

УТВЕРЖДАЮ  
Руководитель ГЦИ СИ ФГУП  
«ВНИИИМ им. Д.И. Менделеева»  
Н.И. Ханов  
«11» сентября 2014 г.



Анализаторы содержания нефтепродуктов в воде промышленные OilGuard 2

## МЕТОДИКА ПОВЕРКИ


МП-242-1749-2014

№ 61266-15

Руководитель отдела  
ГЦИ СИ «ВНИИИМ им.Д.И.Менделеева»

 Л.А.Конопелько

Ведущий научный сотрудник

 Б.П. Тарасов

Старший научный сотрудник

 А.Б. Копыльцова

Санкт-Петербург

2014

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы содержания нефтепродуктов в воде промышленные OilGuard 2 (далее «анализатор») 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

## 2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. Государственный стандартный образец состава раствора нефтепродуктов в водорастворимой матрице ГСО 8654-2005 НВМ-9-ЭК.

Метрологические характеристики ГСО приведены в Таблице 2. СО представляют собой растворы масла промышленного марки И-40А в диметилформамиде. Расфасованы в стеклянные ампулы. Согласно инструкции по применению ГСО для приготовления раствора нефтепродукта в воде отбирают аликвоту ГСО и растворяют ее в заданном объеме воды дистиллированной. При этом диметилформамид образует с водой истинный раствор, а нефтепродукт – эмульсию.

Метрологические характеристики ГСО приведены в Таблице 2.

Таблица 2

№ п/п	№ стандартного образца	Аттестованное значение массовой концентрации нефтепродуктов в растворе, мг/см <sup>3</sup>	Относительная погрешность ±δ, %, не более
1.	ГСО 8654-2005 НВМ-9- ЭК	5,0	0,5

2.2. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2.3. Пипетки мерные 2 кл точности по ГОСТ 29288-91 вместимостью 20,0; 10,0; 5,0; 1,0.

2.4. Колбы мерные вместимостью 100, 250, 500, 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770-74.

2.5. Воронка стеклянная по ГОСТ 25336-82, тип В, модель не менее В-75-110 ХС.

2.6. Баня-термостат любой марки; диапазон температур от комнатной до 100 °С, погрешность поддержания температуры не более ± 1,0 °С.

2.7. Приготовление поверочных смесей – водных растворов ГСО 8654-2005 в диапазоне содержаний нефтепродуктов от 1 до 1000 мг/дм<sup>3</sup>.

Приготовление контрольных растворов производится согласно «Инструкции по применению СО НВМ-9-ЭК» растворением ГСО состава нефтепродуктов в водорастворимой матрице в дистиллированной воде при температуре  $(20 \pm 2)$  °С. Рекомендуемые соотношения объемов СО и воды дистиллированной приведены в Таблице 3.

Таблица 3.

№ контрольного раствора	Аликвота СО, см <sup>3</sup>	Объем контрольного раствора ГСО, см <sup>3</sup>	Массовая концентрация н/продукта в растворе С, мг/дм <sup>3</sup>	Относительная погрешность Приготовления контрольных растворов, %
1	20	100	1000	1,0
2	10	100	500	1,0
3	5,0	250	100	1,0
4	1,0	500	10	1,0
5	1,0 Раствора №1	1000	1,0	1,5
6	0,0	-	Отс	Холостая проба

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 на анализаторы.

### 4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С 15...25
- атмосферное давление, кПа 90,6...104,8
- относительная влажность воздуха, % 30...80
- питание - сети переменного тока
  - напряжением, В 187...232
  - частотой, Гц 49...51

### 5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Перед проведением поверки отключить анализатор от анализируемого потока; отсоединить линии подачи пробы от входной и выходной линий подачи пробы. Проточную ячейку анализатора следует очистить от загрязнения с помощью моющих средств, многократно промыть чистой дистиллированной водой.

5.2. Установка и подготовка анализатора к работе осуществляется в соответствии с эксплуатационной документацией.

5.3. Включить питание прибора и прогреть его в течение не менее 2 часов.

5.4. Подготовить растворы ГСО, применяемые при поверке (таблица 3) – не менее трех контрольных растворов в начале, середине и конце диапазона измерений анализатора.

5.5. При периодической поверке, во избежание отравления ячейки анализатора концентрированными контрольными растворами допускается проводить поверку в рабочем диапазоне анализатора (например от 1,0 до 100 мг/дм<sup>3</sup>). При этом поверочные смеси выбираются таким образом, чтобы расчетная массовая концентрация нефтепродуктов в них находилась в начале, середине и конце рабочего диапазона.

## 6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

### 6.1. Внешний осмотр, проверка комплектности.

При проведении внешнего осмотра проверяют:

- отсутствие механических повреждений;
- соответствие прибора комплектности, приведенной в Руководстве по эксплуатации.
- чистоту проточной ячейки, в которой проводятся измерения;

### 6.2. Опробование.

Опробование проводится в автоматическом режиме. Анализатор считается прошедшим опробование, если после включения питания анализатор проходит все внутренние тесты и на дисплее появляется окно с главным меню программы управления. После включения, подготовки прогрева и тестирования прибор автоматически переходит в режим ожидания.

6.3. Подтверждение соответствия программного обеспечения проводится визуально. Входят в меню анализатора, в пункте «Menu\System Info» на странице 1/3 в пункте «Software ver.» отображается номер версии ПО (таблица 4).

Результат проверки соответствия программного обеспечения считают положительным, если номер версии соответствует указанному в таблице 4.

Таблица 4

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	SiPho322.uc3
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 322

### 6.4. Определение метрологических характеристик.

#### 6.4.1. Порядок действий при проведении поверки на анализаторе.

6.4.1.1. Контрольный раствор заливается в проточную ячейку анализатора через воронку, начиная с раствора 6 (холостая проба) таблицы 3. Визуально, через прозрачное окно ячейки убедиться, что поток свободно протекает через ячейку, ячейка заполнена без воздушных пузырей и жидкость не скапливается в дренажном отводе (см рисунок 1).

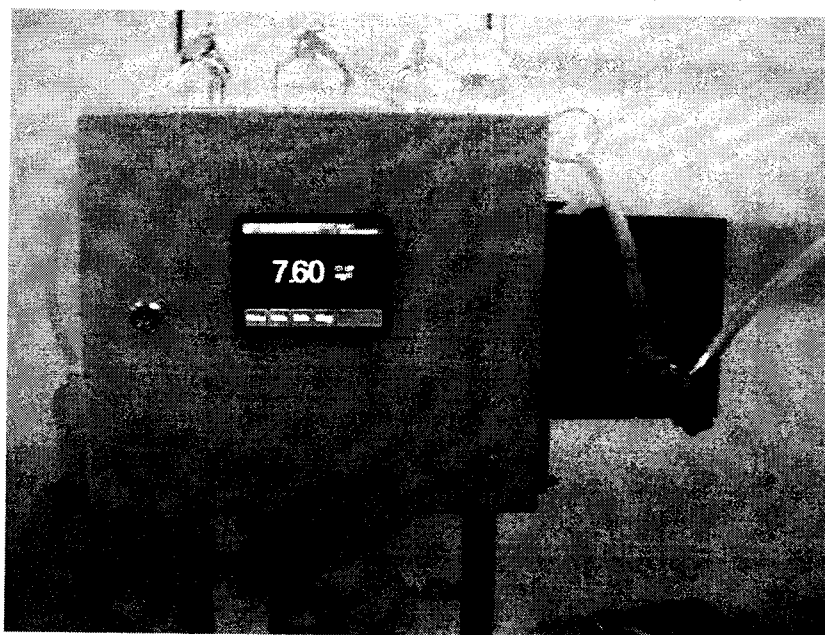


Рисунок 1. Заполнение проточной ячейки анализатора контрольным раствором и измерение показателя.

Если показание анализатора для холостой пробы (№6 по таблице 3 - дистиллированная вода) превышает по абсолютной величине 0,5 мг/дм<sup>3</sup>, то ячейку считают недостаточно чистой и проводят дополнительную ее очистку согласно рекомендациям производителя («Руководства пользователя»). Показание для холостой пробы принимают за нуль (по процедуре обнуления в ПО анализатора).

6.4.1.2. Проведите измерение содержания нефтепродуктов в поверочном растворе, начиная с холостого раствора и не менее, чем в трех контрольных растворах в начале, середине и конце рабочего диапазона, начиная с раствора с наименьшей массовой концентрацией (например, №5, затем №3 и №1 по таблице 3). Для каждого i-го раствора проведите не менее двух последовательных измерений ( $C_{i1}$  и  $C_{i2}$ ). После проведения измерений с i-ым контрольным раствором содержимое ячейки сливают в сливную емкость и промывают следующим контрольным раствором (i+1).

Если возникла необходимость повторного измерения менее концентрированного контрольного раствора после более концентрированного, то промойте ячейку током дистиллированной воды (на проток через вход на дренаж), затем потоком контрольного раствора и заполните ячейку этим раствором.

6.4.1.3. После проведения процедуры поверки промойте проточную ячейку струей дистиллированной воды и слейте ее через дренаж.

6.4.2. Определение относительной погрешности измерения содержаний нефтепродуктов. Относительную погрешность анализатора вычисляют по формуле (1).

$$\delta_i = \frac{|C_v - C_i|}{C_v} \times 100 \quad (1)$$

где:  $C_i$  - результат измерения содержания нефтепродуктов в i-ом контрольном растворе, мг/дм<sup>3</sup>;  $C_v$  - расчетное содержание нефтепродуктов в i-ом контрольном растворе по Таблице 3, мг/дм<sup>3</sup>.

Определение относительной погрешности проводят для каждого из двух последовательных измерений для каждого i-ого поверочного раствора.

6.4.3. Анализатор считается выдержавшим поверку, если значение относительной погрешности для каждого из двух последовательных определений каждого из поверочных растворов не превышает значений, указанных в Таблице 4.

Таблица 4.

Диапазон измеряемой массовой концентрации нефтепродуктов, мг/дм <sup>3</sup>	Пределы допускаемой относительной погрешности, %
от 1 до 20	± 30
св. 20 до 1000.	± 10

## 7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Положительные результаты поверки оформляются записью в формуляре и выпиской свидетельства о поверке

7.2. В случае отрицательных результатов выписывается извещение о непригодности с указанием конкретных результатов поверки.

## ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Наименование: анализатор содержания нефтепродуктов в воде промышленный OilGuard 2 Зав.  
номер \_\_\_\_\_  
Дата выпуска \_\_\_\_\_  
Представлен \_\_\_\_\_

Поверка проводится согласно документу МП-242-0965-2010 «Анализаторы содержания нефтепродуктов в воде промышленные OilGuard 2. Методика поверки», утвержденная ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» в сентябре 2014 г.

Условия поверки:

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

Средства поверки:

Таблица 1

Результат определения абсолютной погрешности анализатора

№ п/п	Массовая концентрация н/продукта в растворе, мг/дм <sup>3</sup>	Результат определения, мг/дм <sup>3</sup>	Относительная погрешность, %	Пределы допускаемой относительной погрешности, %

Относительная погрешность измерения не превышает норматива.

Заключение \_\_\_\_\_

Подпись поверителя \_\_\_\_\_

Дата \_\_\_\_\_