

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

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



А.Н. Пронин

10 октября 2017 г.

Анализаторы содержания нефтепродуктов в воде MOD-C-4000

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-2136-2017

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


_____ А.В. Колобова


_____ Ст. научный сотрудник
А.Б. Копыльцова

Санкт-Петербург

2017

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы содержания нефтепродуктов в воде MOD-C-4000 фирмы «MODCON Systems Ltd.», Израиль (далее «анализаторы») и устанавливает методы и средства их первичной поверки при ввозе в страну, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.
Интервал между поверками – 1 год.

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

Допускается проведение поверки анализатора в рабочем диапазоне измерений в соответствии с заявлением владельца анализатора, с обязательным указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

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/дм 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.

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 18 до 22
- атмосферное давление, кПа от 96 до 104
- относительная влажность воздуха, % не более 95

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 анализаторов MOD-C-400 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 Таблиц 3 и 4.

Таблица 3 - приготовление КР для анализатора с датчиком MOD-45, MOD-46 с ячейкой d=160 мм

№ контр. раствора	Объем ГСО 8654-2005 или КР, см ³	Объем смеси, см ³	Массовая концентрация н/продукта в растворе С, мг/дм ³
0	ГСО 8654-2005: 3,0	100	150,0
1	КР «0»: 20,0	200	15,0
2	ГСО 8654-2005: 0,4	200	10,0
3	ГСО 8654-2005: 0,2	200	5,0
4	КР «0»: 2,0	200	1,5
5	КР «2»: 20,0	200	1,0
6	КР «2»: 4,0	200	0,2

Таблица 4 - приготовление КР для анализатора с датчиком MOD-45, MOD-46 и MOD-T16 с ячейкой d=20 мм

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

Результат проверки соответствия программного обеспечения считают положительным, если номер версии соответствует указанному в таблице 5.

Таблица 5

Наименование ПО	Номер версии ПО
MOD-C-4000	Не ниже C5

7.4. Определение метрологических характеристик.

7.4.1. Определение относительной погрешности анализатора при первичной поверке проводят по КР таблиц 3 и 4, выбирая КР, соответствующие типу датчика и размеру ячейки. Для первичной поверки используют не менее 3 КР в диапазоне калибровки анализатора. При периодических поверках используют не менее двух КР в рабочем диапазоне.

7.4.1.1. Заполнение ячейки датчика и корректировка нуля.

- 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.

7.4.1.2. Заполнить ячейку датчика контрольным раствором, начиная с раствора с наименьшей концентрацией нефтепродукта.

- 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 измерению 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.

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

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

где

C_{ij} – результат j-ого измерения массовой доли нефтепродуктов в i-ом КР, мг/дм³;

C_{iaa} – значение массовой концентрации нефтепродуктов в i-ом КР по Таблицам 3 или 4, мг/дм³.

7.4.3. Анализатор считается выдержавшим поверку, 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 характеристики для датчиков		
	MOD-A45/A46 d 160	MOD-A45/A46 d20	MOD-T-16-N
Пределы допускаемой относительной погрешности, %			
- диапазон от 0,2 до 2,0 мг/дм ³	±30	-	-
- диапазон св. 2,0 до 15 мг/дм ³	±10	-	-
- диапазон от 1, 0 до 15,0 мг/дм ³	-	±30	±30
- диапазон св. 15,0 до 150 мг/дм ³	-	±10	±10

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 инструкции, признается годным. Положительные результаты оформляются свидетельством о его поверке установленной формы в соответствии с приказом 1815 от 2 июля 2015 г. Министерства промышленности торговли РФ.

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 MOD-C-4000

Зав. Номер _____

Дата выпуска _____

Представлен _____

Поверка проводится согласно документу МП 242-2136-2017 «Анализаторы нефтепродуктов в воде MOD-C-4000. Методика поверки», утвержденному ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» 31 октября 2017 г.

Условия поверки:

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

Средства поверки:

Результаты определения относительной погрешности анализатора

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.

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 таблиц 3 и 4.