

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИИ ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»)**

Согласовано

**И.о. директора УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**



Е.П. Собина

2020 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
Анализаторы содержания нефти и нефтепродуктов в воде
ТЕХНОТОС**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 120-241-2020

Екатеринбург

2020

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 **РАЗРАБОТАНА** Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»)
- 2 **ИСПОЛНИТЕЛЬ** зав. лаб. 241 Медведевских М.Ю.
- 3 **УТВЕРЖДЕНА** и.о. директора УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в 2020 г.

Дата введения в действие: декабрь 2020 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы содержания нефти и нефтепродуктов в воде ТЕХНОТОС (далее - анализаторы) производства фирмы «Inov8 SystemsLtd.», Великобритания, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализаторов посредством использования поверенных средств измерений: весов, мерных пипеток и мерных колб через неразрывную цепь поверок в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерения массы, утвержденной приказом Росстандарта от 29.12.2018 года № 2818, Государственной поверочной схемой для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости, утвержденной Приказом Росстандарта № 256 от 07.02.2018 для средств измерения объема жидкости.

1.3 Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России № 2906 от 28.08.2020 г. «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений»

Приказ Минтруда России №328н от 24.07.2013 «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Росстандарта от 29.12.2018 года № 2818 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»

Приказ Росстандарта № 256 от 07.02.2018 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости»

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр средства измерений	8	да	да
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	9	да	да
3 Проверка программного обеспечения	10	да	да
4 Проверка метрологических характеристик	11		
4.1 Проверка относительной погрешности измерений массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в воде	11.1	да	да
4.2 Проверка диапазона измерений массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в воде	11.2	да	нет

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

3.3 Допускается проведение периодической поверки анализаторов, используемых на меньшем числе поддиапазонов измерений, на основании письменного заявления владельца анализатора, оформленного в произвольной форме.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, прошедшие инструктаж и обученные работе с анализатором.

5 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №328н от 24 июля 2013 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

4.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 2:

Наименование	Метрологические и технические требования
Весы лабораторные	I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 абсолютная погрешность весов при поверке $\pm 0,5$ мг
стандартный образец состава раствора нефтепродуктов в водорастворимой матрице ГСО 8654-2005	диапазон аттестованных значений от 4,75 до 5,25 мг/см ³ с границами допускаемой относительной погрешности аттестованного значения 0,5 % (при P=0,95)
стандартный образец массовой концентрации нефтепродуктов в водорастворимой органической жидкости (СО НВМ-ПА) ГСО 10317-2013	массовая концентрация нефтепродуктов от 0,05 до 10 г/дм ³ , границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения 0,5 % (при P=0,95)
колба мерная	2-го класса точности по ГОСТ 1770 номинальной вместимости 100 см ³
вода дистиллированная	по ГОСТ 6709
пипетки градуированные и с одной меткой	2-го точности по ГОСТ 29227, ГОСТ 29169 номинальной вместимости 25 см ³
Термогигрометр	Диапазоны измерений температуры и относительной не менее требуемых по п. 7

4.2 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены. ГСО должны иметь действующие паспорта.

4.3 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающие требуемую точность и диапазон измерений.

7 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 25.

8 Внешний осмотр

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;

- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре анализатора выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Анализатор подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее - РЭ).

9.2 Подготовить стандартный образец (далее – ГСО), предусмотренный в качестве средства поверки, в соответствии с инструкциями по применению на ГСО.

9.3 Опробование

Включить анализатор и запустить пробную процедуру измерения одного из растворов, приготовленных по приложению А. Убедиться, что анализатор функционирует и результаты измерения выводятся на дисплей анализатора.

10 Проверка программного обеспечения

Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора.

Идентификационные данные ПО отображаются при обращении к соответствующему подпункту меню анализатора. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	ТЕХНОТОС
Номер версии ПО	не ниже 2.2.1.00000
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик

11.1 Проверка относительной погрешности измерений массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в воде

Проверку относительной погрешности измерений массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в воде провести с использованием ГСО, указанных в разделе 4, и аттестованных растворов, приготовленных по приложению А. При этом значения массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в приготовленных растворах должны находиться в начале и в конце каждого поддиапазона измерений анализатора.

После стабилизации показаний в течение трех минут выполнить не менее 10 измерений массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в растворах, приготовленных по приложению А.

11.2 Проверка диапазона измерений массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в воде

Проверку диапазона измерений массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в воде провести одновременно с определением погрешности по 11.1 (провести измерения массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в воде в начале и в конце каждого поддиапазона измерений).

12 Подтверждение соответствия анализатора метрологическим требованиям

По результатам измерений для каждого раствора вычислить среднее арифметическое (\bar{X}_j) и относительную погрешность измерений (δ_j) по формулам:

$$\bar{X}_j = \frac{\sum_{i=1}^n X_{ij}}{n}, \quad (1)$$

$$\delta_j = \frac{\bar{X}_j - A_j}{A_j} \cdot 100, \quad (2)$$

где X_{ij} - результат i -го измерения массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в j -м растворе, мг/дм³;

n - число измерений;

A - аттестованное значение массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в ГСО или рассчитанное значение массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в j -м аттестованном растворе, приготовленном по приложению А, мг/дм³.

Полученные значения относительной погрешности и диапазона измерений массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в воде должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в воде, мг/дм ³	от 0,1 до 10 000
Диапазон показаний массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в воде, мг/дм ³	от 0 до 20 000
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в воде, %, в поддиапазонах измерений, мг/дм ³	
от 0,1 до 1 включ.	± 10
св. 1 до 100 включ.	± 5
св. 100 до 10000 включ.	± 3

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

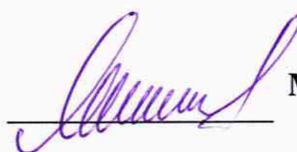
13.2 Результаты поверки оформляют в соответствии с действующим Порядком проведения поверки средств измерений, требованиям к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке.

9.3 Сведения о проведенной поверке передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга № 2906 от 28.08.2020 г.

Зав. лаб. 241

УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ

им. Д.И. Менделеева»



М.Ю. Медведевских

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления аттестованных растворов

А.1 Для приготовления аттестованных растворов используют стандартные образцы, посуду и реактивы:

- стандартный образец состава раствора нефтепродуктов в водорастворимой матрице ГСО 8654-2005 с диапазоном аттестованных значений от 4,75 до 5,25 мг/см³ с границами допускаемой относительной погрешности аттестованного значения 0,5 % (при P=0,95);
- стандартный образец массовой концентрации нефтепродуктов в водорастворимой органической жидкости (СО НВМ-ПА) ГСО 10317-2013 (массовая концентрация нефтепродуктов от 0,05 до 10 г/дм³, границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения 0,5 % (при P=0,95));
- посуда мерная лабораторная 2-го класса точности по ГОСТ 1770;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- пипетки градуированные и с одной меткой 2-го точности по ГОСТ 29227, ГОСТ 29169.

А.2 Последовательность приготовления растворов на основе разбавления ГСО с известными значениями массовой концентрации нефтепродуктов в воде в поддиапазоне от 0,1 до 100 мг/дм³

Аттестованные растворы готовят путем последовательного разбавления ГСО 8654-2005. Порядок приготовления растворов заключается в отборе в чистую мерную колбу аликвоты ГСО или раствора в соответствии с таблицей А.1, доведения колбы до метки дистиллированной водой и тщательном перемешивании содержимого колбы.

Растворы применяют для проверки анализатора только в день приготовления.

Таблица А.1 - Процедура приготовления аттестованных растворов

Наименование раствора	Объем аликвоты $V_{a,j}$, см ³	Объем мерной колбы $V_{м,j}$, см ³	Аттестованное (расчетное) значение нефтепродуктов в воде ¹ , A_j , мг/дм ³	Абсолютная погрешность аттестованного (расчетного) значения ² , $\pm \Delta A_j$, мг/дм ³	Относительная погрешность аттестованного (расчетного) значения ³ , $\pm \delta A_j$, %
ГСО 8654-2005	-	-	5000	25	0,5
Раствор №1, готовится из ГСО 8654-2005	1,8	100	90,000	1,222	1,4
Раствор №2, готовится из раствора №1	1,5	100	1,350	0,028	2,1
Раствор №3, готовится из раствора №1	1	100	0,900	0,017	1,9
Раствор №4, готовится из раствора №2	10	100	0,135	0,003	2,4

Примечания

¹ Расчетное значение массовой концентрации нефтепродуктов в воде (A_j) в j -м аттестованном растворе рассчитывают по формуле

$$A_j = \frac{V_{al,j} A_{j-1}}{V_{mk,j}}, \quad (A.1)$$

где $V_{al,j}$ - объем аликвоты ГСО или аттестованного раствора, используемого для приготовления, см³; $V_{mk,j}$ - объем мерной колбы, см³; A_{j-1} - аттестованное (расчетное) значение массовой концентрации нефтепродуктов в воде в ГСО или аттестованном растворе, используемом для приготовления, мг/дм³.

² Абсолютную погрешность расчетного значения массовой концентрации нефтепродуктов в воде (ΔA_j) в j -м аттестованном растворе рассчитывают по формуле

$$\Delta A_j = 1,1 \cdot A_j \sqrt{\left(\frac{\Delta V_{al,j}}{V_{al,j}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{mk,j}}{V_{mk,j}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta A_{j-1}}{A_{j-1}}\right)^2}, \quad (A.2)$$

где $\Delta V_{al,j}$, $\Delta V_{mk,j}$ - характеристики погрешности используемой мерной посуды, см³; ΔA_{j-1} - погрешность аттестованного (расчетного) значения массовой концентрации нефтепродуктов в воде в ГСО или аттестованном растворе, используемом для приготовления, мг/дм³.

³ Относительную погрешность расчетного значения массовой концентрации нефтепродуктов в воде (δA_j) в j -м аттестованном растворе рассчитывают по формуле

$$\delta A_j = \frac{\Delta A_j \cdot 100}{A_j}. \quad (A.3)$$

А.3 Последовательность приготовления растворов с известными значениями массовой концентрации нефтепродуктов в воде в поддиапазоне св. 100 до 10000 мг/дм³

Процедура аналогична описанной в п. А.2, для разбавления используют ГСО 10317-2013. Порядок приготовления растворов заключается в отборе в чистую мерную колбу аликвоты ГСО или раствора в соответствии с таблицей А.2, доведения колбы до метки дистиллированной водой и тщательном перемешивании содержимого колбы.

Таблица А.2 - Процедура приготовления аттестованных растворов

Наименование раствора	Объем аликвоты $V_{al,j}$, см ³	Объем мерной колбы $V_{mk,j}$, см ³	Расчетное значение нефтепродуктов в воде ¹ , A_j , мг/дм ³	Абсолютная погрешность расчетного значения ² , $\pm \Delta A_j$, мг/дм ³	Относительная погрешность расчетного значения ³ , $\pm \delta A_j$, %
ГСО 10317-2013	-	-	10000,0	50	0,5
Раствор №2, готовится из ГСО 10317-2013	10	100	1000,0	7,4	0,7
Раствор №3, готовится из раствора №2	10	100	100,0	0,7	0,7

Примечание

^{1,2,3} Расчетное значение массовой концентрации нефтепродуктов в воде (A_j), абсолютную (ΔA_j)

и относительную (δA_j) погрешность расчетного значения в j -м аттестованном растворе оценивают по формулам (А.1)-(А.3).