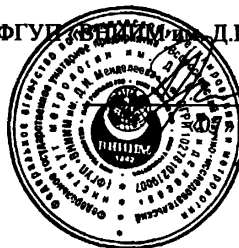


**Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**

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



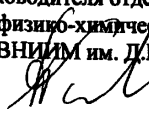
А.Н. Пронин
05 октября 2019 г.

Государственная система обеспечения единства измерений


КОНЦЕНТРАТОМЕРЫ ЭКРОС-5700

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 242-2329-2019

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


_____ **А.В. Колобова**

Ст. научный сотрудник


_____ **А.Б. Копыльцова**

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 концентраторы ЭКРОС-5700 (в дальнейшем - концентраторы) 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 НПВ, а также реактивы 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 неолола 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 неолола АФ 9-12 в тетрахлорметане	Массовая концентрация неиногенного ПАВ в тетрахлорметане, мг/см ³	50,0	Относительная ±1 %

2.4. Поверочные 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 °С
Атмосферное давление	от 84 до 107 кПа
Относительная влажность	не более 80 %
Время прогрева концентратора	1 ч

3.2. Установка и подготовка концентратора 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 концентратор.

4.2. Работа с концентратором 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 концентратор ЭКРОС-5700, и настоящую методику поверки;
- для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие в поверке оператора, обслуживающего концентратор, 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 концентратометра 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 концентратометра, 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 концентратометр и рабочее место согласно пункту 8 РЭ «Ввод в эксплуатацию и включение концентратометр». 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 концентратометра (Δ) для каждого измерения каждого поверочного раствора каждого компонента по формуле (1).

$$\Delta = C_{att} - C_{изм} \quad (1)$$

где:

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

$C_{изм}$ – 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 K – 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 K – массовая концентрация жиров, мг/дм ³
Пределы допускаемой абсолютной погрешности концентратометра при измерений массовой концентрации НП АВ, мг/дм ³	$\pm (1,0 + 0,04 \cdot K)$ где K – массовая концентрация НП АВ, мг/дм ³

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

7.2. Концентратометр, 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 реактивов;
- приготовление основного раствора разбавлением стандартного образца для каждого из компонентов;
- приготовление контрольных растворов объемным разбавлением основного раствора.

3. Подготовка посуды и реактивов.

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 mg/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 в основном растворе $C_n = 500 \text{ mg}/\text{dm}^3$.

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 (смыывая 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):

$$C_{\text{ж}} = A_{\text{ожн}} \cdot m / 20 \quad (\approx 500 \text{ mg}/\text{dm}^3) \quad (1),$$

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). Вскрываю 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):

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

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 ($C_{\text{КР}}$) рассчитывают по формулам (3,4):

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

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

где $C_{\text{ж}}$ 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):

$$*C_{iКР} = {}^{№1}C_{ж} * V_{№1}/100 \quad (5)$$

$$НПАВ C_{iКР} = {}^{№1}C_{НПАВ} * V_{№1}/100 \quad (6),$$

Где ${}^{№1}C_{ж}$ и ${}^{№1}C_{НПАВ}$ - массовая концентрация жиров или НПАВ в КР №1, мг/дм³; $V_{№1}$ – 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

Концентраторы нефтепродуктов в сточных водах ЭКРОС-5700

Заводской номер _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Поверка проведена по методике поверки МП 242-2329-2019 «Концентраторы 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 НП АВ 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 неопнола 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