


УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора по инновациям
ФГУП «ВНИИОФИ»


И.С. Филимонов

2019 г.



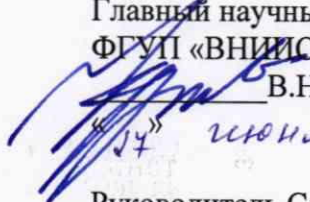
Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы технологических процессов серии Kemtrak 007

Методика поверки


МП 037.Д4-19

Главный научный сотрудник
ФГУП «ВНИИОФИ»


В.Н. Крутиков

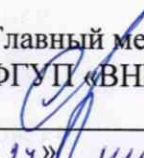
«14» июня 2019 г.

Руководитель Службы качества
ФГУП «ВНИИОФИ»


Н.П. Муравская

«14» июня 2019 г.

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»


С.Н. Негода

«14» июня 2019 г.

г. Москва
2019 г.

1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы технологических процессов серии Kemtrak 007 (далее по тексту - анализаторы) предназначенные для измерения и контроля технологических параметров жидких сред: мутности, оптической плотности в ультрафиолетовом, видимом и ближнем инфракрасном участке спектра, цвета, концентрации растворенных полиароматических углеводородов и концентрации нерастворенных веществ, в зависимости от входящего в комплект поставки измерительного блока и устанавливает операции при проведении их первичной и периодической поверки.

Интервал между периодическими поверками – 1 год.

2 Операции поверки

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

№ п/п.	Наименование операций	Номер пункта НД по поверке	Обязательность выполнения операции при	
			первичной поверке	периодической поверке
1	Внешний осмотр	8.1	Да	Да
2	Проверка идентификации программного обеспечения	8.2	Да	Да
3	Опробование	8.3	Да	Да
4	Определение метрологических характеристик	8.4		
5	Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности измерения оптической плотности*	8.4.1	Да	Да
6	Определение диапазона измерений и относительной погрешности измерения цветности по платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкале *	8.4.2	Да	Да
7	Определение диапазона измерений и относительной погрешности измерения мутности**	8.4.3	Да	Да
8	Определение диапазона относительной погрешности измерения концентрации растворенных полиароматических углеводородов ***	8.4.4	Да	Да
9	Определение диапазона относительной погрешности измерения концентрации нерастворимых веществ****	8.4.5	Да	Да

- * - проводится, если в комплект поставки входит измерительный блок DCP007;
- ** - проводится, если в комплект поставки входит измерительный блок TC007;
- *** - проводится, если в комплект поставки входит измерительный блок FL007;
- **** - проводится, если в комплект поставки входит измерительный блок NBP007

2.2 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается

2.3 Поверку средства измерений осуществляют аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

3 Средства поверки

3.1 При проведении первичной и периодической поверок применяются средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего метрологические и основные технические характеристики	Основные технические и (или) метрологические характеристики
8.4.1	Рабочий эталон 1-го разряда по Государственной поверочной схеме для средств измерений оптической плотности утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2085 от 28.09.2018	Диапазон значений единицы оптической плотности от 0,01 до 4,20 Б Диапазон значений абсолютной погрешности оптической плотности от 0,006 до 0,040 Б.
8.4.2	Стандартный образец цветности водных растворов (хром-кобальтовая шкала) ГСО 8214-2002	Интервал допускаемых аттестованных значений цветности водных растворов, градусы цветности 4750 ⁰ – 5250 ⁰ Границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения при P = 0,95 ± 1,5 %
8.4.3	Стандартный образец мутности (формазиновая суспензия) ГСО 7271-96	Интервал допускаемых аттестованных значений мутности по формазиновой шкале, ЕМФ: от 3800 до 4200 включительно. Границы допускаемого значения относительной погрешности составляют ± 2 % при доверительной вероятности 0,95
8.4.4	Стандартный образец содержания нефтепродуктов в водорастворимой матрице	Интервал допускаемых аттестованных значений нефтепродуктов находится в

	ГСО 7117-94	диапазоне (0,005 - 5,0) мг; границы допусаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО при P=0,95 не превышают значения $\pm 1,3 \%$
8.4.5	Стандартный образец массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 ГСО 6541-92	Интервал допусаемых аттестованных значений массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе: (3,5 – 4,5) %. Границы допусаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО (при доверительной вероятности 0,95): $\pm 4,0 \%$.
8.4.6	Вспомогательное оборудование: - Пипетка 1-2-2-25 ГОСТ 29227-91 - Дозатор механический одноканальный ВЮНИТ (№ ГРСИ 36152-12), вместимостью от 100 до 1000 мкл, доп.СКО 0,7 % - Колба 2-1000-2 ГОСТ 1770-74 - Колба 2-500-2 ГОСТ 1770-74 - Колба 2-50-2 ГОСТ 1770-74 - Колба 2-250-2 ГОСТ 1770-74 - Кювета К5 ГОСТ 20903-75 - Серная кислота техническая по ГОСТ 4204-77, х.ч. - Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72	

3.2 Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены и аттестованы в установленном порядке. Допускается также применение других средств, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемого анализатора с требуемой точностью.

4 Требования к квалификации поверителей

К проведению поверки допускаются лица, изучившие настоящую методику и руководство по эксплуатации анализатора и средств поверки, имеющие квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанными в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н, прошедшие полный инструктаж по технике безопасности и прошедшие обучение на право проведения поверки по требуемым видам измерений.

5 Требования безопасности

5.1 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанными в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н. Оборудование, применяемое при поверке, должно соответствовать

требованиям ГОСТ 12.2.003-91. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

5.2 При выполнении поверки должны соблюдаться требования руководства по эксплуатации анализатора.

5.3 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

5.4 Анализатор не оказывает опасных воздействий на окружающую среду и не требует специальных мер по защите окружающей среды.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С	от +15 до +25;
- относительная влажность воздуха, %	от 10 до 95;
- атмосферное давление, кПа	от 96 до 104
- напряжение питающей сети, В	от 216 до 224
- частота питающей сети, Гц	от 49 до 51

6.2 Анализаторы не должны подвергаться прямому воздействию солнечных лучей. Не устанавливайте их около окна. Исключите попадание внешнего света в измерительную ячейку.

6.3 Рядом с анализаторами не должно быть источников тепла, таких как газовая горелка, электронагреватель, печь и т.п. Допускаемый перепад температуры в течение поверки – не более 2 °С.

6.4 Блок управления и оптоволоконный кабель из состава анализаторов не должны находиться ближе одного метра к высоковольтным проводникам.

6.5 При измерении жидкостей проточная ячейка должна быть полностью заполнена, поскольку пузырьки воздуха или газов приводят к ошибкам измерения.

7 Подготовка к поверке

7.1 Изучить Руководство по эксплуатации анализаторов. Подключить анализаторы к сети электропитания и выдержать анализаторы в условиях, указанных в п. 6.1 не менее 2-х часов.

7.2 Приготовить контрольные растворы мутности из стандартного образца мутности (формазиновая суспензия) ГСО 7271-96 методом объемного разбавления в соответствии с приложением В.

7.4 Приготовить контрольные растворы содержания нефтепродуктов ГСО 7117-94 в соответствии с приложением А.

7.5 Приготовить контрольные растворы хром-кобальтовой шкалы на 5, 10, 20, 100 и 250 единиц цветности ГСО 8214-2002 в соответствии с приложением Б.

7.6 Приготовить контрольные растворы концентрации нерастворимых веществ из стандартного образца массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 ГСО 6541-92 в соответствии с приложением Г.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Проверку проводят визуально. Проверяют соответствие расположения органов управления, надписей и обозначений требованиям технической документации; отсутствие механических повреждений на корпусах анализаторов, влияющих на их работоспособность; чистоту гнезд, разъёмов и клемм.

8.1.2 Анализаторы считаются прошедшими операцию поверки, если они соответствуют всем перечисленным выше требованиям.

8.2 Проверка идентификации программного обеспечения

8.2.1 Проверяют соответствие заявленных идентификационных данных программного обеспечения сведениям, приведенным в описании типа на анализаторы.

8.2.2 Для просмотра идентификационных данных программного обеспечения, необходимо в главном окне ПО открыть вкладку «System», и затем выбрать раздел «About». На рабочем окне программы отобразится наименование и номер версии ПО (см. рисунок 1).

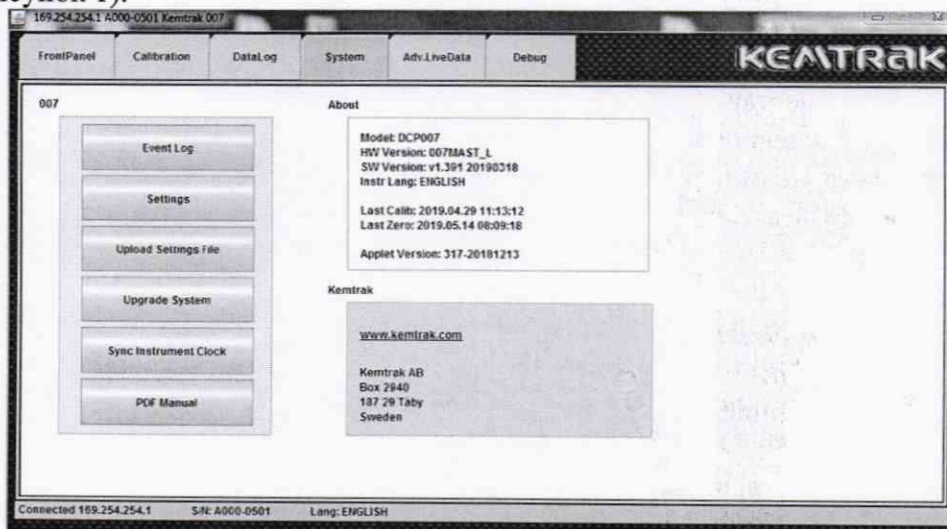


Рисунок 1

8.2.3 Анализаторы признаются прошедшими операцию поверки, если идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	007MAST_L
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.0
Цифровой идентификатор ПО	-

8.3 Опробование

8.3.1 Переведите сетевой выключатель оптического датчика анализатора в положение «Power on» (Питание Вкл). Подождите примерно 15 минут, пока анализатор не нагреется до рабочей температуры. За это время напряжение на клеммах выхода для ламп блока управления настраивается автоматически в зависимости от нагрузки.

8.3.2 Проверить наличие пломбирования анализаторов в соответствии с описанием типа.

8.3.3 После включения оптического датчика кнопка питания постоянно горит зеленым цветом, а на экране дисплея появляется главное окно с текущими датой и временем. Далее необходимо провести установку системной нулевой точки в программном обеспечении оптического датчика. Для этого очистите окна арматуры или датчика; заполните измерительный элемент или опустите погружной рабочий зонд в емкость с чистой, не содержащей частиц дистиллированной водой (по ГОСТ 6709-72), закройте арматуру, чтобы на нее не попадали прямые солнечные лучи. Дайте анализатору поработать не менее 15 минут в холостую, прежде чем проверять системную нулевую точку. Для запуска процесса обнуления зайдите в раздел «Zero» «Normal» (см. рисунок 2).

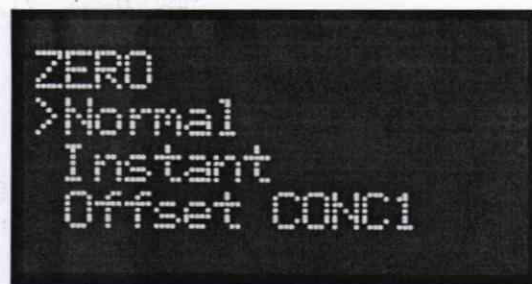



Рисунок 2

Установите

- продолжительность очистки «Clean Duration» (время, на которое включается реле очистки, а выход концентрации на это время переходит в режим ожидания) « 0 – 9999s »;
- задержку вывода результата «Hold Result» (ожидание стабилизации системы - время, в течении которого выход концентрации остается в режиме ожидания после окончания очистки) « 0 – 9999s »;
- введите концентрацию образца «ZERO CONC» 0,0000 PCU (см. рисунок 3).



Рисунок 3

Нажмите на «Starting». Во время установки нуля прибор возвращается на экран верхнего уровня, на котором время от времени будет появляться надпись «Zeroing» в верхней строке, индикатор  будет мигать, так как во время установки нуля включается реле очистки. Если установка системной нулевой точки прошла успешно, на экране появится соответствующая надпись (см. рисунок 4)

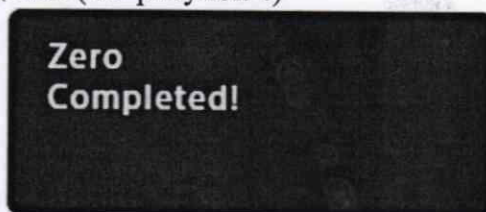


Рисунок 4

8.3.4 Анализаторы признаются прошедшими операцию поверки, если все установки прошли успешно и программное обеспечение не выдает никаких ошибок.

8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности измерения оптической плотности

8.4.1.1 Для проверки нуля, провести 5-ти кратные измерения оптической плотности дистиллированной воды по ГОСТ 6709-72. Для этого необходимо зайти в раздел «PRODUCT CONFIG» - «CALIBRATE» - «CONC1» и выбрать вкладку «Srcе Apri-Aref». После измерений выбрать вкладку «COEFFICIENTS» - «Offset 0.0000» (см. рисунок 5).



Рисунок 5

8.4.1.2 Перелить меры оптической плотности КМОП-Н (из состава рабочего эталона 1 разряда) из ампул в мензурки с диаметром и высотой больше, чем измерительная часть рабочего зонда анализатора. Опустить рабочий зонд поочередно в ёмкости с мерами оптической плотности КМОП-Н № 1, 2, 3, 4. Провести пятикратное измерение оптической плотности в проходящем свете каждой меры на длинах волн 380, 450, 545 и 700 нм. Для этого необходимо установить в оптический датчик светодиод анализатора с соответствующим значением длины волны, в нм. Зайти в раздел «PRODUCT CONFIG» - «CALIBRATE» - «CONC1» и выбрать вкладку «Srcce Apri-Aref». Измерение проходит в режиме постоянного времени, снятие значения производится с частотой 1 раз в секунду.

При наличии специальной оснастки (см. рисунок 6) возможно использовать стандартные кварцевые кюветы (в соответствии с ГОСТ 20903-75), в которые переливаются меры оптической плотности КМОП-Н из ампул.



Рисунок 6

8.4.1.3 По результатам измерений рассчитать среднее арифметическое значение оптической плотности для каждой меры из состава эталона на каждой длине волны по формуле (1):

$$D_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^5 D_i}{5}, \quad (1)$$

8.4.1.4 Рассчитать абсолютную погрешность Δ , Б, измерений оптической плотности по формуле (2):

$$\Delta = D_{\text{эталона}} - D_{cp}, \quad (2)$$

где $D_{\text{эталона}}$ - оптическая плотность из свидетельства о поверке на комплект мер оптической плотности КМОП-Н, Б;

D_{cp} - среднее арифметическое значение оптической плотности для каждой меры КМОП-Н на каждой длине волны, Б.

8.4.1.5 Анализаторы считаются прошедшими операцию поверки:

- если диапазон измерений оптической плотности составляет от 0,01 до 1,0 Б включительно, а абсолютная погрешность измерений оптической плотности не превышает $\pm 0,01$ Б;

- если диапазон измерений оптической плотности свыше 1,0 до 3,0 Б включительно, а абсолютная погрешность измерений оптической плотности не превышает $\pm 0,10$ Б.

8.4.2 Определение диапазона измерений и относительной погрешности измерения цветности по платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкале

8.4.2.1 Провести 5-ти кратные измерения цвет дистиллированной воды по ГОСТ 6709-72. Для этого необходимо зайти в раздел «PRODUCT CONFIG» - «CALIBRATE» - «CONC1» и выбрать вкладку «Unit PCU» (см. рисунок 7). После измерений выбрать вкладку «COEFFICIENTS» - «Offset 0.0000»

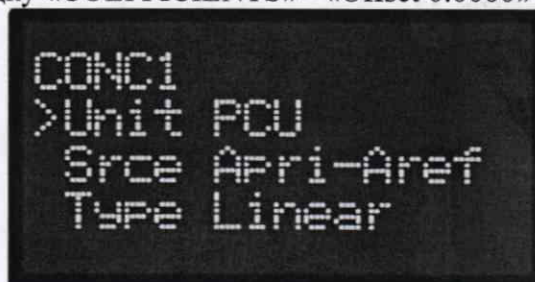


Рисунок 7

8.4.2.2 Провести 5-ти кратные измерения цвета каждого раствора хром-кобальтовой шкалы приготовленные согласно приложению Б к данной Методике поверки. Для этого необходимо зайти в раздел «PRODUCT CONFIG» - «CALIBRATE» - «CONC1» и выбрать вкладку «Unit PCU». Измерение проходит в режиме постоянного времени, снятие значения производится с частотой 1 раз в секунду.

8.4.2.3 Вычислить среднее арифметическое значение серии измерений цветности E_{cp} , градусы цветности, по формуле (3):

$$E_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^n E_i}{n}, \quad (3)$$

8.4.2.4 Рассчитать значение относительной погрешности измерения цвета по формуле (4):

$$\Delta(E) = \frac{E_{cp} - E_m}{E_{cp}} \cdot 100\%, \quad (4)$$

где E_m – значение цветности раствора хром-кобальтовой шкалы в градусах цветности.

8.4.2.5 Анализаторы считаются прошедшими операцию поверки, если полученные значения цветности находятся в диапазоне измерения цвета по платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкале от 0 до 500 единиц цветности, а относительная погрешность измерения цветности не превышает $\pm 3\%$.

8.4.3 Определение диапазона измерений и относительной погрешности измерения мутности

8.4.3.1 Провести настройку анализатора. Для этого необходимо зайти в раздел «PRODUCT CONFIG» - «CALIBRATE» - «TURB1» - «COEFFICIENTS» - «Offset 0.0000» и прописать под номерами 1, 2 и т.д. мутность калибровочных растворов. В качестве калибровочных применяют растворы мутности по формазиновой шкале 4, 12, 2000, 3000 ЕМФ (см. Приложение В). Провести измерения каждого калибровочного раствора, опустив в него рабочий зонд и выбрав в меню соответствующий номер. Измерение проходит в режиме постоянного времени, снятие значений производится 1 раз в секунду. Программное обеспечение автоматически строит калибровочную кривую.

8.4.3.2 Провести 5-ти кратные измерения мутности на шести растворах мутности по формазинной шкале (20; 40; 60; 100; 1000; 4000 ЕМФ) и дистиллированной воды по ГОСТ 6709-72. Для этого необходимо зайти в раздел «PRODUCT CONFIG» - «CALIBRATE» - «TURB1» и выбрать вкладку «FNU». Измерение проходит в режиме постоянного времени, снятие значения производится с частотой 1 раз в секунду.

8.4.3.3 Вычисляют среднее арифметическое значение серии измерений $E_{ср}$, ЕМФ по формуле (3).

8.4.3.4 Рассчитать значение относительной погрешности измерения мутности по формуле (4), где E_m - значение мутности приготовленного раствора, ЕМФ.

8.4.3.5 Анализаторы считаются прошедшими операцию поверки, если диапазон измерения мутности находится в диапазоне от 0 до 4000 ЕМФ, а относительная погрешность измерения мутности не превышает $\pm 4 \%$.

8.4.4 Определение диапазона и относительной погрешности измерения концентрации растворенных полиароматических углеводов

8.4.4.1 Провести настройку анализатора. Для этого необходимо зайти в раздел «PRODUCT CONFIG» - «CALIBRATE» - «CONC1» - «COEFFICIENTS» - «Offset 0.0000» и прописать под номерами 1, 2 и т.д. концентрацию калибровочных растворов. В качестве калибровочных применяют раствор полиароматических углеводов с концентрацией 500 мкг/л (см. приложение А) и дистиллированную воду по ГОСТ 6709-72. Провести измерения каждого калибровочного раствора, опустив в него рабочий зонд и выбрав в меню соответствующий номер. Измерение проходит в режиме постоянного времени, снятие значений производится 1 раз в секунду. Программное обеспечение автоматически строит калибровочную кривую.

8.4.4.2 Провести 5-ти кратные измерения концентрации растворенных полиароматических углеводов на четырех растворах различных концентраций (1, 10, 100 и 1000 мкг/л). Для этого необходимо зайти в раздел «PRODUCT CONFIG» - «CALIBRATE» - «CONC1» и выбрать вкладку « $\mu\text{g/L}$ ». Измерение проходит в режиме постоянного времени, снятие значения производится с частотой 1 раз в секунду. После каждой смены измеряемого раствора необходимо тщательно промыть рабочий зонд дистиллированной водой.

8.4.4.3 Вычислить среднее арифметическое значение серии измерений $E_{ср}$, мкг/л, по формуле (3).

8.4.4.4 Рассчитать значение относительной погрешности измерения концентрации растворенных полиароматических углеводов по формуле (4), где E_m - значение концентрации растворенных полиароматических углеводов, мкг/л.

8.4.4.5 Анализаторы считаются прошедшими операцию поверки, если диапазон измерения концентрации растворенных полиароматических углеводов составляет от 1 до 1000 мкг/л, а относительная погрешность измерения концентрации растворенных полиароматических углеводов не превышает $\pm 3 \%$.

8.4.5 Определение диапазона и относительной погрешности измерения концентрации нерастворимых веществ

8.4.5.1 Провести настройку анализатора. Для этого необходимо зайти в раздел «PRODUCT CONFIG» - «CALIBRATE» - «CONC1» - «COEFFICIENTS» - «Offset 0.0000» и прописать под номерами 1, 2 и 3 концентрацию нерастворенных веществ в калибровочных растворах. В качестве калибровочных применяют растворы массовой доли концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 (см. Приложение Г) с концентрациями 20 и 200 мг/дм³ и дистиллированную воду по ГОСТ 6709-72. Провести измерения каждого калибровочного раствора, опустив в него рабочий зонд и выбрав в меню соответствующий номер. Измерение проходит в режиме постоянного времени, снятие значений производится 1 раз в секунду. Программное

обеспечение автоматически строит калибровочную кривую.

8.4.5.2 Провести 5-ти кратные измерения концентрации нерастворенных веществ по пяти рабочим растворам массовой доли концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 (1, 10, 100 и 400 мг/дм³). Для этого необходимо зайти в раздел «PRODUCT CONFIG» - «CALIBRATE» - «CONC1» и выбрать вкладку «mg/L». Измерение проходит в режиме постоянного времени, снятие значения производится с частотой 1 раз в секунду.

8.4.5.3 Вычисляют среднее арифметическое значение измерений концентрации нерастворимых веществ серии измерений E_{cp} , мкг/л, по формуле (3).

8.4.5.4 Рассчитать значение относительной погрешности измерения концентрации нерастворенных веществ по формуле (4), где E_m - значение концентрации нерастворенных веществ приготовленного раствора, мг/дм³.

8.4.5.5 Анализаторы считаются прошедшими операцию поверки, если диапазон измерения концентрации нерастворенных веществ находится в диапазоне от 1 до 400 мг/дм³, а относительная погрешность измерения концентрации нерастворенных веществ не превышает $\pm 6\%$.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты измерений заносятся в протокол (приложение Д).

9.2 Анализаторы, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдается свидетельство о поверке установленной формы и на корпус наносят знак поверки согласно Приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

9.3 Анализаторы, у которых в процессе поверки получены отрицательные результаты, признаются непригодными, не допускаются к применению и на них выдается «Извещение о непригодности» с указанием причин непригодности в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации № 1815 от 02.07.2015.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»



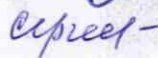
А.В. Иванов

Начальник сектора ФГУП «ВНИИОФИ»



А. Н. Шобина

Инженер ФГУП «ВНИИОФИ»



В.М. Сергеева

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАСТВОРОВ ПОЛИАРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ В ВОДЕ НА ОСНОВЕ РАЗБАВЛЕНИЯ ГСО 7117-94

А.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления растворов полиароматических углеводородов в воде на основе разбавления ГСО 7117-94 (далее растворы полиароматических углеводородов в воде). Растворы полиароматических углеводородов в воде предназначены для проведения поверки анализаторов технологических процессов серии Kemtrak 007.

А.2 Нормы и погрешности

А.2.1 Характеристики погрешности растворов полиароматических углеводородов в воде оценивают по процедуре приготовления с учетом всех составляющих погрешностей, вносимых на каждой стадии приготовления растворов полиароматических углеводородов в воде.

А.2.2 Настоящая методика обеспечивает получение растворов полиароматических углеводородов в воде с погрешностью значений полиароматических углеводородов в воде не превышающих при доверительной вероятности $P=0,95$ доверительных границах абсолютной погрешности ($\pm\Delta A$) при соблюдении всех регламентированных условий.

А.3 Средства измерений, приборы и реактивы

А.3.1 Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74

А.3.2 Дозатор механический одноканальный ВЮНПТ (см. таблицу 2), или пипетки лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 29227-91.

А.3.3 ГСО 7117-94.

А.3.4 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72.

А.3.5 Указанные СИ должны быть поверены в установленном порядке.

А.4 Требования безопасности

А.4.1 Применение ГСО 7117-94 не требует соблюдения каких-либо специальных мер безопасности. Необходимо соблюдать только требования инструкций безопасности при работе в химической лаборатории.

А.5 Требования к квалификации оператора

К приготовлению растворов полиароматических углеводородов в воде и вычислениям допускают лиц, имеющих квалификацию инженера-химика или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

А.6 Условия приготовления растворов полиароматических углеводородов в воде

А.6.1 Приготовление растворов нефтепродуктов в воде проводят при соблюдении в лаборатории следующих условий:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С
- атмосферное давление от 96 до 104 кПа
- относительная влажность воздуха (60 ± 15) %

А.6.2 Приготовленные растворы полиароматических углеводородов в воде следует хранить в колбах с хорошо притертыми пробками при температуре (20 ± 2) °С, вдали от

прямых солнечных лучей. Растворы полиароматических углеводородов в воде устойчивы в течение 2 недель.

А.7 Приготовление растворов полиароматических углеводородов в воде

Приготовить основной раствор полиароматических углеводородов в воде в дистиллированной воде с концентрацией 10 мг/л. Для этого поместить 1 таблетку ГСО 7117-94, содержащую 5 мг нефтепродуктов, в мерную колбу объемом 500 см³ и разбавить дистиллированной водой до метки. Заткнуть колбу пробкой и перемешать содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный раствор имеет концентрацию полиароматических углеводородов в воде 10000 мкг/л. Относительная погрешность основного раствора рассчитывается по формуле (А.1):

$$\delta_{\text{осн.}} = \sqrt{\delta_{\text{ГСО}}^2 + \delta_{\text{к}}^2} \quad (\text{А.1})$$

где $\delta_{\text{осн.}}$ - относительная погрешность основного раствора, %;

$\delta_{\text{ГСО}}$ - относительная погрешность ГСО 7117-94, %;

$\delta_{\text{к}}$ - относительная погрешность колбы по ГОСТ 1770-74, %.

Из основного раствора с концентрацией полиароматических углеводородов в воде 10000 мкг/л отобрать аликвоту в 50 мл и перенести в мерную колбу объемом 500 мл. Колбу довести дистиллированной водой до метки, заткнуть пробкой и перемешать содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный раствор имеет концентрацию полиароматических углеводородов в воде 1000 мкг/л. Относительную погрешность данного раствора рассчитывают по формуле (А.2):

$$\delta_1 = \sqrt{\delta_{\text{осн.}}^2 + 2\delta_{\text{п}}^2 + \delta_{\text{к}}^2} \quad (\text{А.2})$$

где $\delta_{\text{осн.}}$ - относительная погрешность основного раствора, рассчитанная по формуле (А.1), %

$\delta_{\text{к}}$ - относительная погрешность колбы по ГОСТ 1770-74, %;

$\delta_{\text{п}}$ - относительная погрешность пипетки по ГОСТ 29227-91, %.

Из основного раствора с концентрацией полиароматических углеводородов в воде 10000 мкг/л отобрать аликвоту в 25 мл и перенести в мерную колбу объемом 500 мл. Колбу довести дистиллированной водой до метки, заткнуть пробкой и перемешать содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный раствор имеет концентрацию полиароматических углеводородов в воде 500 мкг/л. Относительную погрешность данного раствора рассчитывают по формуле А.3:

$$\delta_2 = \sqrt{\delta_{\text{осн.}}^2 + \delta_{\text{п}}^2 + \delta_{\text{к}}^2} \quad (\text{А.3})$$

где δ_2 - относительная погрешность раствора с концентрацией 500 мкг/л,

$\delta_{\text{осн.}}$ - относительная погрешность основного раствора, рассчитанная по формуле (А.1), %;

$\delta_{\text{к}}$ - относительная погрешность колбы по ГОСТ 1770-74, %;

$\delta_{\text{п}}$ - относительная погрешность пипетки по ГОСТ 29227-91 либо дозатора (рег.№ 36152-12), %.

Из раствора с концентрацией нефтепродуктов в воде 500 мкг/л отобрать аликвоты в 100; 10 и 1 мл и перенести в мерные колбы объемом 500 мл. Колбы доводят дистиллированной водой до метки, затыкают пробкой и перемешивают содержимое колб, переворачивая их 10 раз. Полученные растворы имеют концентрацию нефтепродуктов 100; 10 и 1 мкг/л соответственно. Относительную погрешность данного раствора рассчитывают по формуле (А.4):

$$\delta_3 = \sqrt{\delta_2^2 + \delta_{\text{п}}^2 + \delta_{\text{к}}^2} \quad (\text{А.4})$$

где δ_2 - относительная погрешность раствора с концентрацией 500 мкг/л, рассчитанная по формуле (А.3), %;

δ_k - относительная погрешность колбы по ГОСТ 1770-74, %;

δ_n - относительная погрешность пипетки по ГОСТ 29227-91, %.

А.8 Оценка метрологических характеристик растворов полиароматических углеводов в воде

А.8.1 Значения пределов абсолютной погрешности значения массовой концентрации полиароматических углеводов (ΔA) в растворах, рассчитывают по формуле (А.5):

$$\Delta A = (\delta \cdot X)/100 \quad (\text{А.5})$$

где δ - относительная погрешность приготовления растворов полиароматических углеводов в воде, рассчитываемая по формуле (А.2-А.4), %;

X - концентрация приготовленных растворов, мкг/л;

А.9 Оформление результатов

А.9.1 Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленных растворов полиароматических углеводов в воде приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 - Значения метрологических характеристик приготовленных растворов полиароматических углеводов в воде.

№ раствора	Концентрация раствора полиароматических углеводов в воде, мкг/л	Абсолютная погрешность значения растворов полиароматических углеводов в воде, ΔA , мкг/л
2	1000,0	
4	100,00	
5	10,000	
6	1,000	

**МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАСТВОРОВ ХРОМ-КОБАЛЬТОВОЙ ШКАЛЫ
В РАСТВОРЕ СЕРНОЙ КИСЛОТЫ НА ОСНОВЕ РАЗБАВЛЕНИЯ ГСО 8214-2002**

Б.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления растворов хром-кобальтовой шкалы в растворе серной кислоты на основе разбавления ГСО 8214-2002 (далее растворы хром-кобальтовой шкалы). Растворы хром-кобальтовой шкалы в растворе серной кислоты предназначены для поверки анализаторов технологических процессов серии Kemtrak 007.

Б.2 Нормы и погрешности

Б.2.1 Характеристики погрешности растворов хром-кобальтовой шкалы оценивают по процедуре приготовления с учетом всех составляющих погрешностей, вносимых на каждой стадии приготовления растворов.

Б.2.2 Настоящая методика обеспечивает получение растворов хром-кобальтовой шкалы с погрешностью не превышающих при доверительной вероятности $P=0,95$ доверительных границах абсолютной погрешности ($\pm\Delta A$) при соблюдении всех регламентированных условий.

Б.3 Средства измерений, приборы и реактивы

Б.3.1 Колбы мерные 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74

Б.3.2 ГСО 8214-2002

Б.3.3 Пипетка лабораторная по ГОСТ 29227-91

Б.3.4 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72.

Б.3.5 Кислота серная по ГОСТ 4204-77, х.ч.

Б.3.6 Указанные СИ должны быть поверены в установленном порядке.

Б.4 Требования безопасности

Б.4.1. Серная кислота х.ч. и ее пары обладают сильным прижигающим и раздражающим слизистые оболочки действием. При попадании на кожу и слизистые оболочки серная кислота вызывает тяжелые ожоги.

Б.4.2. При работе с серной кислотой х.ч. необходимо строго соблюдать меры, предупреждающие выделение серного ангидрида в воздух, попадание серной кислоты на кожу, применять индивидуальные средства защиты (халаты с длинными рукавами по ГОСТ 12.4.131-83, респираторы, защитные очки, резиновые перчатки, нарукавники, резиновые фартуки), а также соблюдать меры личной гигиены.

Б.4.3. Предельно допустимая концентрация серной кислоты и серного ангидрида в воздухе рабочей зоны производственных помещений составляет 1 мкг/л. При превышении ПДК пары серной кислоты раздражают и прижигают слизистые оболочки верхних дыхательных путей, поражают легкие. Класс опасности 2 по ГОСТ 12.1.005-88.

Б.4.4. Помещения, в которых проводятся работы с серной кислотой, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией. Все работы с серной кислотой необходимо проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

Б.5 Требования к квалификации оператора

К приготовлению растворов хром-кобальтовой шкалы и вычислениям допускают лиц, имеющих квалификацию инженера-химика или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

Б.6 Условия приготовления растворов хром-кобальтовой шкалы

Б.6.1 Приготовление растворов хром-кобальтовой шкалы проводят при соблюдении в лаборатории следующих условий:

- температура окружающего воздуха от 15 до 25 °С
- атмосферное давление от 96 до 104 кПа
- относительная влажность воздуха от 45 до 75 %

Б.6.2 Растворы хром-кобальтовой шкалы хранят в закрытой емкости в темном месте при температуре от 2 до 8 °С. Срок хранения растворов – не более 3 мес.

Б.7 Приготовление растворов хром-кобальтовой шкалы

Б.7.1 Приготовление раствора серной кислоты. Раствор серной кислоты готовят в следующей последовательности: в мерную колбу вместимостью 1000 см³, наполовину заполненную дистиллированной водой, осторожно лабораторной пипеткой добавляют 1 см³ концентрированной серной кислоты х.ч. и доводят до метки дистиллированной водой. Срок хранения раствора — не более года. Относительную погрешность раствора серной кислоты рассчитывают по формуле (Б.1):

$$\delta_{р.с.к} = \sqrt{\delta_{п}^2 + \delta_{к.1000}^2} \quad (Б.1)$$

где $\delta_{р.с.к}$ – относительная погрешность раствора серной кислоты, %;

$\delta_{п}$ – относительная погрешность пипетки по ГОСТ 29227-91, %;

$\delta_{к.1000}$ – относительная погрешность колбы на 1000 см³ по ГОСТ 1770-74, %.

Б.7.2 Для приготовления растворов ГСО 8214-2002 водных растворов следует встряхнуть бутылку с ГСО 8214-2002 не менее 20 раз в течение 1 минуты. Открыть бутылку и отобрать чистой сухой пипеткой, либо дозатором ГСО 8214-2002.

Б.7.3 Растворы хром-кобальтовой шкалы готовят в следующей последовательности: в мерные колбы вместимостью 100 см³ вносят ГСО 8214-2002 водных растворов в количестве, приведенном в таблице Б.2, и доводят до метки раствором серной кислоты.

Таблица Б.2 – Приготовление растворов хром-кобальтовой шкалы

Номинальное значение цветности водных растворов, градусы цветности	Шкала цветности				
	5	10	20	100	250
Объем аликвоты ГСО 8214-2002 водных растворов, мл	1	2	4	20	50

Б.8 Оценка метрологических характеристик аттестованных растворов хром-кобальтовой шкалы

Б.8.1 Значения пределов абсолютной погрешности значения градусов цветности (ΔA) в растворах хром-кобальтовой шкалы, рассчитывают по формуле (Б.2):

$$\Delta A = (\delta \cdot X)/100, \quad (Б.2)$$

где δ – относительная погрешность приготовления растворов хром-кобальтовой шкалы с градусами цветности от 5 до 250, рассчитываемая по формулам (Б.3) – (Б.4), %;

X – значение цветности приготовленных растворов, градусы цветности;

$$\delta = \sqrt{3 \cdot \delta_{\text{п}}^2 + \delta_{\text{к.1000}}^2 + 2 \cdot \delta_{\text{к.100}}^2 + \delta_3^2} \quad (\text{Б.3})$$

где $\delta_{\text{п}}$ - относительная погрешность пипетки по ГОСТ 29227-91, либо дозатора ГРСИ 36152-12, %;

$\delta_{\text{к.1000}}$ - относительная погрешность колбы на 1000 см³ по ГОСТ 1770-74, %.

$\delta_{\text{к.100}}$ - относительная погрешность колбы на 100 см³ по ГОСТ 1770-74, %.

δ_3 - относительная погрешность ГСО 8214-2002, %

Относительная погрешность приготовленного раствора с градусами цветности 500 рассчитывается по формуле (Б.4):

$$\delta_{500} = \sqrt{\delta_3^2 + \delta_{\text{к.100}}^2 + \delta_{\text{п}}^2} \quad (\text{Б.4})$$

где δ_{500} - относительная погрешность приготовленного раствора с градусами цветности 500, %;

$\delta_{\text{к.100}}$ - относительная погрешность колбы на 100 см³ по ГОСТ 1770-74, %;

$\delta_{\text{п}}$ - относительная погрешность дозатора (рег. № 36152-12), %;

δ_3 - относительная погрешность ГСО 8214-2002, %.

Б.9 Оформление результатов

Б.9.1 Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленных растворов хром-кобальтовой шкалы приведены в таблице Б.3.

Таблица Б.3 - Значения метрологических характеристик приготовленных растворов хром-кобальтовой шкалы

№ раствора	Значение цветности раствора, градусы цветности	Абсолютная погрешность значения растворов хром-кобальтовой шкалы, ΔА, градусы цветности
1	5	
2	10	
3	20	
4	100	
5	250	
6	500	

**МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАСТВОРОВ МУТНОСТИ ИЗ СТАНДАРТНОГО
ОБРАЗЦА МУТНОСТИ (ФОРМАЗИНОВАЯ СУСПЕНЗИЯ) НА ОСНОВЕ
РАЗБАВЛЕНИЯ ГСО 7271-96**

В.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления растворов мутности по формазиновой шкале на основе разбавления ГСО 7271-96 (далее – растворы мутности по формазиновой шкале). Растворы мутности по формазиновой шкале предназначены для поверки анализаторов технологических процессов серии Kemtrak 007.

В.2 Нормы и погрешности

В.2.1 Характеристики погрешности растворов мутности по формазиновой шкале оценивают по процедуре приготовления с учетом всех составляющих погрешностей, вносимых на каждой стадии приготовления растворов.

В.2.2 Настоящая методика обеспечивает получение растворов мутности по формазиновой шкале с погрешностью не превышающих при доверительной вероятности $P=0,95$ доверительных интервалов абсолютной погрешности ($\pm\Delta A$) при соблюдении всех регламентированных условий.

В.3 Средства измерений, приборы и реактивы

В.3.1 Колбы мерные 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74

В.3.2 ГСО 7271-96

В.3.3 Пипетка лабораторная по ГОСТ 29227-91

В.3.4 Дозатор механический одноканальный ВЮНИТ (рег.№ 36152-12)

В.3.5 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72. Вода дистиллированная.

Технические условия.

В.3.4 Указанные СИ должны быть поверены в установленном порядке.

В.4 Требования безопасности

В 4.1 Применение ГСО 7271-96 не требует соблюдения каких-либо специальных мер безопасности. Необходимо соблюдать только требования инструкций безопасности при работе в химической лаборатории.

В.5 Требования к квалификации оператора

К приготовлению растворов мутности по формазиновой шкале и вычислениям допускают лиц, имеющих квалификацию инженера-химика или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

В.6 Условия приготовления растворов мутности по формазиновой шкале.

В.6.1 Приготовление растворов мутности в воде проводят при соблюдении в лаборатории следующих условий:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С
- атмосферное давление от 96 до 104 кПа
- относительная влажность воздуха (60 ± 15) %

В.6.2 Приготовленные растворы мутности по формазиновой шкале следует хранить в колбах с хорошо притертыми пробками при температуре (20 ± 2) °С, вдали от прямых солнечных лучей. Растворы мутности по формазиновой шкале устойчивы в течение 1 дня.

В.6.3 Для приготовления растворов мутности по формазиновой шкале следует встряхнуть бутылку с ГСО 7271-96 не менее 20 раз в течение 1 минуты. Открыть бутылку и отобрать чистой сухой пипеткой необходимый объём ГСО 7271-96 и количественно перенести в соответствующую мерную колбу (см. таблица В.1) Необходимый объём ГСО 7271-96 $V_{\text{со}}$, см³, предварительно рассчитать по формуле (В.1):

$$V_{CO} = \frac{X \cdot V_k}{X_{CO}} \quad (B.1)$$

где X - значение мутности приготавливаемого раствора мутности по формазиновой шкале, ЕМФ;

X_{CO} - аттестованное значение мутности стандартного образца мутности ГСО 7271-96, ЕМФ;

V_k - объем используемой мерной колбы, cm^3 (1000 cm^3).

Довести объем ГСО 7271-96 в мерной колбе до метки дистиллированной водой, колбу закрыть пробкой, содержимое колбы тщательно перемешать.

Приготовленные растворы мутности по формазиновой шкале стандартного образца мутности ГСО 7271-96 приведены в таблице В.1.

Таблица В.1 – Приготовление растворов мутности по формазиновой шкале из формазиновой суспензии стандартного образца мутности ГСО 7271-96

Номинальное значение мутности приготавливаемых растворов мутности по формазиновой шкале X, ЕМФ	Отбираемый объем ГСО 7271-96 V_{CO} , cm^3	Объем мерной колбы, используемой для приготовления растворов мутности по формазиновой шкале V_k , cm^3
4000	1000	1000
3000	750	1000
2000	500	1000
1000	250	1000
100	25	1000
60	15	1000
40	10	1000
20	5	1000
12	3	1000
4	1	1000

В.8 Оценка метрологических характеристик растворов мутности по формазиновой шкале

В.8.1 Значения абсолютной погрешности значения мутности по формазиновой шкале (ΔA) в приготовленных растворах, рассчитывают по формуле (В.2):

$$\Delta A = (\delta \cdot X)/100, \quad (B.2)$$

где δ - относительная погрешность приготовления растворов, рассчитываемая по формуле (В.3), %

X – значение мутности приготовленных растворов, ЕМФ

$$\delta = \sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2 + \delta_3^2}, \quad (B.3)$$

где δ_1 – относительная погрешность колбы, вместимостью 1000 cm^3 (по ГОСТ 1770-74), %;

δ_2 – относительная погрешность пипетки лабораторной вместимостью 25 cm^3 (по ГОСТ 29227-91), либо дозатора (рег. № 36152-12), %

δ_3 – относительная погрешность ГСО 7271-96, %

В.9 Оформление результатов

В.9.1 Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленных растворов мутности по формазиновой шкале приведены в таблице В.2.

Таблица В.2 - Значения метрологических характеристик приготовленных растворов мутности по формазиновой шкале

Номинальное значение мутности приготовляемых суспензий X, ЕМФ	Отбираемый объем ГСО 7271-96 V _{со} , см ³	Абсолютная погрешность растворов мутности по формазиневой суспензии, ΔА, ЕМФ
4	1	
12	3	
20	5	
40	10	
60	15	
100	25	
1000	250	
2000	500	
3000	750	
4000	1000	

**МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАСТВОРОВ МАССОВОЙ ДОЛИ
КОНЦЕНТРАЦИИ НЕРАСТВОРИМЫХ ВЕЩЕСТВ КАОЛИНА В ТВЕРДОЙ
ОСНОВЕ МНВ-20 НА ОСНОВЕ РАЗБАВЛЕНИЯ ГСО 6541-92**

Г.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления растворов массовой доли концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 на основе разбавления ГСО 6541-92 (далее – растворы массовой доли концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20). Растворы массовой доли концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 предназначены для поверки анализаторов технологических процессов серии Kemtrak 007.

Г.2 Нормы и погрешности

Г.2.1 Характеристики погрешности растворов массовой доли концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 оценивают по процедуре приготовления с учетом всех составляющих погрешностей, вносимых на каждой стадии приготовления растворов.

Г.2.2 Настоящая методика обеспечивает получение растворов массовой доли концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 с погрешностью не превышающих при доверительной вероятности $P=0,95$ доверительных интервалов абсолютной погрешности ($\pm \Delta A$) при соблюдении всех регламентированных условий.

Г.3 Средства измерений, приборы и реактивы

Г.3.1 Колбы мерные 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74

Г.3.2 Пипетка лабораторная по ГОСТ 29227-91

Г.3.3 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72. Вода дистиллированная.

Технические условия.

Г.3.4 ГСО 6541-92.

Г.3.5 Дозатор механический одноканальный ВЮНИТ (рег. № 36152-12)

Г.3.4 Указанные СИ должны быть поверены в установленном порядке.

В.4 Требования безопасности

Г 4.1 Применение ГСО 6541-92 не требует соблюдения каких-либо специальных мер безопасности. Необходимо соблюдать только требования инструкций безопасности при работе в химической лаборатории.

Г.5 Требования к квалификации оператора

К приготовлению растворов массовой доли концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 и вычислениям допускают лиц, имеющих квалификацию инженера-химика или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

Г.6 Условия приготовления растворов массовой доли концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20.

Г.6.1 Приготовление растворов массовой доли концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 проводят при соблюдении в лаборатории следующих условий:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С
- атмосферное давление от 96 до 104 кПа
- относительная влажность воздуха (60 ± 15) %

Г.6.2 Приготовленные растворы массовой доли концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 следует хранить в колбах с хорошо

притертыми пробками при температуре (20 ± 2) °С, вдали от прямых солнечных лучей. Приготовленные растворы необходимо использовать в течение 3 часов.

Г.6.3 Для приготовления раствора массовой доли концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 необходимо приготовить основные контрольные суспензии с концентрациями 20 и 400 мг/дм³. Для приготовления основной контрольной суспензии 20 мг/дм³ одну таблетку ГСО 6541-92 помещают в колбу объемом 1000 см³ и заливают 5 см³ дистиллированной воды. Таблетку полностью растворяют, перемешивая содержимое колбы. Затем добавляют дистиллированную воду до метки, закрывают пробкой и тщательно перемешивают. Для приготовления основной контрольной суспензии 400 мг/дм³ пять таблеток ГСО 6541-92 помещают в колбу объемом 250 см³ и заливают 5 см³ дистиллированной воды. Таблетки полностью растворяют, перемешивая содержимое колбы. Затем добавляют дистиллированную воду до метки, закрывают пробкой и тщательно перемешивают. Приготовленные контрольные суспензии необходимо использовать в течение 3 часов. Из основных контрольных суспензий необходимо приготовить растворы массовой доли концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 методом разбавления. Встряхнуть колбы с контрольными суспензиями не менее 20 раз в течение 1 минуты. Открыть колбы и отобрать чистой сухой пипеткой необходимый объем и количественно перенести в соответствующую мерную колбу, в соответствии с таблицей Г.1. Необходимый объем контрольного раствора массовой доли концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 V_{co} , см³, предварительно рассчитать по формуле (Г.1):

$$V_{co} = \frac{X \cdot V_k}{X_{co}} \quad (\text{Г.1})$$

где X - значение концентрации нерастворенных веществ в приготавливаемом растворе, мг/дм³;

X_{co} - значение концентрации нерастворенных веществ в контрольной суспензии, мг/дм³;

V_k - объем используемой мерной колбы, см³.

Довести объем контрольной суспензии в мерной колбе до метки дистиллированной водой, колбу закрыть пробкой, содержимое колбы тщательно перемешать.

Таблица Г.1 - Приготовление растворов массовой доли концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20

Номинальное значение концентрации нерастворенных веществ в приготовленных растворах X , мг/дм ³	Значение концентрации нерастворенных веществ в контрольной суспензии X_{co} , мг/дм ³	Отбираемый объем контрольной суспензии V_{co} , см ³	Объем мерной колбы, используемой для приготовления растворов массовой доли концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 V_k , см ³
200	400	125	250
100	400	62,5	250
50	400	62,5	500
10	20	500	1000
1	20	50	1000

Г.8 Оценка метрологических характеристик растворов массовой доли концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20

Г.8.1 Значения абсолютной погрешности значения массовой доли концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 в приготовленных растворах, рассчитывают по формуле (Г.2):

$$\Delta A = (\delta_1 \cdot X)/100, \quad (\text{Г.2})$$

где δ_1 - относительная погрешность приготовления растворов массовой доли концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20, рассчитываемая по формулам (Г.3) – (Г.4), %;

X – значение массовой доли концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 приготовленных растворов, мг/дм³;

Г.8.2 Значение относительной погрешности приготовленных растворов массовой концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 при номинальном значении концентрации нерастворенных рабочих растворах равном 1 мг/дм³, рассчитывают по формуле (Г.3):

$$\delta_1 = \sqrt{\delta_{\text{ГСО}}^2 + 2 \cdot \delta_{\text{к.1000}}^2 + 2 \cdot \delta_{\text{п}}^2} \quad (\text{Г.3})$$

где δ_1 - относительной погрешности приготовленных растворов массовой концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 при номинальном значении концентрации нерастворенных рабочих растворах равном 1 мг/дм³, %;

$\delta_{\text{ГСО}}$ – относительная погрешность ГСО 6541-92, %;

$\delta_{\text{к.1000}}$ - относительная погрешность колбы на 1000 см³ по ГОСТ 1770-74, %;

$\delta_{\text{п}}$ - относительная погрешность пипетки по ГОСТ 29227-91, %.

Г.8.3 Значение относительной погрешности приготовленных растворов массовой концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 при номинальном значении концентрации нерастворенных рабочих растворах равном 10 мг/дм³, рассчитывают по формуле (Г.4):

$$\delta_2 = \sqrt{\delta_{\text{ГСО}}^2 + 2 \cdot \delta_{\text{к.1000}}^2 + \delta_{\text{д}}^2} \quad (\text{Г.4})$$

где δ_2 - относительной погрешности приготовленных растворов массовой концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 при номинальном значении концентрации нерастворенных рабочих растворах равном 10 мг/дм³, %;

$\delta_{\text{ГСО}}$ – относительная погрешность ГСО 6541-92, %;

$\delta_{\text{к.1000}}$ - относительная погрешность колбы на 1000 см³ по ГОСТ 1770-74, %;

$\delta_{\text{д}}$ - относительная погрешность дозатора по (рег. № 36152-12), %.

Г.8.3 Значение относительной погрешности приготовленных растворов массовой концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 при номинальном значении концентрации нерастворенных рабочих растворах равном 50 мг/дм³, рассчитывают по формуле (Г.5):

$$\delta_3 = \sqrt{5 \cdot \delta_{\text{ГСО}}^2 + \delta_{\text{к.250}}^2 + 3 \cdot \delta_{\text{п}}^2 + \delta_{\text{к.500}}^2} \quad (\text{Г.5})$$

где δ_3 - относительной погрешности приготовленных растворов массовой концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 при номинальном значении концентрации нерастворенных рабочих растворах равном 50 мг/дм³, %;

$\delta_{\text{ГСО}}$ – относительная погрешность ГСО 6541-92, %;

$\delta_{\text{к.250}}$ - относительная погрешность колбы на 250 см³ по ГОСТ 1770-74, %;

$\delta_{к.500}$ - относительная погрешность колбы на 500 см³ по ГОСТ 1770-74, %;
 $\delta_{п}$ - относительная погрешность пипетки по ГОСТ 29227-91, %.

Г.8.4 Значение относительной погрешности приготовленных растворов массовой концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 при номинальном значении концентрации нерастворенных рабочих растворах равном 100 мг/дм³, рассчитывают по формуле (Г.6):

$$\delta_4 = \sqrt{5 \cdot \delta_{гсо}^2 + 3 \cdot \delta_{к.250}^2 + 3 \cdot \delta_{п}^2} \quad (Г.6)$$

где δ_4 - относительной погрешности приготовленных растворов массовой концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе при номинальном значении концентрации нерастворенных рабочих растворах равном 100 мг/дм³, %;

$\delta_{гсо}$ - относительная погрешность ГСО 6541-92, %;

$\delta_{к.250}$ - относительная погрешность колбы на 250 см³ по ГОСТ 1770-74, %;

$\delta_{п}$ - относительная погрешность пипетки по ГОСТ 29227-91, %.

Г.8.5 Значение относительной погрешности приготовленных растворов массовой концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 при номинальном значении концентрации нерастворенных рабочих растворах равном 400 мг/дм³, рассчитывают по формуле (Г.7):

$$\delta_5 = \sqrt{5 \cdot \delta_{гсо}^2 + \delta_{к.250}^2} \quad (Г.7)$$

где δ_5 - относительной погрешности приготовленных растворов массовой концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе при номинальном значении концентрации нерастворенных рабочих растворах равном 400 мг/дм³, %;

$\delta_{гсо}$ - относительная погрешность ГСО 6541-92, %;

$\delta_{к.250}$ - относительная погрешность колбы на 250 см³ по ГОСТ 1770-74, %.

Г.9 Оформление результатов

Г.9.1 Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленных растворов массовой доли концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 приведены в таблице Г.2.

Таблица Г.2 - Значения метрологических характеристик приготовленных растворов массовой доли концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20

Номинальное значение концентрации нерастворенных веществ в рабочих растворах X, мг/дм ³	Абсолютная погрешность растворов массовой доли концентрации нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20, ΔА, мг/дм ³
400	
100	
50	
10	
1	

ПРИЛОЖЕНИЕ Д

(Обязательное)

к Методике поверки МП 037.Д.4-19

Анализаторы технологических процессов серии Kemtrak 007

ПРОТОКОЛ

первичной / периодической поверки

от « _____ » _____ 201_ года

Средство измерений: Анализаторы технологических процессов серии Kemtrak 007 _____

(Наименование СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков)

то приводят их перечень (наименования) и типы с разделением знаком «косая дробь» /)

Зав.№ _____

Заводские номера блоков

Принадлежащее _____

Наименование юридического лица, ИНН

Поверено в соответствии с методикой поверки МП 037.Д4-19 «ГСИ. Анализаторы», технологических процессов серии Kemtrak 007. Методика поверки», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» 27 июня 2019 года.

Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата

С применением эталонов _____

(наименование, заводской номер, разряд, класс точности или погрешность)

При следующих значениях влияющих факторов:

(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

- температура окружающей среды, °С от +15 до +25;
- относительная влажность воздуха, % от 10 до 95;
- атмосферное давление, кПа от 96 до 104
- напряжение питающей сети, В от 216 до 224
- частота питающей сети, Гц от 49 до 51

Внешний осмотр: _____

Проверка идентификации программного обеспечения:

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	007MAST_L
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.0

Опробование: _____

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Характеристика	Результат	Требования методики поверки
Диапазон измерения оптической плотности, Б		от 0,01 до 3,0
Абсолютная погрешность измерений оптической плотности, Б при: -диапазоне измерений оптической плотности от 0,01 до 1,00 Б включительно; -диапазоне измерений оптической плотности свыше 1,0 до 3,0 Б включительно		± 0,01 ± 0,10
Диапазон измерения цветности по платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкале, единицы Хазена (градусы цветности)		от 0 до 500

Относительная погрешность измерения цветности, %		± 3
Диапазон измерения мутности, ЕМФ*		от 0 до 4000
Относительная погрешность измерения мутности, %		± 4
Диапазон измерений концентрации полиароматических углеводов, мкг/л		от 1 до 1000
Относительная погрешность измерений концентрации полиароматических углеводов, %		± 3
Диапазон измерений концентрации нерастворенных веществ, мг/дм ³		от 1 до 400
Относительная погрешность измерений концентрации нерастворенных веществ, %		± 6

Рекомендации _____

Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: _____

должность

подпись

фамилия