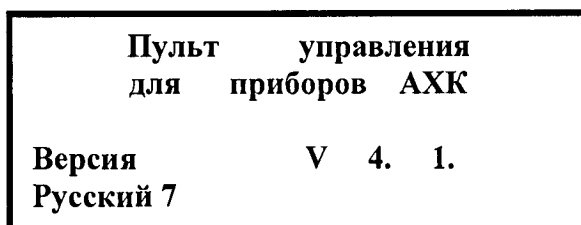
- должны отсутствовать механические повреждения органов управления и корпуса анализатора, которые могут влиять на его работоспособность.

6.2 Идентификация программного обеспечения

6.2.1 Идентификация программного обеспечения состоит в проверке его версии.

6.2.2 Необходимо включить прибор нажатием кнопки «Сеть».

6.2.3 Через несколько секунд после включения анализатора на внутреннем дисплее прибора появится надпись, содержащая Номер версии (идентификационный номер) ПО:



6.2.4 Результаты идентификации признают положительными если версия ПО «V 4.1 Русский 7» соответствует указанным в Описании типа (приложение к Свидетельству от утверждении типа)

6.3 Опробование

6.3.1 Опробование анализатора производить в соответствии с п.2.2.4 руководства по эксплуатации 243.00.00.00.00РЭ.

Для этого необходимо:

а) заполнить рабочие ёмкости реагентами в соответствии с п.2.2.3 руководства по эксплуатации 243.00.00.00.00РЭ (методика приготовления растворов приведена в Приложении Б);

б) заполнить гидравлические тракты растворами, поочередно запустив соответствующие Тесты в Меню пользователя в соответствии с 2.2.3.2 руководства по эксплуатации 243.00.00.00.00РЭ; при этом начинается заполнение капилляров и проточной фотометрической ячейки реагентом, соответствующим тесту, включится соответствующий насос и клапан подачи, загорятся индикаторные светодиоды; реагент из емкости через насос и/или клапан постепенно начнет поступать в ячейку; через определенное время (заданное программно) анализатор автоматически завершит выполнение Теста;

в) повторить каждый Тест до полного заполнения капиллярных трубок;

г) в процессе исполнения процедуры Тестов контролировать визуально открытие и закрытие клапанов, пуск и остановку насоса;

д) при первом включении, а также при подготовке анализатора к Поверке и Градуировке, рекомендуется производить процедуру Промывки в соответствии с п.2.2.5 руководства по эксплуатации 243.00.00.00.00РЭ. Для этого по 4-5 раз поочередно запускаются Тесты в Меню пользователя – «Промывка Кл1», при этом используют дистиллированную воду.

е) непосредственно перед проведением измерений необходимо заполнить измерительную ячейку гексаном, ещё раз запустив Тест в Меню пользователя - «Заполнение гексаном».

6.4 Определение основной относительной погрешности анализатора.

6.4.1 Определение основной относительной погрешности анализатора проводят последовательно на поверочных растворах из ГСО нефтепродуктов в гексане с массовой концентрацией нефтепродуктов: $C_{0,1} = 0,050 \text{ мг/дм}^3$; $C_{0,2} = 0,50 \text{ мг/дм}^3$; $C_{0,3} = 5,0 \text{ мг/дм}^3$. Методика приготовления растворов приведена в Приложении Б.

Порядок действий:

а) перенести капилляр забора гексана из рабочей ёмкости в ёмкость с гексаном, на котором были приготовлены поверочные растворы согласно Таблице Б1 Приложения Б;

б) включить анализатор, войти в меню пользователя с помощью клавиши «1», выбрать пункт меню «Тест», и в раскрывшемся списке тестов выбрать тест «Поверка Фон». Измерения повторять не менее четырёх раз ($n \geq 4$), при этом первые два полученных результата отбрасываются. Результат определяется как средняя величина оставшихся измерений. Вычисленное значение фона занести через меню пользователя в раздел «Параметры» в пункт «Фон Гекс»;

в) перенести капилляр забора гексана из ёмкости с гексаном в колбу с раствором с концентрацией: $C_{0,1} = 0,050 \text{ мг/дм}^3$ (Таблица Б1 Приложения Б);

г) войти в меню пользователя с помощью клавиши «1», выбрать пункт меню «Тест», и в раскрывшемся списке тестов выбрать тест «Поверка Гекс». Значение концентрации выводится на внутренний дисплей в самом конце цикла измерения. Измерения повторить не менее трех раз ($n \geq 3$), отбросить первый результат и рассчитать среднее арифметическое значение массовой концентрации нефтепродуктов для двух последовательных вводов пробы.

д) перенести капилляр забора гексана в колбу со следующим поверочным раствором в порядке увеличения концентрации;

е) провести последовательно измерение массовой концентрации нефтепродуктов в поверочных растворах с концентрацией: $C_{0,2} = 0,50 \text{ мг/дм}^3$; $C_{0,3} = 5,0 \text{ мг/дм}^3$, следуя п.п. в) и г).

6.4.4. Обработка полученных результатов.

Результаты измерений извлекаются из Архива либо фиксируются в процессе измерений.

Значение основной относительной погрешности анализатора, Δ_o (%), для каждого поверочного раствора вычисляют по формуле:

$$\Delta_o = 100(C_{И} - C_{Д, i}) / C_{Д, i} , \quad (6.1)$$

где $C_{Д, i}$ – действительное значение массовой концентрации нефтепродуктов в i -том растворе, мг/дм^3 , полученное по процедуре приготовления согласно Таблице Б1 Приложения Б;

i - номер раствора;

раствору концентрации $C_{0,1} = 0,050 \text{ мг/дм}^3$ присваивают номер 1;

раствору концентрации $C_{0,2} = 0,50 \text{ мг/дм}^3$ присваивают номер 2;

раствору концентрации $C_{0,3} = 5,0 \text{ мг/дм}^3$ присваивают номер 3.

$C_{И}$ – измеренное значение массовой концентрации нефтепродуктов (среднее арифметическое значение, для двух последовательных вводов) для i – ого поверочного раствора, мг/дм^3 .

Полученные значения погрешности не должны превышать пределов допустимых значений основной относительной погрешности анализатора, приведенных в разделе «Технические характеристики» руководства по эксплуатации 243.00.00.00.00РЭ:

при концентрации НП в воде, мг/дм^3 , в диапазоне

от	0,025	-	до 0,1	включительно	$\pm 50\%$
свыше	0,10	-	до 1,0	включительно	$\pm 20\%$
свыше	1,0	-	до 20,0	включительно	$\pm 10\%$

После окончания измерений капилляр забора гексана вернуть в рабочую ёмкость с гексаном.

7 Оформление результатов поверки

7.1 При проведении поверки необходимо вести протокол поверки по форме, приведенной в приложении А.

7.2 Результаты поверки считаются положительными, если анализатор удовлетворяет требованиям настоящей методики поверки.

7.3 Положительные результаты поверки оформляются записью в паспорте на анализатор результатов и даты поверки. При этом запись должна быть удостоверена клеймом.

7.4 Результаты поверки считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие анализатора хотя бы одному требованию настоящей методики поверки.

7.5 Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещения о непригодности с указанием причин непригодности и внесением соответствующей записи в паспорт на анализатор.

Приложение А
(рекомендуемое)
Форма протокола поверки

Протокол поверки

№ _____ от _____

(тип СИ)

1) Заводской номер СИ _____

Выпущенный (дата выпуска) / отремонтированный (дата ремонта) _____

2) Принадлежит _____

3) Наименование изготовителя _____

4) Наименование нормативного документа по поверке _____

5) Наименование, обозначение, заводские номера применяемых средств поверки/ номера паспортов СО _____

6) Вид поверки (первичная, периодическая)
(нужное подчеркнуть)

7) Условия поверки:

– температура окружающей среды _____

– относительная влажность окружающей среды _____

– атмосферное давление _____

– температура воды _____

8) Результаты проведения поверки

Внешний осмотр _____

Опробование _____

Подтверждение соответствия программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	
Номер версии (идентификационный номер) ПО	
Цифровой идентификатор ПО	

Определение метрологических характеристик анализатора

Определение основной погрешности

Номер поверочного раствора	Действительное значение массовой концентрации нефтепродуктов в i-ом поверочном растворе, мг/дм ³	Измеренное значение массовой концентрации нефтепродуктов в i-ом поверочном растворе, мг/дм ³			Значение основной относительной погрешности, %	
		C ₁	C ₂	C _{ср}	полученное при поверке	допускаемое

Вывод: _____

Заключение _____, зав. № _____
(тип СИ)

соответствует предъявляемым требованиям и признано годным (не годным) для эксплуатации.

ФИО и подпись поверителя _____

Выдано свидетельство о поверке _____ от _____
(Выдано извещение о непригодности _____ от _____)
подпись дата

Приложение Б
Методика приготовления растворов для поверки
анализатора из ГСО 7950-2001 нефтепродуктов в гексане

Б.1. Оборудование, средства измерений, вспомогательные средства, реактивы, применяемые при приготовлении поверочных растворов согласно п 2.1.

Примечание: Посуду для приготовления растворов многократно (не менее 5-6 раз) ополаскивают гексаном, по возможности контролируя уровень нефтепродуктов в сливах.

Б.2 Приготовление растворов

Б.2.1 Приготовление экстрагента.

В качестве экстрагента используется гексан производства фирмы “КРИОХРОМ” (УФ поглощение 200нм, 2,5 о.е./см.) или аналогичный.

Б.2.2 Приготовление растворов для поверки анализатора

Растворы для поверки с индексами $C_{0,1}$, $C_{0,2}$, $C_{0,3}$ получают разбавлением гексаном соответствующего количества ГСО 7950-2001 и раствора №1 на основе указанного ГСО.

Б.2.2.1. Раствор нефтепродуктов в гексане с массовой концентрацией 100 мг/дм³ (Раствор №1)

В мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают в 5 см³ ГСО 7950-2001 (массовая концентрация нефтепродуктов 1 мг/см³), разбавляют гексаном до метки и тщательно перемешивают.

Растворы готовят в мерных колбах объемом 50 или 100 дм³, руководствуясь Таблицей Б1.

Рассмотрим процедуру приготовления раствора более подробно на примере приготовления поверочного раствора нефтепродуктов с концентрацией $C_{0,2} = 0,5$ мг/дм³.

Процедура производится следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см³ количественно переносят 10 см³ раствора №5 (массовая концентрация нефтепродуктов 5,0 мг/см³), разбавляют гексаном до метки и тщательно перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию растворенных нефтепродуктов $C_{0,2} = 0,5$ мг/дм³.

При необходимости можно приготовить большее количество того или иного раствора.

Приготовление рабочих растворов растворённых нефтепродуктов для градуировки и определения относительной погрешности анализатора приведены ниже, в Таблице Б1:

Таблица Б1

№ раствора	Индекс раствора	Номер исходного раствора	Отбираемый объём раствора, см ³	Объём мерной колбы, используемый для приготовления раствора, V _к , см ³	Номинальная массовая концентрация нефтепродуктов в приготавливаемых растворах, мг/дм ³
№2	C1	6	25	50	0,025

№3	C2	5	10,0	50	0,1
№4	C3	5	20,0	100	1,0
№5	C4	1	5,0	100	5,0
№6	C _{0,1}	7	10,0	100	0,05
№7	C _{0,2}	5	10,0	100	0,5
№8	C _{0,3}	1	5,0	100	5,0

Примечания:

1. Растворы №1, №5 и №8 устойчивы не менее 3-х месяцев при хранении в холодильнике в колбе с шлифованной стеклянной пробкой в условиях, исключающих испарение растворителя.
2. Остальные растворы устойчивы в течение недели при хранении в холодильнике в колбе с шлифованной стеклянной пробкой в условиях, исключающих испарение растворителя.