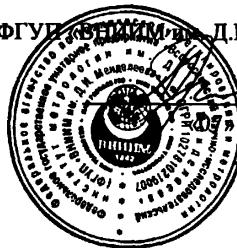


**Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**

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



А.Н. Пронин
29 октября 2019 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

КОНЦЕНТРАТОМЕРЫ ЭКРОС-5700

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 242-2329-2019**

Зам. руководителя отдела Госстандартов
в области физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



A.B. Колобова



Ст. научный сотрудник
А.Б. Копытцева

Санкт-Петербург
2019 г.

Оглавление

| | |
|---|-----------|
| Введение | 3 |
| 1 Операции поверки..... | 3 |
| 2 Средства поверки | 3 |
| 3 Условия поверки и подготовка к ней | 5 |
| 4 Требования безопасности..... | 5 |
| 5 Требования к квалификации поверителей..... | 5 |
| 6 Проведение поверки | 5 |
| 7 Оформление результатов поверки..... | 7 |
| 8 Приготовление поверочных растворов | 8 |
| Приложение А. Форма протокола поверки (рекомендуемая)..... | 11 |

ВВЕДЕНИЕ

Настоящая методика поверки распространяется на концентратомеры ЭКРОС-5700 (в дальнейшем - концентратомеры) и устанавливает методы и средства их первичной поверки при выпуске и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

| № | Наименование операции | Номер пункта методики | Обязательность проведения | |
|---|--|-----------------------|---------------------------|-------------------------|
| | | | первичная | в процессе эксплуатации |
| 1 | Внешний осмотр, проверка комплектности | 6.1 | Да | Да |
| 2 | Опробование | 6.2 | Да | Да |
| 3 | Подтверждение соответствия программного обеспечения | 6.3 | Да | Да |
| 4 | Определение метрологических характеристик: диапазона измерений, абсолютной погрешности | 6.4 | Да | Да |

Методикой поверки предусмотрена возможность проведения поверки для меньшего числа измеряемых величин в соответствии с заявлением владельца.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. Стандартные образцы состава нефтепродуктов, жиров и НПАВ, а также реагенты и материалы, указанные в Таблице 2. Метрологические характеристики СО приведены в таблице 3.

2.2. Средства измерений параметров окружающей среды.

Таблица 2. Средства поверки

| № | Наименование средства измерений, стандартного образца или вспомогательного средства поверки. | Номер документа, требования к СИ, основные технические и (или) метрологические характеристики |
|---|--|---|
| | | |
| 1 | СО состава раствора нефтепродуктов в четыреххлористом углероде | ГСО 7248-96 или ГСО 7822-2000 |

| | | |
|---|--|---|
| 2 | СО состава смеси триглицеридов жирных кислот | ГСО 9437-2009 |
| 3 | СО состава раствора неонола АФ 9-12 в тетрахлорметане (НПАВ) | ГСО 10067-2012 |
| 4 | Четыреххлористый углерод (тетрахлорметан) марки Х.Ч. «Для экстракции из водных сред» (ЭВС) | ГОСТ 20288 / х.ч. для эвс ТУ 2631-027-44493179 |
| 5 | Пипетки 1-2-1-1, 1-2-1-5, 1-2-1-10, 1-2-1-25 | ГОСТ 29227-91 |
| 6 | Весы | класса точности I, 210 г, по ГОСТ OIML R-76-1-2011 |
| 7 | Колбы мерные 2-100-2 | ГОСТ 1770-74 |
| 8 | Воронка лабораторная | ГОСТ 25336-82 |

Таблица 3. Метрологические характеристики СО

| Номер СО | Наименование СО | Аттестованная характеристика | Аттестованное значение | Погрешность аттестации |
|----------------|---|--|------------------------|-------------------------------------|
| ГСО 7248-96 | СО состава раствора нефтепродуктов (углеводородов) в четыреххлористом углероде | Массовая концентрация углеводородов, мг/см ³ | 50,0 | Абсолютная ± 0,2 мг/см ³ |
| ГСО 7822-2000 | СО состава раствора нефтепродуктов (углеводородов) в четыреххлористом углероде (НП-Сиб) | Масса нефтепродуктов, мг | 50,0 | ± 0,25 мг |
| ГСО 9437-2009 | СО состава смеси триглицеридов жирных кислот | Массовая доля суммы триглицеридов ж/кислот, % | не менее 99,0 | Абсолютная ± 0,4 % |
| ГСО 10067-2012 | СО состава раствора неонола АФ 9-12 в тетрахлорметане | Массовая концентрация неиногенного ПАВ в тетрахлорметане, мг/см ³ | 50,0 | Относительная ±1 % |

2.4. Проверочные растворы готовят разбавление ГСО в экстрагенте в соответствии с рекомендациями таблицы 1 Приложения 1.

2.5. Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью, допущенных к применению в установленном порядке.

3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

Таблица 4 – Условия поверки

| | |
|---------------------------------|------------------|
| Температура окружающего воздуха | от 10 до 35 °C |
| Атмосферное давление | от 84 до 107 кПа |
| Относительная влажность | не более 80 % |
| Время прогрева концентратомера | 1 ч |

3.2. Установка и подготовка концентратомера к поверке, включение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении измерений, осуществляется в соответствии с руководством по эксплуатации (РЭ).

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в эксплуатационных документах на концентратомер.

4.2. Работа с концентратомером должна производиться в помещении, оборудованном вытяжной вентиляцией. Подготовка экстрагента, приготовление растворов и заполнение кюветы должны осуществляться только в вытяжном шкафу.

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

К проведению измерений по поверке допускаются лица:

- имеющие опыт работы с электронными средствами измерений;
- изучившие эксплуатационную документацию на концентратомер ЭКРОС-5700, и настоящую методику поверки;
- для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие в поверке оператора, обслуживающего концентратометр, или сервис-инженера (под контролем поверителя).

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра проверяют:

- отсутствие механических повреждений;
- соответствие концентратометра комплектности, приведенной в РЭ;
- наличие на концентратометре обозначения и заводского номера и соответствие маркировки прибора РЭ.

Концентратометр считается выдержавшим проверку по п 6.1, если он соответствует всем перечисленным требованиям.

6.2. Определение метрологических характеристик.

6.2.1. Определение абсолютной погрешности концентратомера проводится с использованием поверочных растворов, приготовленных в соответствии таблицей 1 Приложения 1 настоящей методики. Тип компонентов поверочных растворов (нефтепродукты, жиры, ПАВ), применяемых при поверке, определяется диапазоном измерений конкретного экземпляра концентратомера, указанном в его паспорте. Количество используемых поверочных растворов: при первичной поверке используется не менее пяти поверочных растворов в каждом диапазоне измерений, значения массовой концентрации которых равномерно распределены по диапазону, при периодической – не менее трех.

6.2.2. Перед началом измерений необходимо подготовить концентратомер и рабочее место согласно пункту 8 РЭ «Ввод в эксплуатацию и включение концентратомера». Калибровку в режиме «0-100» и измерения проводят в соответствии с пунктом 9 «Подготовка к работе, калибровка и проведение измерений» РЭ. Проводят по два измерения массовой концентрации компонента в каждом поверочном растворе. Измерения проводят в порядке возрастания массовой концентрации компонента в растворе.

6.2.3. Рассчитывают значение абсолютной погрешности концентратомера (Δ) для каждого измерения каждого поверочного раствора каждого компонента по формуле (1).

$$\Delta = C_{attm} - C_{izm} \quad (1)$$

где:

C_{attm} – аттестованное значение массовой концентрации компонента в поверочном растворе, мг/дм³;

C_{izm} – результаты измерений, мг/дм³.

6.2.4. Результаты определения абсолютной погрешности концентратометра признаются положительными, если значение Δ в каждом поверочном растворе каждого компонента не превышает пределов допускаемой абсолютной погрешности, указанных в таблице 5.

Таблица 5 - Метрологические характеристики

| Наименование характеристики | Значение |
|--|---|
| Пределы допускаемой абсолютной погрешности концентратометра при измерений массовой концентрации нефтепродуктов, мг/дм ³ | $\pm (0,5 + 0,04 \cdot K)$ где К – массовая концентрация нефтепродукта, мг/дм ³ |
| Пределы допускаемой абсолютной погрешности концентратометра при измерений массовой концентрации жиров, мг/дм ³ | $\pm (0,5 + 0,04 \cdot K)$ где К – массовая концентрация жиров, мг/дм ³ |
| Пределы допускаемой абсолютной погрешности концентратометра при измерений массовой концентрации НПАВ, мг/дм ³ | $\pm (1,0 + 0,04 \cdot K)$ где К – массовая концентрация НПАВ, мг/дм ³ |

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. При проведении поверки концентратомера составляется протокол по форме Приложения 2 (рекомендуемое).

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

7.3. На концентратометр, признанный негодным к эксплуатации, выписывается извещение о непригодности с указанием причин.

7.4. Знак поверки наносится на свидетельство.

ПРИГОТОВЛЕНИЕ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

1. Приготовление контрольных растворов проводится согласно приложению к паспорту СО разбавлением стандартных образцов по объему в экстрагенте: четыреххлористом углероде (тетрахлорметан, CCl_4) или тетрахлорэтилене (C_2Cl_6) в зависимости от того, какой из них использовался при градуировке.

2. Процедура приготовления включает в себя три этапа:

- подготовка посуды и реагентов;
- приготовление основного раствора разбавлением стандартного образца для каждого из компонентов;
- приготовление контрольных растворов объемным разбавлением основного раствора.

3. Подготовка посуды и реагентов.

При подготовке, помимо мытья посуды с детергентом, многократного ополаскивания водой и дистиллированной водой и сушки, проводят двукратное ополаскивание сухой посуды небольшим количеством экстрагента непосредственно перед приготовлением растворов. Мерные колбы должны иметь плотно притертые стеклянные или фторопластовые пробки. Использование смазок на шлифах не допускается. Использование дозаторов с пластиковыми наконечниками не допускается.

4. Приготовление основного раствора.

4.1. Приготовление основного раствора нефтепродуктов в экстрагенте. В мерную колбу вместимостью 100 cm^3 наливают экстрагент приблизительно 1/3 объема (30-40 cm^3). Вскрывают ампулу ГСО 7248-96 МСО 0186:2000, с концентрацией 50 мг/ cm^3 . Пипеткой переносят в колбу 1 cm^3 стандартного образца, содержимое перемешивают, объем доводят до метки экстрагентом и готовый раствор снова перемешивают. В случае ГСО 7822-2000 в колбу количественно переносят содержимое одной ампулы, объем доводят до метки экстрагентом и перемешивают. Массовая концентрация нефтепродуктов основном растворе $C_n = 500 \text{ мг}/\text{дм}^3$.

4.2. Приготовление раствора смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) в экстрагенте. Вскрывают ампулу ГСО 9437-2009. Берут навеску m от 99,5 до 100,5 мг стандартного образца и количественно переносят ее (смывая экстрагентом) в пустую мерную колбу вместимостью 200 dm^3 . Добавляют экстрагент до полного растворения ГСО, объем доводят экстрагентом до метки; содержимое снова перемешивают. Массовую концентрацию жиров в основном растворе рассчитывают по формуле (1):

$$C_x = A_{osn} * m / 20 \quad (\approx 500 \text{ мг}/\text{дм}^3) \quad (1),$$

где- $A_{\text{осн}}$ – содержание основного вещества в ГСО, %; m – навеска, мг.

4.3. Приготовление раствора состава раствора неонола АФ (НПАВ) в экстрагенте. В мерную колбу вместимостью 100 дм³ наливают экстрагент приблизительно до 1/3 объема (30-40 см³). Вскрывают ампулу ГСО 10067-2012, с массовой концентрацией компонента $C_{\text{атт}}$ (от 49,5 до 50,5 мг/см³). Пипеткой переносят в колбу 1 см³ стандартного образца, содержимое перемешивают, объем доводят экстрагентом до метки, готовый раствор снова перемешивают. Массовую концентрацию НПАВ в основном растворе рассчитывают по формуле (2):

$$C_{\text{НПАВ}} = 10 * C_{\text{атт}} \quad (\text{от } 495 \text{ до } 505 \text{ мг/дм}^3).$$

5. Приготовление контрольных растворов.

Контрольные растворы нефтепродуктов готовят в соответствии с таблицей 5 в колбах вместимостью 100 см³.

Таблица 5. Приготовление контрольных растворов нефтепродуктов.

| № | Объем основного раствора $V_{\text{осн}}$, см ³ | Массовая концентрация компонента, мг/дм ³ | Границы относительной погрешности приготовления КР, % |
|---|---|--|---|
| 1 | 20,0 | 100 | ± 0,5 |
| 2 | 10,0 | 50,0 | ± 0,5 |
| 3 | 5,0 | 25,0 | ± 0,5 |
| 4 | 2,0 | 10,0 | ± 0,5 |
| 5 | 1,0 | 5,0 | ± 0,5 |
| | Объем раствора №1, см ³ | - | - |
| 6 | 2,0 | 2,0 | ± 0,7 |
| 7 | 1,0 | 1,0 | ± 0,7 |

Для приготовления КР остальных компонентов используют пропорции, указанные в таблице 5.

Массовую концентрацию компонента в КР №1 – 5 ($C_{i\text{КР}}$) рассчитывают по формулам (3,4):

$$*C_{i\text{КР}} = C_{ж} * V_{\text{осн}} / 100 \quad (3)$$

$$\text{НПАВ} C_{i\text{КР}} = C_{\text{НПАВ}} * V_{\text{осн}} / 100 \quad (4),$$

где $C_{ж}$ и $C_{\text{НПАВ}}$ – массовая концентрация жиров или НПАВ в основном растворе, мг/дм³; $V_{\text{осн}}$ – объем основного раствора, см³.

Массовую концентрацию компонента в КР №6,7 (С_{КР}) рассчитывают по формулам (5,6):

$$*C_{iKP} = \frac{Nel}{Nel} C_x * V_{Nel} / 100 \quad (5)$$

$$Nel C_{iKP} = \frac{Nel}{Nel} C_{НПАВ} * V_{Nel} / 100 \quad (6),$$

Где $\frac{Nel}{Nel} C_x$ и $\frac{Nel}{Nel} C_{НПАВ}$ - массовая концентрация жиров или НПАВ в КР №1, мг/дм³; V_{Nel} – объем КР №1, см³.

Таблица 6. Границы относительной погрешности приготовления КР жиров и НПАВ

| № | Границы относительной погрешности приготовления КР жиров, % | Границы относительной погрешности приготовления КР НПАВ, % |
|---|---|--|
| 1 | ± 0,6 | ± 1,3 |
| 2 | ± 0,6 | ± 1,3 |
| 3 | ± 0,6 | ± 1,3 |
| 4 | ± 0,6 | ± 1,3 |
| 5 | ± 0,6 | ± 1,3 |
| 6 | ± 0,8 | ± 1,5 |
| 7 | ± 0,8 | ± 1,5 |

**ПРИЛОЖЕНИЕ 2
(РЕКОМЕНДУЕМОЕ)**

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ (РЕКОМЕНДУЕМАЯ)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Концентратомеры нефтепродуктов в сточных водах ЭКРОС-5700

Заводской номер _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Проверка проведена по методике поверки МП 242-2329-2019 «Концентратомеры ЭКРОС-5700

Методика поверки», утвержденной ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» 07.10.2019 г.

УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

Температура окружающего воздуха, °C _____

Относительная влажность окружающего воздуха, % _____

Средства поверки (с указанием погрешности и срока годности) _____

Результаты подтверждения соответствия ПО. Версия ПО

Диапазон измерений:

| Наименование характеристики | Допускаемое значение по ТД | Фактическое (максимальное значение) |
|--|----------------------------|-------------------------------------|
| Диапазон измерений массовой концентрации нефтепродуктов в экстрактах, мг/дм ³ | от 0 до 100 | |
| Диапазон измерений массовой концентрации жиров в экстрактах ¹⁾ , мг/дм ³ | от 0 до 100 | |
| Диапазон измерений массовой концентрации НПАВ в экстрактах ¹⁾ , мг/дм ³ | от 0 до 100 | |

Результаты определения метрологических характеристик

| Наименование типа определяемого вещества в растворе | Концентрация контрольного раствора, мг/дм ³ | Пределы допускаемой абсолютной погрешности, мг/дм ³ | Δ Разность между измеренным и аттестованным значением |
|--|--|--|--|
| Контрольные растворы нефтепродуктов в четыреххлористом углероде | 1,0 | ± 0,5 | |
| | 2,0 | ± 0,6 | |
| | 5,0 | ± 0,7 | |
| | 10,0 | ± 0,9 | |
| | 25,0 | ± 1,5 | |
| | 50,0 | ± 2,5 | |
| | 100,0 | ± 4,5 | |
| Контрольные растворы состава смеси триглицеридов жирных кислот | 1,0 | ± 0,5 | |
| | 2,0 | ± 0,6 | |
| | 5,0 | ± 0,7 | |
| | 10,0 | ± 0,9 | |
| | 25,0 | ± 1,5 | |
| | 50,0 | ± 2,5 | |
| | 100,0 | ± 4,5 | |
| Контрольные растворы состава раствора неонола АФ 9-12 в тетрахлорметане (НПАВ) | 1,0 | ± 1,0 | |
| | 2,0 | ± 1,1 | |
| | 5,0 | ± 1,2 | |
| | 10,0 | ± 1,4 | |
| | 25,0 | ± 2 | |
| | 50,0 | ± 3 | |
| | 100,0 | ± 5 | |

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПОВЕРКИ

Концентратомер ЭКРОС-5700 зав. номер _____ признан пригодным к применению/непригодным к применению.

Дата _____

Подпись поверителя