

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

УТВЕРЖДАЮ
И.о. генерального директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


А.Н. Пронин
«22» апреля 2020 г.

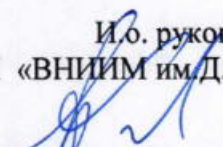
Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы нефтепродуктов в воде С-4000 с датчиком TF16

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-2341-2020

И.о. руководителя отдела
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


А.В. Колобова

Ст. научный сотрудник
А.Б. Копыльцова

Санкт-Петербург

2020

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы содержания нефтепродуктов в воде С-4000 с датчиком TF16 (далее - анализаторы), изготавливаемых фирмой ortek-Danulat GmbH, Германия (далее «анализаторы») и устанавливает методы и средства их первичной поверки при ввозе в страну, после ремонта¹ и периодической поверки в процессе эксплуатации.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции (Таблица 1):

Таблица 1

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			в процессе эксплуатации	после ремонта
1.	Подготовка к поверке	5	Да	Да
2.	Внешний осмотр, проверка комплектности	6.1	Да	Да
3.	Опробование	6.2	Да	Да
4.	Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.3	Да	Да
5.	Определение метрологических характеристик	6.4	Да	Да

Методикой поверки не предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов и (или) отдельных автономных блоков из состава средства измерений, для меньшего числа измеряемых величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. Стандартный образец состава раствора нефтепродуктов в водорастворимой матрице ГСО 8654-2005. Метрологические характеристики ГСО приведены в Таблице 2.

Таблица 2

№ стандартного образца	Аттестованное значение массовой концентрации нефтепродуктов, мг/см ³	Границы относительной погрешности аттестованного значения СО при P=0,95 %
ГСО 8654-2005	5,0	± 0,5

2.2 Диметилформамид х.ч. (содержание основного вещества более 99,9%), ГОСТ 20289-74.

2.3 Масло индустриальное ГОСТ 20799-88 любой марки.

2.4 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

2.5 Пипетки вместимостью 1,0;2,0;5,0;10,0 см³, ГОСТ 29227-91 или дозаторы объемные поршневые, диапазон дозирования 0,1 до 10 см³, предел допускаемого относительного СКО не выше 0,3 %.

2.6 Колбы мерные вместимостью 50, 100, 200 и 250 см³ по ГОСТ 1770-74.

2.7 Весы лабораторные любого типа с дискретностью 0,1 мг.

2.8 Допускается применение других средств поверки с характеристиками не хуже указанных, допущенных к применению в установленном порядке.

¹ верхняя граница диапазона измерений конкретного анализатора определяется при заказе в пределах от 15,0 до 150,0 млн⁻¹ (ppm)/ мг/дм³, диапазон измерений указывается в паспорте анализатора. Изменение верхней границы диапазона измерений возможно только в сервисном центре официального представителя фирмы-изготовителя в РФ с обязательным указанием в паспорте анализатора нового диапазона измерений. После изменения верхней границы диапазона измерений анализатор подлежит поверке в объеме операций первичной поверки.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Требования безопасности изложены в Руководстве по эксплуатации (РЭ) на анализаторы. При проведении поверки соблюдают требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.021, а при работе с электроустановками – по ГОСТ 12.1.019 и ГОСТ 12.2.007.0.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от 15 до 25
- атмосферное давление, кПа от 96 до 104
- относительная влажность воздуха, % не более 80

5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

5.1. К проведению измерений по поверке допускаются лица:

- имеющие опыт работы с электронными средствами измерений;
- изучившие техническое описание поверяемого прибора и методику поверки конкретного типа прибора.

6. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

6.1. Подготовка анализатора С-4000 к работе осуществляется в соответствии с РЭ.

6.2. Включить питание анализатора и прогреть его в течение 30 мин. Измерительную ячейку датчика тщательно промыть проточной водой, затем ополоснуть дистиллированной водой. Поставить заглушку на один из рабочих фланцев.

6.3. Подготовить контрольные растворы (КР) ГСО 8654-2005 в дистиллированной воде в соответствии с рекомендациями Таблицы 3.

Таблица 3 - приготовление КР

№ контр. раствора	Объем ГСО 8654-2005 или КР, см ³	Объем смеси, см ³	Массовая концентрация н/продукта в растворе С, мг/дм ³
1	Объем ГСО 8654-2005: 3,0	100	150,0
2	Объем ГСО 8654-2005: 2,0	100	100,0
3	КР «2»: 25,0	50	50,0
4	КР «2»: 12,5	50	25,0
5	КР «1»: 1,5	50	15,0
6	КР «2»: 5,0	50	10,0
7	КР «2»: 2,5	50	5,0
8	КР «2»: 1,25	50	2,0
9	КР «2»: 0,5	50	1,0

При периодической поверке допускается использовать КР, приготовленные из раствора нефтепродукта (представительного для данного технологического потока) в диметилформамиде и дистиллированной воды в соответствии с рекомендациями Приложения 2 (обязательного).

7. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7. Проведение поверки

7.1. Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие измерителя следующим требованиям:

- Наличие эксплуатационной документации на русском языке;
- Соответствие комплектности прибора спецификации;
- Отсутствие механических повреждений и дефектов покрытия;
- Целостность показывающих приборов;
- Надписи и обозначения на приборе должны быть четкими и соответствовать технической документации фирмы-изготовителя.
- соответствие анализатора комплектности, приведенной в РЭ.
- чистоту кюветы анализатора.

7.2. Опробование

Анализатор считается прошедшим опробование, если после включения питания внутренние тесты прошли автоматически и на дисплее анализатора появилось меню. При этом анализатор автоматически переходит в режим ожидания.

7.3. Подтверждение соответствия программного обеспечения проводится следующим образом: «Главное меню», вкладка «Дисплей системной информации», «Строка 003: Версия ПО».

Результат проверки соответствия программного обеспечения считают положительным, если номер версии соответствует указанному в таблице 4.

Таблица 4

Наименование ПО	Номер версии ПО
optek-C4000 PC-Transfer	C8 и выше

7.4. Определение метрологических характеристик.

7.4.1. Определение приведенной погрешности анализатора при первичной поверке проводят по КР таблицы 3. Для первичной поверки используют не менее трех КР в диапазоне измерений анализатора, указанном в паспорте. При периодических поверках используют не менее двух КР, равномерно распределенных по диапазону измерений анализатора, указанном в паспорте.

7.4.1.1. Заполнение ячейки датчика и корректировка нуля.

- используя заглушку (см. рисунок 1 и 2) из комплекта анализатора, сделать ячейку не проточной;

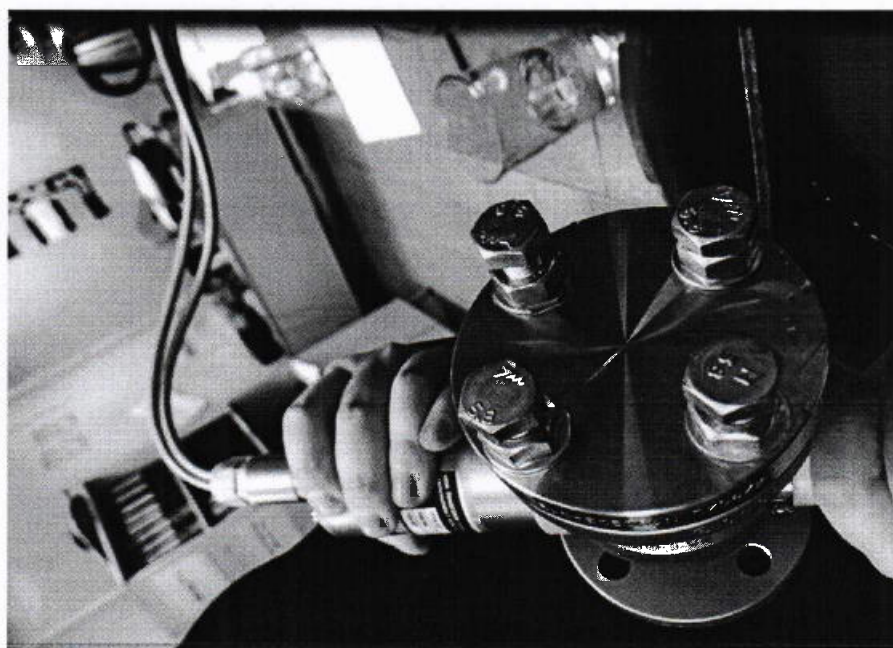
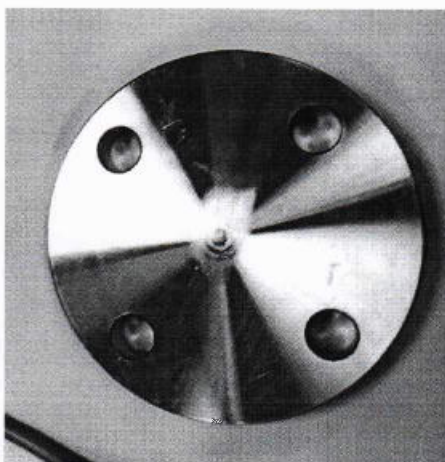


Рисунок 1

Рисунок 2

- заполнить ячейку датчика дистиллированной водой;
- выйти в меню;
- выбрать «Техническое обслуживание»;
- выбрать «ручная установка нулевой точки» - подтвердить действие двойным нажатием «Enter»;
- нулевая точка выставляется автоматически;
- опорожнить ячейку;
- установить единицы измерений массовой доли / массовой концентрации нефтепродуктов в воде (мг/дм³ / млн⁻¹ (ppm)).

7.4.1.2. Заполнить ячейку датчика контрольным раствором, начиная с раствора с наименьшим содержанием нефтепродуктов.

- выйти в меню;
- перейти на «Экран измерений»;
- дождаться стабилизации показаний анализатора;
- зафиксировать результат измерения C_{i1} ;
- провести повторное измерение с новой порцией КР;
- зафиксировать результат измерения C_{i2} ;
- промыть ячейку дистиллированной водой и опорожнить. Анализатор готов к анализу следующего КР.

7.4.1.3. После проведения двух измерений с i -ой смесью ячейку ополаскивают небольшим количеством нового КР. После ополаскивания и полного слива содержимого заполняют ячейку следующим КР.

7.4.1.4. Приведенную погрешность анализатора (%) при определении массовой доли / массовой концентрации нефтепродуктов в КР вычисляют по формуле (1) для каждого i -ого измерения каждого контрольного раствора.

$$\gamma = \frac{C_{ij} - C_{\text{нат}}}{X_n} \cdot 100 \quad (1)$$

где

C_{ij} – результат j -ого измерения массовой доли / массовой концентрации нефтепродуктов нефтепродуктов в i -ом КР, (мг/дм³ / млн⁻¹ (ppm));

$C_{\text{нат}}$ – значение массовой доли / массовой концентрации нефтепродуктов нефтепродуктов в i -ом КР по Таблице 3, (мг/дм³ / млн⁻¹ (ppm));

X_n – нормирующее значение (значение верхнего предела диапазона измерений), (мг/дм³ / млн⁻¹ (ppm))

7.4.3. Результаты определения метрологических характеристик анализатора считают положительными, если полученные по п. 7.4.1 значения для каждого из двух последовательных измерений каждого из КР, не превышает значений, приведенных в таблице 5.

Таблица 5

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой приведенной*) погрешности, %	±10
*) нормирующее значение – верхний предел диапазона измерений.	

8. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1. При проведении поверки работы прибора составляется протокол по форме Приложения 1 (рекомендуемое) или оформляется протокол поверки в произвольной форме.

8.2. Анализатор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признается годным. Положительные результаты оформляются свидетельством о его поверке установленной формы.

8.3. На анализатор, признанный негодным к эксплуатации, выписывается извещение о непригодности с указанием причин.

8.4. Знак поверки наносится на свидетельство.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Наименование: анализатор содержания нефтепродуктов в воде С-4000 с датчиком TF16

Зав. № анализатора / датчика _____

Дата выпуска _____

Представлен _____

Поверка проводится согласно документу 242-2341-2020 «Анализаторы нефтепродуктов в воде С-4000 с датчиком TF16. Методика поверки», утвержденному ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» 22 апреля 2020 г.

Условия поверки:

- температура окружающего воздуха, °С
- атмосферное давление, кПа
- относительная влажность, %

Средства поверки:

Результаты поверки.

Внешний осмотр:

Опробование:

Версия ПО:

Результаты определения метрологических характеристик анализатора:

Диапазон измерений: _____

Таблица 1

№ п/п	Массовая концентрация н/продукта в растворе C_v , мг/дм ³	Результат определения, мг/дм ³		Погрешность, %		Пределы допускаемой приведенной погрешности, %
		№1	№2	№1	№2	
1						± 10

Погрешность измерения не превышает норматива приведенной погрешности, указанного в описании типа.

Заключение _____

Подпись поверителя _____

Дата _____

Приготовление КР на основе растворов нефтепродукта в диметилформамиде

1. Приготовление исходного раствора нефтепродукта в ДМФА. Для приготовления КР берут масло промышленное любой марки или (при известном источнике нефтяного загрязнения для более точного учета сортности нефтепродукта) берут представительную смесь нефтепродуктов, близкую по составу к загрязнителю потока (эта же смесь должна быть использована для градуировки анализатора).
2. Приготовление исходного раствора нефтепродукта в ДМФА. Навеску нефтепродукта 1,250 г, взятую с точностью 0,5 мг разбавляют некоторым количеством ДМФА и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, после чего доводят раствор до метки. Массовая концентрация нефтепродукта в исходном растворе составляет 5000 мг/дм³ (5,0 мг/см³).
3. КР готовят разбавлением исходного раствора в соответствии с рекомендациями таблицы 3.