

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»




Н.П. Муравская
«13» января 2017г

Государственная система обеспечения единства измерений

**Анализаторы содержания нефтепродуктов в воде
OilGuard 2, OilGuard 2 EX**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 008.Д4-17**

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»


С.Н. Негода
«13» января 2017г

Москва
2017 г.

1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы содержания нефтепродуктов в воде OilGuard 2, OilGuard 2 EX (далее по тексту – анализаторы), предназначены для автоматического определения концентрации нефтепродуктов и растворенных органических веществ в питьевых, сточных, природных, морских водах, в оборотной воде энергоустановок, в пластовых водах нефтедобычи, 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

№ п/п.	Наименование операций	Номер пункта НД по поверке	Обязательность выполнения операции	
			При вводе в эксплуатацию и после ремонта	При эксплуатации
1	Внешний осмотр	8.1	Да	Да
2	Опробование	8.2	Да	Да
3	Проверка идентификации программного обеспечения	8.3	Да	Да
4	Определение метрологических характеристик	8.4		
5	Определение диапазона и расчет относительной погрешности измерения концентрации нефтепродуктов	8.4.1	Да	Да

2.2 Допускается проведение поверки части диапазона, установленного требованием заказчика.

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

2.4 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 должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству, основные технические характеристики
8.4.1	Стандартный образец содержания нефтепродуктов в водорастворимой матрице ГСО 7117-97. Концентрация от 0,005 до 5 мг; Границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,3\%$ (при $P=0,95$)

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 безопасности

4.1 Система электрического питания приборов должна быть защищена от колебаний и пиков сетевого напряжения, искровые генераторы не должны устанавливаться вблизи приборов.

4.2 При выполнении измерений должны соблюдаться требования, указанные в «Правилах техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденных Госэнергонадзором, а также требования руководства по эксплуатации анализаторов.

4.3 Помещение, в котором проводятся измерения, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83

4.4 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ Р 12.1.031-2010, ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок. Оборудование, применяемое при поверке, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-91. Воздух рабочей зоны должен соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

5 Требования к квалификации поверителей

5.1 К проведению поверки допускаются лица:

- изучившие настоящую методику поверки и руководство по эксплуатации анализаторов;
- имеющие квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок;
- прошедшие обучение по требуемому виду измерений.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °С.....от 15 до 35
- относительная влажность воздуха, %,от 10 до 95
- напряжение питания сети, В..... 230;
- частота, Гц.....50/60

6.2 В помещении, где проводится испытание, должны отсутствовать посторонние источники излучения, мощные постоянные и переменные электрические и магнитные поля, но также должны быть исключены факторы появления пыли, интенсивных воздушных потоков, вибрации и паров вызывающих коррозию.

7 Подготовка к поверке

7.1 Отключить анализатор от автоматической подачи анализируемой жидкости в закрытую проточную измерительную ячейку.

7.2 Приготовить контрольные растворы содержания нефтепродуктов в соответствии с приложением 1.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Внешним осмотром анализаторов должно быть установлено:

- наличие маркировки, подтверждающей тип и заводской номер анализаторов;
- соответствие комплектности анализаторов требованиям документации;
- наличие чётких надписей на органах управления;
- отсутствие на наружных поверхностях анализаторов повреждений, влияющих на их работоспособность.

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

8.2 Опробование

8.2.1 Опробование анализаторов проводится при помощи контрольного блока идущего в комплекте с каждой модификацией.

8.2.2 Для этого необходимо установить контрольный блок и провести процедуру калибровки согласно эксплуатационной документации на анализаторы.

8.2.3 Анализаторы считаются прошедшими опробование, если корректировка прошла успешно и на экране высветилась надпись «Adjustment OK».

8.3 Проверка идентификации программного обеспечения

8.3.1 Проверяют соответствие заявленных идентификационных данных программного обеспечения: идентификационное наименование программного обеспечения, номер версии программного обеспечения.

8.3.2 Проводят проверку уровня защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений (уровни низкий, средний или высокий).

8.3.4 Анализаторы признаются прошедшими операцию поверки, если уровень защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений соответствует уровню «средний» согласно Р 50.2.077-2014, а идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	SiPhoV324.uc3
Номер версии (идентификационный номер) ПО	V324 и выше
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение диапазона и расчет относительной погрешности измерения концентрации нефтепродуктов

4.8.1 Приготовить растворы различных концентраций нефтепродуктов из ГСО 7117-96 в соответствии с приложением 1.

4.8.2 Обеспечить подачу аттестованных растворов нефтепродуктов к закрытой проточной измерительной ячейке анализатора согласно руководству по эксплуатации.

4.8.3 Провести 10-ти кратные измерения концентрации нефтепродуктов на семи растворах различных концентраций нефтепродуктов (0,5, 10, 25, 50, 100, 500 и 1000 мг/л). Для этого заполнить измерительную ячейку раствором и снять показания с экрана анализатора.

4.8.4 Вычислить среднее арифметическое значение серии измерений (E_{cp}) по формуле 1:

$$E_{cp} = \frac{E_i}{n} \quad (1)$$

4.8.5 Рассчитать значение относительной погрешности измерения концентрации по формуле 2:

$$\Delta (E) = \frac{E_{cp} - E_m}{E_{cp}} \cdot 100\% \quad (2)$$

где E_m - аттестованное значение концентрации нефтепродуктов, мг/л.

4.8.6 Анализаторы считаются прошедшими операцию поверки, если диапазон измерения концентрации нефтепродуктов составляет от 0,5 до 1000 мг/л, а относительная погрешность измерения концентрации нефтепродуктов не превышает $\pm 3\%$.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты измерений заносятся в протокол (приложение 2).

9.2 Анализаторы, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдается свидетельство о поверке установленной формы и 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, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодными, не допускаются к применению и на них выдается свидетельство о непригодности с указанием причин. Свидетельство о предыдущей поверке и (или) оттиск поверительного клейма аннулируют и выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»

А.В.Иванов

Ведущий инженер ФГУП «ВНИИОФИ»

А. Н. Шобина

Инженер ФГУП «ВНИИОФИ»

П. С. Мальцев

**МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ АТТЕСТОВАННЫХ РАСТВОРОВ
НЕФТЕПРОДУКТОВ В ВОДЕ НА ОСНОВЕ РАЗБАВЛЕНИЯ ГСО 7117-94****А.1 Назначение и область применения**

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления аттестованных растворов нефтепродуктов в воде на основе разбавления ГСО 7117-94. Аттестованные растворы нефтепродуктов в воде предназначены для поверки анализаторов содержания нефтепродуктов в воде OilGuard 2, OilGuard 2 Ex. Аттестованное значение массы нефтепродуктов в экземпляре стандартного образца 5,0 мг.

А.2 Нормы и погрешности

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

А.2.2 Настоящая методика обеспечивает получение аттестованных растворов нефтепродуктов в воде с погрешностью аттестованных значений нефтепродуктов в воде не превышающих при доверительной вероятности $P=0,95$ доверительных интервалов 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 1-канальный механический дозатор «ЭКОХИМ-ОП-1-100-1000» с варьируемым объемом дозирования от 100 до 1000 мм³, предел допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности $\pm[1,0+0,0004(100-V_T)]$ %, предел допускаемого СКО случайной составляющей основной относительной погрешности $\pm[0,8+0,0003(100-V_T)]$ %, где V_T – объем дозы, установленной на дозаторе переменного объема, мм³, или пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29169-91, 29228-91.

А.3.3 ГСО 7117-94.

А.3.4 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72. Вода дистиллированная. Технические условия.

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 аттестованных растворов нефтепродуктов в воде и вычислениям допускают лиц, имеющих квалификацию инженера-химика или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

А.6 Условия приготовления аттестованных растворов нефтепродуктов в воде

А.6.1 Приготовление аттестованных растворов нефтепродуктов в воде 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, %

А.6.2 Приготовленные аттестованные растворы нефтепродуктов в воде следует хранить в колбах с хорошо притертыми пробками при температуре 20 ± 2 °С, вдали от прямых солнечных лучей. Растворы нефтепродуктов в воде устойчивы в течение 2 недель.

А.7 Приготовление аттестованных растворов нефтепродуктов в воде

Приготовить основной раствор нефтепродуктов в воде с концентрацией 1000 мг/л. Для этого поместить 100 таблеток ГСО 7117-94, содержащих по 5 мг нефтепродуктов, в мерную колбу объемом 500 мл и разбавить дистиллированной водой до метки. Заткнуть колбу пробкой и перемешать содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный раствор имеет концентрацию нефтепродуктов 1000 мг/л.

Из раствора с концентрацией нефтепродуктов в воде 1000 мг/л отобрать аликвоту в 250 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 нефтепродуктов 500 мг/л.

Из раствора с концентрацией нефтепродуктов в воде 500 мг/л отобрать аликвоты в 100 мл; 50 мл, 25 мл, 10 мл и 0,5 мл и переносят 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 мг/л, 50 мг/л, 25 мг/л, 10 мг/л и 0,5 мг/л соответственно.

А.8 Оценка метрологических характеристик аттестованных растворов нефтепродуктов в воде

А.8.1 Значения пределов абсолютной погрешности аттестованного значения массовой концентрации нефтепродуктов (ΔA) в аттестованных растворах, рассчитывают по формуле (1):

$$\Delta A = (\delta \cdot X)/100 \quad (1)$$

где δ - относительная погрешность приготовления аттестованных растворов, рассчитываемая по формуле (2):

X - концентрация приготовленных растворов;

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

А.8.2 Относительная погрешность приготовления аттестованных растворов рассчитывается по формулам 3 и 4:

$$\delta_1 = (\Delta V_k / V_k) \cdot 100, \% \quad (3)$$

$$\delta_2 = (\Delta V_d / V_d) \cdot 100, \% \quad (4)$$

где ΔV_k – погрешность измерений объема мерной колбы, (берется в соответствии с ГОСТ 1770-74);

V_k - объем мерной колбы, см³;

ΔV_d - погрешность измерений объема 1-канального механического дозатора (п. А3.2);

V_d - объем дозирования 1-канального механического дозатора, мм³.

А.9 Оформление результатов

А.9.1 Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленных аттестованных растворов нефтепродуктов в воде приведены в таблице 1.1.

Таблица 1.1

№ аттестованного раствора	Концентрация раствора, мг/л	Абсолютная погрешность аттестованного значения растворов нефтепродуктов в воде, ΔA , мг/л
1	0,5	
2	10	
3	25	
4	50	

5	100	
6	500	
7	1000	

