

ОАО "Нефтехимавтоматика-С.-Петербург"

СОГЛАСОВАНО  
Руководитель ГЦИ СИ  
Заместитель Генерального  
директора ФГУ "Тест-С.-Петербург"

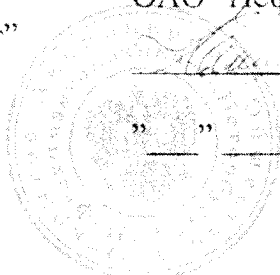
\_\_\_\_\_  
А.И. Рагулин

\_\_\_\_\_  
2004 г.

УТВЕРЖДАЮ  
Генеральный директор  
ОАО "Нефтехимавтоматика-С.-Пб"

\_\_\_\_\_  
А.Б. Егизаров

\_\_\_\_\_  
2004 г.



АНАЛИЗАТОР СОДЕРЖАНИЯ НЕФТЕПРОДУКТОВ  
В ВОДЕ ЛАБОРАТОРНЫЙ

Методика поверки

АИП2.840.056 Д1

Технический директор

\_\_\_\_\_  
Е.Е. Юдович

\_\_\_\_\_  
2004 г.

Заведующий отделом  
аналитической химии и метрологии

\_\_\_\_\_  
Г.В. Николайчик

\_\_\_\_\_  
2004 г.

Заведующий отделом №1

\_\_\_\_\_  
А.В. Косарев

\_\_\_\_\_  
2004 г.

2004

99 246. 1006.05

## СОДЕРЖАНИЕ.

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
7.	Оформление результатов поверки	6
Приложение А. Методика и расчёт погрешности приготовления растворов нефтепродуктов в четыреххлористом углероде и тетрахлорэтилене		7
Приложение Б. Форма протокола поверки		9
Лист регистрации изменений		10

Настоящая методика поверки распространяется на анализатор содержания нефтепродуктов в воде лабораторный АН -2 (в дальнейшем - анализатор) и устанавливает методы его первичной поверки при выпуске из производства, поверки после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Межповерочный интервал –1 год.

## 1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	6.1	да	да
Опробование	6.2	да	да
Определение основной абсолютной погрешности концентратомера	6.3	да	да
Определение времени экстрагирования	6.4	да	да

1.2. При получении отрицательного результата при проведении какой-либо из операций поверка прекращается.

## 2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики СИ
6.3	<p>Психрометр аспирационный М34, от минус 25 до 50 °С, диапазон измерения от 10 до 100 % при температуре от 5 до 40 °С.</p> <p>Барометр-анероид БАММ-1, диапазон измерения от 80 до 106 кПа, погрешность ±0,2 кПа.</p> <p>Термометр ТЛ-4, ГОСТ 5.2156-73, от 0 до 50°С, цена деления 0,1°С.</p> <p>Углерод четырёххлористый х. ч. для экстракции из водных сред по ТУ 2631-027-44493179-98 или х.ч. по ГОСТ 20288, очищенный путем экстракции в течение 300с дистиллированной водой при соотношении объемов ССl<sub>4</sub> и воды 4:1, или тетрачлорэтилен (перхлорэтилен) о.с.ч. по ТУ 2631-030-44493179-99, х.ч. по ТУ 2631-031-44493179-99 или х.ч. для АВП по ТУ 2631-101-44493179-06, очищенный путем двукратной экстракции по 300с дистиллированной водой при соотношении объемов С<sub>2</sub>Сl<sub>4</sub> и воды 4:1</p> <p>Секундомер СОП пр-2а-3-000, 60 мин., КТ 2,0.</p> <p>Цилиндр 1-500-2, ГОСТ 1770.</p> <p>Поверочные растворы нефтепродуктов в четырёххлористом углероде (ССl<sub>4</sub>) или тетрачлорэтилене (С<sub>2</sub>Сl<sub>4</sub>) с расчётными концентрациями 5, 10, 25, 50, 75 и 100 мг/л, приготовленные согласно Приложению А.</p>

Примечание: Перечисленное оборудование и средства измерений могут быть заменены другими, обеспечивающими требуемую точность измерений.

### 3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. Перед началом поверки подготовить резиновые перчатки, включить вытяжной шкаф, где будут готовиться поверочные растворы, и установить ёмкости с реактивами в вытяжном шкафу.

3.2. Приготовление поверочных растворов проводить лаборанту-химику (поверителю), прошедшему инструктаж по методикам безопасной работы с вредными летучими веществами. При этом необходимо работать в помещении с приточно-вытяжной вентиляцией в вытяжном шкафу.

3.3. При проведении поверки соблюдать все требования безопасности в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора АН-2 (АИП 2.840.056 РЭ).

### 4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия :

- температура окружающего воздуха  $(20\pm 5)$  °С;
- относительная влажность воздуха от 30 до 80 %;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа;
- напряжение питания переменного тока  $(220\pm 22)$  В;
- частота питающей сети  $(50\pm 1)$  Гц;
- отсутствие вибрации, тряски, ударов.

### 5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- изучено руководство по эксплуатации анализатора АН-2 (АИП 2.840.056.РЭ) и настоящая методика;
- обеспечены условия поверки и выполнены требования техники безопасности согласно настоящей методике;
- подготовлены средства поверки, перечисленные в разделе 2;
- промывты экстрагентом и высушены цилиндры;
- расположены на рабочем столе в удобном для работы порядке емкости для слива.

5.2. Подготовить поверочные растворы согласно Приложению А со следующими расчетными концентрациями  $C_i$ , мг/л :  $C_1=5$ ,  $C_2=10$ ,  $C_3=25$ ,  $C_4=50$ ,  $C_5=75$ ,  $C=100$ .

5.3. Концентратомер подготавливается к работе согласно АИП 2.840.056 РЭ.

### 6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

#### 6.1. Внешний осмотр

6.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие поверяемого анализатора следующим требованиям:

- анализатор должен быть представлен на поверку с руководством по эксплуатации АИП 2.840.056 РЭ;
- комплектность должна соответствовать комплектности, указанной в РЭ;
- маркировка и надписи должны быть контрастными и сохраняться на весь срок службы приборов;
- у анализатора должны отсутствовать следующие дефекты, приводящие к ошибкам при измерениях: неисправность органов управления (тумблеров, кнопок, разъемов, зажимов, гнезд предохранителей, соединительных шнуров, повреждения корпуса и выходящих наружу конструктивных элементов), разгерметизация кювет, загрязнённость и повреждение цифровой шкалы и оптики кювет.

6.1.2. Результат внешнего осмотра считается положительным, если анализатор соответствует указанным требованиям.

## 6.2. Опробование

6.2.1. При опробовании проверяется действие органов управления и контроля в соответствии с АИП 2.840.056 РЭ, качество соединения токопроводящих соединительных проводов, действие органов установки нуля.

6.2.2. Результат опробования считается положительным, если органы управления и контроля позволяют производить операции по поверке анализатора.

## 6.3. Определение основной абсолютной погрешности концентромера

6.3.1. Включить концентромер и прогреть его в течении 30 мин.

6.3.2. Установить кнопкой ДИАПАЗОН диапазон измерения 100,0 мг/л.

6.3.3. Залить в кювету экстрагент ( $\text{CCl}_4$  или  $\text{C}_2\text{Cl}_4$ ), дать отстояться не менее 10 с и установить кювету в кюветный отсек.

6.3.4. Установить кнопкой НОЛЬ нулевые показания.

6.3.5. Вынуть кювету, вылить из неё экстрагент и залить в кювету раствор нефтепродукта в экстрагенте с концентрацией  $C=100,0$  мг/л, предварительно ополоснув её тем же раствором три раза, и дать раствору отстояться не менее 10 с.

6.3.6. Установить повторно кювету в кюветный отсек и установить кнопкой КАЛИБРОВКА показание цифровой шкалы, равное 100,0 мг/л.

6.3.7. Вынуть кювету из кюветного отсека, промыть её и записать показание цифровой шкалы при отсутствии кюветы.

Примечание. Показание, полученное по п.6.3.7, является контрольным для данной партии экстрагента.

6.3.8. Измерения проводят в последовательности  $C_1-C_2-C_3-C_4-C_5$  в следующем порядке:

– поверочный раствор соответствующей концентрации заливается в кювету концентромера;

– кювета вставляется в кюветный отсек и производится измерение по установившимся показаниям;

6.3.9. Заливка каждого раствора в кювету и измерение его концентрации проводится четыре раза подряд.

Примечания. 1. Первый результат из четырёх не учитывается.

2. По окончании и при любом перерыве в работе кювета промывается экстрагентом.

6.3.10. Вычислить основную абсолютную погрешность измерения  $\Delta C$  в каждой серии по формуле:

$$\Delta C = C_k - C_i,$$

где  $C_k$  – показания концентромера при измерении поверочных растворов, мг/л;

$C_i$  – расчетная концентрация поверочных растворов, мг/л.

6.3.11. Результаты поверки считаются положительными, если основная абсолютная погрешность в каждой серии не превышает  $\pm 2$  мг/л.

## 6.4. Определение времени экстрагирования

6.4.1. Соединить экстракторы с концентромером.

6.4.2. Залить по 500 мл дистиллированной воды в бутылки экстракторов I с помощью цилиндра.

6.4.3. Включить экстракторы, одновременно включив секундомер. При этом сигнальные светодиоды работы экстракторов в автоматическом режиме должны непрерывно светиться, бутылки экстракторов I должны вращаться.

6.4.4. Выключить секундомер, когда свечение светодиодов станет прерывистым и вращение бутылкой прекратится, и записать показание секундомера, соответствующее времени экстрагирования.

6.4.5. Результаты поверки считаются положительными, если время экстрагирования составляет  $(300 \pm 10)$ с.

## 7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Результаты поверки анализатора заносятся в протокол поверки. Форма протокола приведена в приложении Б.

7.2. Положительные результаты поверки оформляются в соответствии с ПР 50.2.006 свидетельством установленной формы или нанесением поверительного клейма в соответствии с ПР 50.2.007 в руководстве по эксплуатации АИП 2.840.056 РЭ.

7.3. Отрицательные результаты поверки оформляют извещением о непригодности по форме приложения 2 ПР 50.2.006.

ПРИЛОЖЕНИЕ А  
(обязательное)МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАСТВОРОВ  
НЕФТЕПРОДУКТОВ В ЧЕТЫРЁХХЛОРИСТОМ УГЛЕРОДЕ И ТЕТРАХЛОРЭТИЛЕНЕ  
И РАСЧЁТ ПОГРЕШНОСТИ ПРИГОТОВЛЕНИЯ

1.1. Настоящая методика распространяется на поверочные растворы трёхкомпонентной смеси углеводородов (ТКС) в экстрагенте – четыреххлористом углероде ( $CCl_4$ ) или тетрахлорэтилене ( $C_2Cl_4$ ), используемые при поверках концентратомера анализатора АН-2, а также на растворы дизельного топлива в  $CCl_4$  или  $C_2Cl_4$ , используемые при испытаниях концентратомера в соответствии с ТУ 301-12-009-91

## 2. Приборы, посуда, реактивы

- 2.1. Весы лабораторные 2 класса с пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.
- 2.2. Колбы 2-100-2, 2-500-2 по ГОСТ 1770.
- 2.3. Пипетки 1-2-2-10 по ГОСТ 29227-91 и 2-2-25 по ГОСТ 29169.
- 2.4. Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.
- 2.5. Углерод четыреххлористый х. ч. для экстракции из водных сред по ТУ 2631-027-44493179-98 или х.ч. по ГОСТ 20288, очищенный путем экстракции в течение 300с дистиллированной водой при соотношении объемов  $CCl_4$  и воды 4:1.
- 2.6. Тетрахлорэтилен (перхлорэтилен) о.с.ч. по ТУ 2631-030-44493179-99, х.ч. по ТУ 2631-031-44493179-99 или х.ч. для АВП по ТУ 2631-101-44493179-06, очищенный путем двукратной экстракции по 300с дистиллированной водой при соотношении объемов  $C_2Cl_4$  и воды 4:1.
- 2.7. Дизельное топливо высшей категории по ГОСТ 1667.
- 2.8. Бензол ч. д. а. по ГОСТ 5955.
- 2.9. Изооктан эталонный по ГОСТ 12433.
- 2.10. Цетан эталонный по ГОСТ 12525.

2.11. ТКС. В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают 8,1 мл изооктана, 7,2 мл цетана и 4,2 мл бензола. Колбу закрывают пришлифованной пробкой и перемешивают. Массовая доля компонентов ТКС составляет: изооктана – 37,5 %, цетана - 37,5 %, бензола –25 %.

3. Приготовление растворов ТКС или дизельного топлива в экстрагенте- $CCl_4$  или  $C_2Cl_4$ 

3.1. Раствор с концентрацией 1 г/л. Навеску ТКС или дизельного топлива массой 0,5 г, взвешенную в стаканчике с погрешностью 0,0005 г, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл, обмывая стаканчик 4-5 раз экстрагентом, доливают экстрагент до метки и перемешивают. Раствор хранят в стеклянной ёмкости с притёртой пробкой в темном месте при температуре не выше 6 °С. Раствор в  $CCl_4$  устойчив в течение 6 месяцев, а в  $C_2Cl_4$  – 2-х месяцев.

3.2. Раствор с концентрацией 100 мг/л. Пипеткой вместимостью 25 мл отбирают две аликвоты раствора с концентрацией 1 г/л, помещают в мерную колбу вместимостью 500 мл, доливают в колбу экстрагент до метки и перемешивают.

3.3. Раствор с концентрацией  $C_1=5$  мг/л. Пипеткой с делениями вместимостью 10 мл отбирают 5 мл раствора с концентрацией 100 мг/л, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают в колбу экстрагент до метки и перемешивают.

3.4. Раствор с концентрацией  $C_2=10$  мг/л. Пипеткой с делениями, вместимостью 10 мл отбирают 10 мл раствора 100 мг/л, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают в колбу экстрагент до метки и перемешивают.

3.5. Раствор с концентрацией  $C_3=25$  мг/л. Пипеткой вместимостью 25 мл отбирают аликвоту раствора 100 мг/л, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают в колбу экстрагент до метки и перемешивают.

3.6. Раствор с концентрацией  $C_4=50$  мг/л. Пипеткой вместимостью 25 мл отбирают две аликвоты раствора 100 мг/л, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают в колбу экстрагент до метки и перемешивают.

3.7. Раствор с концентрацией  $C_5=75$  мг/л. Пипеткой вместимостью 25 мл отбирают три аликвоты раствора 100 мг/л, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают в колбу экстрагент до метки и перемешивают.

Поверочные растворы хранят в стеклянных ёмкостях с притёртой пробкой в темном месте при температуре не выше  $6^{\circ}\text{C}$  в течение 1 месяца, в запаянных ампулах растворы в  $\text{CCl}_4$  хранят не более 12-ти месяцев, а растворы в  $\text{C}_2\text{Cl}_4$  - не более 2-х месяцев.

4. Расчёт погрешности приготовления растворов ТКС и дизельного топлива в экстрагенте.

4.1. Относительная погрешность приготовления растворов ТКС и дизельного топлива в экстрагенте  $\delta_i$  вычисляется по формуле:

$$\delta_i = \left[ 2 \left( \frac{\Delta m}{m} \right)^2 + 2 \left( \frac{\Delta V_1}{V_1} \right)^2 + \left( \frac{\Delta V_2}{V_2} \right)^2 + \left( \frac{\Delta V_3}{V_3} \right)^2 + \left( \frac{\Delta V_4}{V_4} \right)^2 \right]^{1/2} \cdot 100\%$$

где  $m = 0,5$  г. масса навески ТКС или дизельного топлива;

$V_1 = 500$  мл – объём растворов 1 г/л и 100 мг/л;

$V_2 = 25$  мл – объём аликвоты раствора 1 г/л для приготовления раствора 100 мг/л;

$V_3 = 100$  мл – объём поверочных растворов;

$V_4$  – объём аликвоты раствора 100 мг/л для приготовления поверочных растворов, указанный в таблице;

$\Delta m = \pm 0,0005$  г;

$\Delta V_1 = \pm 0,4$  мл;

$\Delta V_2 = \pm 0,06$  мл;

$\Delta V_3 = \pm 0,2$  мл;

$\Delta V_4$  – (см. таблицу)-

соответствующие погрешности взвешивания и дозирования.

4.2. Абсолютная погрешность приготовления растворов ТКС и дизельного топлива в экстрагенте  $\Delta C_i$ , мг/л вычисляется по формуле:

$$\Delta C_i = \frac{C_i \delta_i}{100}$$

Значения  $\delta_i$  и  $\Delta C_i$ , а также величина допустимой абсолютной погрешности концентромера  $\Delta C_g$ , мг/л представлены в таблице.

Таблица

$C_i$ , мг/л	$V_4$ , мл	$\Delta V_4$ , мл	$\delta_i$ , %	$\Delta C$ , мг/л	$\Delta C_g$ , мг/л
5	5	$\pm 0,1$	$\pm 2$	$\pm 0,1$	$\pm 2$
10	10	$\pm 0,1$	$\pm 1$	$\pm 0,1$	$\pm 2$
25	25	$\pm 0,06$	$\pm 0,43$	$\pm 0,1$	$\pm 2$
50	25	$\pm 0,06$	$\pm 0,43$	$\pm 0,2$	$\pm 2$
75	25	$\pm 0,06$	$\pm 0,43$	$\pm 0,3$	$\pm 2$

Для всех поверочных растворов выполняется соотношение  $|\Delta C_i| \leq \frac{1}{3} |\Delta C_g|$ , что доказывает правильность выбора процедуры их приготовления.





ПРИЛОЖЕНИЕ Б  
(рекомендуемое)

Форма протокола поверки

Протокол № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_  
первичной (периодической) поверки анализатора содержания нефтепродуктов в воде АН-2

1. Зав.№ \_\_\_\_\_
2. Принадлежит \_\_\_\_\_
3. Условия поверки:
  - температура окружающего воздуха \_\_\_\_\_
  - относительная влажность \_\_\_\_\_
  - атмосферное давление \_\_\_\_\_
4. Внешний осмотр \_\_\_\_\_  
(уд. или неуд.)
5. Опробование \_\_\_\_\_  
(норма или не соответствует по какому параметру и его значение)
6. Определение метрологических характеристик

6.1. Определение основной абсолютной погрешности концентромера

Расчётные значения концентрации поверочных растворов $C_i$ , мг/л	Показания поверяемого концентромера $C_k$ , мг/л	Основная абсолютная погрешность $\Delta C$ , мг/л	Примечание

6.2. Определение времени экстрагирования

Время экстрагирования составляет \_\_\_\_\_

5. Заключение \_\_\_\_\_

Поверитель \_\_\_\_\_  
(подпись)

