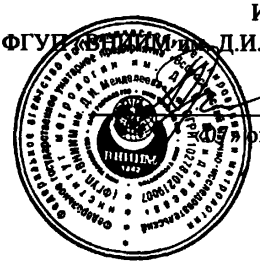
Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

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



А.Н. Пронин
«01» 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.

gost.e-ecolog.ru

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 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 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. 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 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 концентратомер». 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).

$$\Delta = C_{атт} - C_{изм} \qquad (1)$$

где:

$C_{атт}$ – аттестованное значение массовой концентрации компонента в поверочном растворе, мг/дм^3;

$C_{изм}$ – результаты измерений, мг/дм^3.

6.2.4. Результаты определения абсолютной погрешности концентратомера 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	± (0,5 + 0,04·К) где К – массовая концентрация нефтепродукта, мг/дм^3
Пределы допускаемой абсолютной погрешности концентратометра при измерений массовой концентрации жиров, мг/дм^3	± (0,5 + 0,04·К) где К – массовая концентрация жиров, мг/дм^3
Пределы допускаемой абсолютной погрешности концентратометра при измерений массовой концентрации НПАВ, мг/дм^3	± (1,0 + 0,04·К) 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.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

(ОБЯЗАТЕЛЬНОЕ)

Приложение 1 (обязательное)

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 $см^3$ наливают экстрагент приблизительно 1/3 объема (30-40 $см^3$). Вскрывают ампулу ГСО 7248-96 МСО 0186:2000, с концентрацией 50 $мг/см^3$. Пипеткой переносят в колбу 1 $см^3$ 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 $С_н$ = 500 $мг/дм^3$.

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 $дм^3$. Добавляют экстрагент до полного растворения ГСО, объем доводят экстрагентом до метки; содержимое снова перемешивают. Массовую концентрацию жиров в основном растворе рассчитывают по формуле (1):

$$С_ж = А_{осн} * m / 20 \quad (\approx 500 \text{ мг/дм}^3) \qquad (1),$$

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

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

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

5. Приготовление контрольных растворов.
Контрольные растворы нефтепродуктов готовят в соответствии с таблицей 5 в колбах вместимостью 100 $см^3$.

Таблица 5. Приготовление контрольных растворов нефтепродуктов.

№	Объем основного раствора $V_{осн}$, $см^3$	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 ($С_{iКР}$) рассчитывают по формулам (3,4):

$$^{ж}С_{iКР} = С_{ж}* V_{осн}/100 \qquad (3)$$

$$^{НПАВ}С_{iКР} = С_{НПАВ}* V_{осн}/100 \qquad (4),$$

где $С_{ж}$ и $С_{НПАВ}$ – массовая концентрация жиров или НПАВ в основном растворе, $мг/дм^3$; $V_{осн}$ – объем основного раствора, $см^3$.

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

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

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

Где ${}^{№1}C_{ж}$ и ${}^{№1}C_{НПАВ}$ - массовая концентрация жиров или НПАВ в КР №1, мг/дм^3; $V_{№1}$ – объем КР №1, см^3.

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 _____

Поверка 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, °С _____

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

gost.e-ecolog.ru