

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИИ ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»)**

СОГЛАСОВАНО

**Директор УНИИМ – филиал
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**

Е.П. Собина

2022 г.



**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
Анализаторы содержания нефти и нефтепродуктов в воде**

ТЕХНОТОС

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 120-241-2020

(с изменением №1)

Екатеринбург

2022

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** и.о. зав. лаб. 241 Голынец О.С.
- 3 СОГЛАСОВАНА** и.о. директора УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в декабре 2020 г.,
- 4 СОГЛАСОВАНА** с изменением №1 директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в декабре 2022 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы содержания нефти и нефтепродуктов в воде ТЕХНОТОС (далее - анализаторы) производства фирмы «Inov8 SystemsLtd.», Великобритания, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализаторов посредством использования поверенных средств измерений: весов, мерных пипеток и мерных колб через неразрывную цепь поверок в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерения массы, утвержденной приказом Росстандарта № 1622 от 04.07.2022 г., Государственной поверочной схемой для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости, утвержденной Приказом Росстандарта № 2356 от 26.09.2022 г. для средств измерения объема жидкости. Передача единицы осуществляется методом прямых измерений при проведении измерений стандартных образцов утвержденного типа.

1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в воде, мг/дм ³	от 0,1 до 10 000
Диапазон показаний массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в воде, мг/дм ³	от 0 до 20 000
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в воде, %, в поддиапазонах измерений, мг/дм ³	
от 0,1 до 1 включ.	± 10
св. 1 до 100 включ.	± 5
св. 100 до 1000 включ.	± 3
св. 1000 до 10000 включ.	± 3

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России № 2906 от 28.08.2020 г. «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений»

Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденные Приказом Минтруда России № 903н от 15.12.2020 г.

Приказ Росстандарта № 1622 от 04.07.2022 г. «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»

Приказ Росстандарта № 2356 от 26.09.2022 г. «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости»

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия (с Изменениями N 1-10)

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при поверке		Номер пункта методики поверки
	первичная	периодическая	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик - относительной погрешности измерений массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в воде - диапазона измерений массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в воде	да	да	11.1
Подтверждение соответствия метрологическим требованиям	да	да	11.2
			12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем необходимые операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, анализатор бракуется.

3.3 Допускается проведение периодической поверки анализаторов, используемых на
меньшем числе поддиапазонов измерений, на основании письменного заявления владельца
анализатора, оформленного в произвольной форме.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 25.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, прошедшие инструктаж и обученные работе с анализатором.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России № 903н от 15.12.2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

7 Метрологические и технические требования к средствам поверки

7.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 3:

Таблица 3 – Средства поверки и требования к ним

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Диапазон измерений температуры не менее требуемых по п. 4 Раствор нефтепродуктов в водорастворимой матрице с массовой концентрацией от 4,75 до 5,25 мг/см ³ с границами допускаемой относительной погрешности аттестованного значения 0,5 % (при Р=0,95)	гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04 Стандартный образец состава раствора нефтепродуктов в водорастворимой матрице НВМ-9-ЭК ГСО 8654-2005

Продолжение таблицы 3

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Раствор нефтепродуктов в водорастворимой матрице с массовой концентрацией от 4,75 до 5,25 мг/см ³ с границами допускаемой относительной погрешности аттестованного значения 0,5 % (при Р=0,95)	Стандартный образец состава раствора нефтепродуктов в водорастворимой матрице НВМ-9-ЭК ГСО 8654-2005
	Раствор нефтепродуктов в водорастворимой органической жидкости с массовой концентрацией от 0,05 до 10 мг/см ³ с границами допускаемой относительной погрешности аттестованного значения 0,5 % (при Р=0,95)	Стандартный образец массовой концентрации нефтепродуктов в водорастворимой органической жидкости (СО НВМ-ПА) ГСО 10317-2013
	Весы лабораторные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1, НмПВ 0,001 г, НПВ 220 г	весы лабораторные электронные LE225D рег. № 28158-04
	Вода дистиллированная	ГОСТ Р 58144-2018
	Колбы мерные номинальной вместимости 100 см ³	2 класс точности по ГОСТ 1770
	Пипетки градуированные и с одной меткой номинальной вместимости 25 см ³	2-го класса точности по ГОСТ 29227, ГОСТ 29169

7.2 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены. ГСО должны иметь действующие паспорта.

7.3 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающие требуемую точность и диапазон измерений.

8 Внешний осмотр

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре анализатора выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Анализатор подготовить к работе в соответствии с РЭ.

9.2 Подготовить стандартный образец (далее – ГСО), предусмотренный в качестве средства поверки, в соответствии с инструкциями по применению на ГСО.

9.3 Опробование

Включить анализатор и запустить пробную процедуру измерения одного из растворов, приготовленных по приложению А. Убедиться, что анализатор функционирует и результаты измерения выводятся на дисплей анализатора.

10 Проверка программного обеспечения

Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора.

Идентификационные данные ПО отображаются при обращении к соответствующему подпункту меню анализатора. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	ТЕХНОТОС
Номер версии ПО	не ниже 2.2.1.00000
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик

11.1 Проверка относительной погрешности измерений массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в воде

Проверку относительной погрешности измерений массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в воде провести с использованием ГСО, указанных в разделе 6, и аттестованных растворов, приготовленных по приложению А. При этом значения массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в приготовленных растворах должны находиться в начале и в конце каждого поддиапазона измерений анализатора.

После стабилизации показаний в течение трех минут выполнить не менее 10 измерений массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в растворах, приготовленных по приложению А.

11.2 Проверка диапазона измерений массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в воде

Проверку диапазона измерений массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в воде провести одновременно с определением погрешности по 11.1 (проводить измерения массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в воде в начале и в конце каждого поддиапазона измерений).

12 Подтверждение соответствия анализатора метрологическим требованиям

По результатам измерений для каждого раствора вычислить среднее арифметическое (\bar{X}_j) и относительную погрешность измерений (δ_j) по формулам:

$$\bar{X}_j = \frac{\sum_{i=1}^n X_{ij}}{n}, \quad (1)$$

$$\delta_j = \frac{\bar{X}_j - A_j}{A_j} \cdot 100, \quad (2)$$

где X_{ij} - результат i -го измерения массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в j -м растворе, мг/дм³;

n - число измерений;

A - аттестованное значение массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в ГСО или рассчитанное значение массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в j -м аттестованном растворе, приготовленном по приложению А, мг/дм³.

Полученные значения относительной погрешности и диапазона измерений массовой концентрации нефти и нефтепродуктов в воде должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 Положительные результаты с учетом объема проведенной поверки (при проведении поверки в сокращенном объеме на основании письменного заявления владельца анализатора) оформляют в соответствии с Приказом Минпромторга № 2510 от 31.07.2020 г.

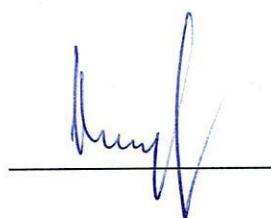
13.3 Нанесение знака поверки на анализатор и пломбирование анализатора не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодными к дальнейшей эксплуатации, и оформляют результаты в соответствии с Приказом Минпромторга № 2510 от 31.07.2020 г.

13.5 Сведения о проведенной поверке передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга № 2906 от 28.08.2020 г.

И.о.зав. лаб. 241

**УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ
им. Д.И. Менделеева»**



О.С. Голынец

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления аттестованных растворов

A.1 Для приготовления аттестованных растворов используют стандартные образцы, посуду и реактивы:

- стандартный образец состава раствора нефтепродуктов в водорастворимой матрице ГСО 8654-2005 с диапазоном аттестованных значений от 4,75 до 5,25 мг/см³ с границами допускаемой относительной погрешности аттестованного значения 0,5 % (при Р=0,95);

- стандартный образец массовой концентрации нефтепродуктов в водорастворимой органической жидкости (СО НВМ-ПА) ГСО 10317-2013 (массовая концентрация нефтепродуктов от 0,05 до 10 г/дм³, границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения 0,5 % (при Р=0,95));

- посуда мерная лабораторная 2-го класса точности по ГОСТ 1770;

- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

- пипетки градуированные и с одной меткой 2-го класса точности по ГОСТ 29227, ГОСТ 29169.

A.2 Последовательность приготовления растворов на основе разбавления ГСО с известными значениями массовой концентрации нефтепродуктов в воде в поддиапазоне от 0,1 до 100 мг/дм³

Аттестованные растворы готовят путем последовательного разбавления ГСО 8654-2005. Порядок приготовления растворов заключается в отборе в чистую мерную колбу аликвоты ГСО или раствора в соответствии с таблицей А.1, доведения колбы до метки дистиллированной водой и тщательном перемешивании содержимого колбы.

Растворы применяют для поверки анализатора только в день приготовления.

Таблица А.1 - Процедура приготовления аттестованных растворов

Наименование раствора	Объем аликвоты $V_{al,j}$, см ³	Объем мерной колбы $V_{mk,j}$, см ³	Аттестованное (расчетное) значение нефтепродуктов в воде ¹ , A_j , мг/дм ³	Абсолютная погрешность аттестованного (расчетного) значения ² , ± ΔA_j , мг/дм ³	Относительная погрешность аттестованного (расчетного) значения ³ , ± δA_j , %
ГСО 8654-2005	-	-	5000	25	0,5
Раствор №1, готовится из ГСО 8654-2005	1,8	100	90,000	1,222	1,4
Раствор №2, готовится из раствора №1	1,5	100	1,350	0,028	2,1
Раствор №3, готовится из раствора №1	1	100	0,900	0,017	1,9
Раствор №4, готовится из раствора №2	10	100	0,135	0,003	2,4

Примечания

¹ Расчетное значение массовой концентрации нефтепродуктов в воде (A_j) в j -м аттестованном растворе рассчитывают по формуле

$$A_j = \frac{V_{al,j} A_{j-1}}{V_{mk,j}}, \quad (A.1)$$

где $V_{al,j}$ - объем аликвоты ГСО или аттестованного раствора, используемого для приготовления, см³; $V_{mk,j}$ - объем мерной колбы, см³; A_{j-1} - аттестованное (расчетное) значение массовой концентрации нефтепродуктов в воде в ГСО или аттестованном растворе, используемом для приготовления, мг/дм³.

² Абсолютную погрешность расчетного значения массовой концентрации нефтепродуктов в воде (ΔA_j) в j -м аттестованном растворе рассчитывают по формуле

$$\Delta A_j = 1,1 \cdot A_j \sqrt{\left(\frac{\Delta V_{al,j}}{V_{al,j}} \right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{mk,j}}{V_{mk,j}} \right)^2 + \left(\frac{\Delta A_{j-1}}{A_{j-1}} \right)^2}, \quad (A.2)$$

где $\Delta V_{al,j}$, $\Delta V_{mk,j}$ - характеристики погрешности используемой мерной посуды, см³; ΔA_{j-1} - погрешность аттестованного (расчетного) значения массовой концентрации нефтепродуктов в воде в ГСО или аттестованном растворе, используемом для приготовления, мг/дм³.

³ Относительную погрешность расчетного значения массовой концентрации нефтепродуктов в воде (δA_j) в j -м аттестованном растворе рассчитывают по формуле

$$\delta A_j = \frac{\Delta A_j \cdot 100}{A_j}. \quad (A.3)$$

А.3 Последовательность приготовления растворов с известными значениями массовой концентрации нефтепродуктов в воде в поддиапазоне св. 100 до 10000 мг/дм³

Процедура аналогична описанной в п. А.2, для разбавления используют ГСО 10317-2013. Порядок приготовления растворов заключается в отборе в чистую мерную колбу аликвоты ГСО или раствора в соответствии с таблицей А.2, доведения колбы до метки дистиллированной водой и тщательном перемешивании содержимого колбы.

Таблица А.2 - Процедура приготовления аттестованных растворов

Наименование раствора	Объем аликвоты $V_{al,j}$, см ³	Объем мерной колбы $V_{mk,j}$, см ³	Расчетное значение нефтепродуктов в воде ¹ , A_j , мг/дм ³	Абсолютная погрешность расчетного значения ² , $\pm \Delta A_j$, мг/дм ³	Относительная погрешность расчетного значения ³ , $\pm \delta A_j$, %
ГСО 10317-2013	-	-	10000,0	50	0,5
Раствор №2, готовится из ГСО 10317-2013	10	100	1000,0	7,4	0,7
Раствор №3, готовится из раствора №2	10	100	100,0	0,7	0,7

Примечание

^{1,2,3} Расчетное значение массовой концентрации нефтепродуктов в воде (A_j), абсолютную (ΔA_j)

и относительную (δA_j) погрешность расчетного значения в j -м аттестованном растворе оценивают по формулам (A.1)-(A.3).