

СОГЛАСОВАНО

Директор

Западно-Сибирского филиала

ФГУП «ВНИИФТРИ»

Г.В. Шувалов

«11» июня 2025 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

КОНЦЕНТРАТОМЕРЫ КН

Методика поверки

МП-566.310556-2025

Новосибирск  
2025 г.

## Содержание

1. Общие положения .....	3
2. Перечень операций поверки средства измерений .....	4
3. Требования к условиям проведения поверки .....	5
4. Метрологические и технические требования к средствам поверки .....	5
5. Требования по обеспечению безопасности проведения поверки .....	7
6. Подготовка к поверке .....	8
7. Внешний осмотр средства измерений .....	8
8. Опробование средства измерений (установка исходных значений) .....	8
9. Определение метрологических характеристик средства измерений .....	10
10. Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям .....	17
11. Оформление результатов поверки .....	20
Приложение А .....	21
Приложение Б .....	32
Приложение В .....	43
Приложение Г .....	45
Приложение Д .....	48

## 1. Общие положения

Настоящая методика применяется для поверки концентратометров КН (далее – приборы), используемых в качестве рабочих средств измерений для измерений массовой концентрации нефтепродуктов, жиров, неионогенных поверхностно-активных веществ (НПАВ) в экстрагенте.

В результате поверки должны быть подтверждены следующие метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовых концентраций нефтепродуктов, жиров и НПАВ в экстрагенте, мг/дм <sup>3</sup> : - для «Концентратометр КН-2с» и «Концентратометр КН-3» - для «Концентратометр КН-2м»	от 0 до 100 от 0 до 250
Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, мг/дм <sup>3</sup> : - для нефтепродуктов в экстрагенте - для жиров в экстрагенте - для НПАВ в экстрагенте	$\pm(0,50 + 0,05 \cdot C_x)$ $\pm(0,50 + 0,05 \cdot C_x)$ $\pm(1,0 + 0,05 \cdot C_x)$
Примечания: Экстрагент – четыреххлористый углерод; $C_x$ – измеряемое значение массовой концентрации нефтепродуктов, жиров, НПАВ в экстрагенте, мг/дм <sup>3</sup>	

При поверке приборов обеспечивается прослеживаемость к государственному первичному эталону единицы массы – килограмма ГЭТЗ-2020 посредством применения стандартных образцов утвержденного типа, метрологические характеристики которых установлены с использованием аттестованных методик измерений, предусматривающих применение поверенных весов, прослеживаемых к ГЭТЗ-2020 в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений массы, утвержденной приказом Федерального Агентства по техническому регулированию и метрологии от 04.07.2022 № 1622.

При реализации методики поверки используется метод прямого измерения поверяемым прибором величины, воспроизводимой контрольными растворами (нефтепродуктов, жиров и НПАВ).

## 2. Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Перечень операций поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Контроль условий поверки (при подготовке к поверке)	Да	Да	6
Внешний осмотр	Да	Да	7
Опробование (установка исходных значений):			
установка «0»;	Да	Да	8.1
установка исходного значения «100» для измерений массовых концентраций нефтепродуктов;	Да	Да	8.2
установка исходного значения «100» для измерений массовых концентраций жиров;	Да	Да	8.3
установка исходного значения «100» для измерений массовых концентраций НП АВ	Да	Да	8.4
Определение метрологических характеристик (проверка диапазона измерений и определение основной абсолютной погрешности измерений):			
- массовой концентрации нефтепродуктов;	Да	Да	9.1
- массовой концентрации жиров;	Да	Да	9.2
- массовой концентрации НП АВ	Да	Да	9.3
Подтверждение соответствия метрологическим требованиям	Да	Да	10

2.2 Возможна периодическая поверка в сокращенном объеме для меньшего числа измеряемых величин (п. п. 8.2, 9.1, и/или 8.3, 9.2, и/или 8.4, 9.3) в соответствии с заявлением владельца прибора или другого лица, представившего прибор на поверку. В этом случае проведенный объем поверки в обязательном порядке указывается при оформлении результатов поверки.

2.3 При получении отрицательного результата выполнения любой операции поверку прекращают, прибор бракуют.

### 3. Требования к условиям проведения поверки

Поверку прибора проводят при выполнении следующих (нормальных) условий:

- температура окружающего воздуха, °С  $20 \pm 5$ ;
- относительная влажность, % не более 60;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106,7;
- напряжение сети переменного тока, В  $(220 \pm 4,4)$ ;
- частота сети переменного тока, Гц  $(50 \pm 1)$ ;
- отсутствие вибраций, тряски, ударов.

### 4. Метрологические и технические требования к средствам поверки

4.1. При проведении поверки применяют средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
6.3	Средство измерений температуры среды, относительной влажности и атмосферного давления: - диапазон измерений температуры от 10 °С до 40 °С, пределы абс. погрешности измерений не более 0,5 °С; - диапазон измерений отн. влажности от 10 % до 90 %, пределы абс. погрешности измерений не более 5 %; - диапазон измерений атм. давления от 84 до 110 кПа, пределы абс. погрешности измерений не более 1 кПа; средство измерений напряжения сети переменного тока: диапазон измерений напряжения от 0 до 250 В, пределы абс. погрешности измерений не более 1 В; средство измерений частоты	Измеритель–регистратор автономный серии EClerk–М «EClerk-M-11-RHTR» (регистрационный номер 80931-21); мультиметр цифровой RGK DM-20 (регистрационный номер 81409-21)

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	переменного напряжения сети: диапазон измерений частоты напряжения сети от 0 до 60 Гц, пределы абс. погрешности измерений не более 0,2 Гц	
8.1	Экстрагент: углерод четырёххлористый, ХЧ	Углерод четырёххлористый, ХЧ по ГОСТ 20288-74 или по ТУ 2631-027-44493179 для экстракции из водных сред (ЭВС)
8.2, 9.1	ГСО состава раствора нефтепродуктов в четырёххлористом углероде (аттестованное значение – масса нефтепродуктов (50,00±0,25) мг, пределы погрешности аттестованного значения не более 0,25 мг); - Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2 по ГОСТ 1770-74; - Пипетки 2-1-5, 2-2-25 по ГОСТ 29169-91.	ГСО 7822-2000; колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2 по ГОСТ 1770-74; пипетки 2-1-5, 2-2-25 по ГОСТ 29169-91.
8.3, 9.2	ГСО состава смеси триглицеридов жирных кислот (аттестованное значение – массовая доля суммы триглицеридов жирных кислот (99,6 ± 0,4) %, пределы погрешности аттестованного значения не более 0,4 %); - Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2 по ГОСТ 1770-74; - Пипетки 2-1-5, 2-2-25 по ГОСТ 29169-91; - весы лабораторные с диапазоном взвешивания до 200 г, с пределами абсолютной погрешности не более	ГСО 9437-2009; весы лабораторные электронные ЛВ 210-А рег. №27251-04; колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2 по ГОСТ 1770-74; пипетки 2-1-5, 2-2-25 по ГОСТ 29169-91.

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	0,7 мг	
8.4, 9.3	ГСО состава раствора неона АФ 9-12 в тетрахлорметане (аттестованное значение – массовая концентрация неона АФ 9-12 в тетрахлорметане 0,5-55 мг/см <sup>3</sup> , пределы относительной погрешности аттестованного значения не более 3 %) - Колбы мерные 2-100-2, 2-250-2 по ГОСТ 1770-74; - Пипетки 2-1-5, 2-2-25 по ГОСТ 29169-91.	ГСО 10067-2012; колбы мерные 2-100-2, 2-250-2 по ГОСТ 1770-74; пипетки 2-1-5, 2-2-25 по ГОСТ 29169-91.
Примечания: 1) Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 2) Допускается использовать при поверке другие ГСО, утвержденного типа и аттестованные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3) Методика приготовления контрольных растворов на основе ГСО приведена для модификации «Концентрамер КН-2м» в Приложении А, для модификаций «Концентрамер КН-2с» и «Концентрамер КН-3» в Приложении Б.		

## **5. Требования по обеспечению безопасности проведения поверки**

5.1. К работе с прибором допускаются лица, имеющие квалификационную группу II в соответствии с «Правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», прошедшие инструктаж по безопасности труда при работе в химической лаборатории и изучившие руководство по эксплуатации ИШВЖ.100 РЭ.

5.2. Прибор необходимо присоединять к сети питания, имеющей защитное заземление.

5.3. Работа с прибором должна проводиться в помещении, оборудованном вытяжной вентиляцией.

**ВНИМАНИЕ:** Прибор в вытяжной шкаф не ставить!

5.4. При проведении работ необходимо соблюдать требования инструкции по безопасности труда в химической лаборатории.

## **6. Подготовка к поверке**

6.1. Подготовить средства поверки, перечисленные в разделе 4.

6.2. Приготовить растворы на основе ГСО:

- для модификации «Концентратомер КН-2м» в соответствии с Приложением А,
- для модификаций «Концентратомер КН-2с» и «Концентратомер КН-3» в соответствии с Приложением Б.

6.3. Проверить выполнение условий поверки. Если условия поверки не выполняются или если прибор находился в условиях, отличных от указанных в п. 3, выдержать прибор в рабочем помещении в условиях п. 3 не менее 8 часов.

6.4. Произвести подготовку прибора в соответствии с руководством по эксплуатации ИШВЖ.100 РЭ.

## **7. Внешний осмотр средства измерений**

При внешнем осмотре проверяют:

- соответствие комплектности прибора паспортным данным с учётом расхода ЗИП;
- чёткость маркировки и её соответствие руководству по эксплуатации;
- отсутствие на наружных поверхностях прибора дефектов, способных вызвать нарушение его работоспособности;
- целостность пломбы предприятия-изготовителя;
- соответствие внешнего вида прибора приведенному в описании типа.

При положительных результатах внешнего осмотра переходят к опробованию.

## **8. Опробование средства измерений (установка исходных значений)**

8.1. Установка «0»

8.1.1. Включить прибор и убедиться в свечении светового индикатора сети. Выдержать прибор во включённом состоянии в течение времени, указанного на дисплее.

8.1.2. Залить в кювету исходный (чистый) экстрагент, который использовался при приготовлении растворов, предварительно трижды промыв её этим экстрагентом.

**ВНИМАНИЕ:** После измерения анализируемого раствора с высокой концентрацией необходимо более тщательно промыть кювету исходным (чистым) экстрагентом.

8.1.3. Клавишей  $\wedge$  или  $\vee$  установить маркер на пункт «УСТАНОВКА» основного меню и нажать клавишу ВВОД.

8.1.4. Клавишей  $\wedge$  или  $\vee$  установить маркер на пункт «УСТАНОВКА 0» и нажать клавишу ВВОД.



8.1.5. При наличии на дисплее сообщения «УСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ С ЭКСТРАГЕНТОМ» установить кювету в прибор, а при появлении на дисплее сообщения «НАЖМИТЕ ВВОД» нажать клавишу ВВОД.

8.1.6. Время между началом установки кюветы и нажатием клавиши ВВОД не должно превышать (10 – 15) секунд, в противном случае на дисплее появится сообщение «ПЕРЕУСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ». Для переустановки кюветы необходимо извлечь её из прибора и повторить действия по 8.1.5.

8.1.7. После этого на дисплее появится результат измерения и сообщение «УСТАНОВИТЬ 0?».

8.1.8. Нажать клавишу НЕТ, извлечь кювету из прибора и повторить действия по 8.1.4 – 8.1.7.

8.1.9. Для осуществления установки «0» нажать клавишу ДА. В этом случае в запоминающее устройство прибора запишется результат измерения. Извлечь кювету из прибора.

Примечание – Для более точной установки исходных значений, следует установку «0» осуществлять после повторного измерения «0».

8.2. Установка исходного значения «100» для измерений массовых концентраций нефтепродуктов

8.2.1. Залить в кювету приготовленный на основе ГСО 7822-2000 раствор нефтепродуктов в четырёххлористом углероде с массовой концентрацией 100 мг/дм<sup>3</sup>, предварительно промыв её этим раствором.

8.2.2. Клавишей  $\wedge$  или  $\vee$  установить маркер на пункт «УСТАНОВКА НП» и нажать клавишу ВВОД.

8.2.3. При наличии на дисплее сообщения «УСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ С АНАЛИЗИРУЕМЫМ РАСТВОРОМ» установить кювету в прибор, а при появлении на дисплее сообщения «НАЖМИТЕ ВВОД» нажать клавишу ВВОД.

8.2.4. Время между началом установки кюветы и нажатием клавиши ВВОД не должно превышать (10 – 15) секунд, в противном случае на дисплее появится сообщение «ПЕРЕУСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ». Для переустановки кюветы необходимо извлечь её из прибора и повторить действия по 8.2.3.

8.2.5. После этого на дисплее появится результат измерения и сообщение «УСТАНОВИТЬ 100?».

8.2.6. Нажать клавишу НЕТ, извлечь кювету из прибора и повторить действия по 8.2.2 – 8.2.5

8.2.7. Для осуществления установки «100» нажать клавишу ДА. В этом случае в запоминающее устройство прибора запишется результат измерения. Извлечь кювету из прибора.

Примечание – Для более точной установки исходных значений, следует установку «100» осуществлять после повторного измерения «100».

8.3. Установка исходного значения «100» для измерений массовых концентраций жиров

8.3.1. Залить в кювету приготовленный на основе ГСО 9437-2009 раствор смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) в четырёххлористом углероде с

массовой концентрацией  $100 \text{ мг/дм}^3$ , предварительно промыв её этим раствором.

8.3.2. Клавишей  $\wedge$  или  $\vee$  установить маркер на пункт «УСТАНОВКА ЖИРЫ» и нажать клавишу ВВОД.

8.3.3. Выполнить операции по 8.2.3 – 8.2.4. После этого на дисплее появится результат измерения и сообщение «УСТАНОВИТЬ 100?».

8.3.4. Нажать клавишу НЕТ, извлечь кювету из прибора и повторить действия по 8.3.2–8.3.4.

8.3.5. Для осуществления установки «100» нажать клавишу ДА. В этом случае в запоминающее устройство прибора запишется результат измерения. Извлечь кювету из прибора.

Примечание – Для более точной установки исходных значений, следует установку «100» осуществлять после повторного измерения «100».

8.4. Установка исходного значения «100» для измерений массовых концентраций НПАВ

8.4.1. Залить в кювету приготовленный на основе ГСО 10067-2012 раствор НПАВ в четырёххлористом углероде с массовой концентрацией  $100 \text{ мг/дм}^3$ , предварительно промыв её этим раствором.

8.4.2. Клавишей  $\wedge$  или  $\vee$  установить маркер на пункт «УСТАНОВКА НПАВ» и нажать клавишу ВВОД.

8.4.3. Выполнить операции по 8.2.3–8.2.4. После этого на дисплее появится результат измерения и сообщение «УСТАНОВИТЬ 100?».

8.4.4. Нажать клавишу НЕТ, извлечь кювету из прибора и повторить действия по 8.4.2–8.4.3.

8.4.5. Для осуществления установки «100» нажать клавишу ДА. В этом случае в запоминающее устройство прибора запишется результат измерения. Извлечь кювету из прибора.

Примечание – Для более точной установки исходных значений, следует установку «100» осуществлять после повторного измерения «100».

8.4.6. Нажать клавишу МЕНЮ для выхода в основное меню.

## **9. Определение метрологических характеристик средства измерений**

9.1. Проверка диапазона и определение основной абсолютной погрешности при измерении массовой концентрации нефтепродуктов

9.1.1. Для модификации «Концентратомер КН-3» установить двухволновой режим измерения, для этого клавишей  $\wedge$  или  $\vee$  установить маркер на пункт «НАСТРОЙКА» основного меню и нажать клавишу ВВОД. Аналогичным образом выбрать пункт «РЕЖИМ ИЗМЕРЕНИЯ», а затем пункт «ДВУХВОЛНОВОЙ РЕЖИМ», после этого прибор выйдет в основное меню и в верхней части дисплея появится знак « $\approx$ », обозначающий выбор двухволнового режима.

9.1.2. Залить в кювету раствор с массовой концентрацией нефтепродуктов:

- 5 мг/дм<sup>3</sup> - для модификаций «Концентратомер КН-2с» и «Концентратомер КН-3»;
- 10 мг/дм<sup>3</sup> - для модификации «Концентратомер КН-2м».

ВНИМАНИЕ: Кювету предварительно необходимо промыть этим раствором.

9.1.3. Клавишей  $\wedge$  или  $\vee$  установить маркер на пункт «НЕФТЕПРОДУКТЫ» основного меню и нажать клавишу ВВОД.

9.1.4. При наличии на дисплее сообщения «УСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ С АНАЛИЗИРУЕМЫМ РАСТВОРОМ» установить кювету в прибор, а при появлении на дисплее сообщения «НАЖМИТЕ ВВОД» нажать клавишу ВВОД. На дисплее появится результат измерения.

9.1.5. Время между началом установки кюветы и нажатием клавиши ВВОД не должно превышать (10 – 15) секунд, в противном случае на дисплее появится сообщение «ПЕРЕУСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ».

9.1.6. Для переустановки кюветы необходимо извлечь её из прибора и повторить действия по 9.1.4 – 9.1.5.

9.1.7. Внести результат измерений ( $X^2_{ij}$ ) в таблицу 1 протокола поверки (для модификации «Концентратомер КН-2м» - Приложение В, для модификации «Концентратомер КН-2с» - Приложение Г, для модификации «Концентратомер КН-3» - Приложение Д).

9.1.8. Извлечь кювету из прибора.

9.1.9. Произвести измерение еще три раза по 9.1.4 – 9.1.8

9.1.10. Произвести по четыре измерения по 9.1.4 – 9.1.9 массовой концентрации нефтепродуктов в растворах в порядке возрастания концентраций:

- 10, 50, 100 мг/дм<sup>3</sup> - для модификаций «Концентратомер КН-2с» и «Концентратомер КН-3»;
- 50, 100, 250 мг/дм<sup>3</sup> - для модификации «Концентратомер КН-2м».

9.1.11. Нажать клавишу МЕНЮ для выхода в основное меню.

9.1.12. Для модификации «Концентратомер КН-3» произвести измерения массовой концентрации нефтепродуктов в одноволновом режиме.

а) Залить в кювету исходный (чистый) экстрагент, который использовался при приготовлении растворов, предварительно трижды промыв её этим экстрагентом.

ВНИМАНИЕ: После измерения анализируемого раствора с высокой концентрацией необходимо более тщательно промыть кювету исходным (чистым) экстрагентом.

б) Клавишей  $\wedge$  или  $\vee$  установить маркер на пункт «НАСТРОЙКА» основного меню и нажать клавишу ВВОД. Аналогичным образом выбрать пункт «РЕЖИМ ИЗМЕРЕНИЯ», а затем пункт «ОДНОВОЛНОВОЙ РЕЖИМ», после этого прибор выйдет в основное меню и в верхней части дисплея появится знак « $\sim$ », обозначающий выбор одноволнового режима.

в) Клавишей  $\wedge$  или  $\vee$  установить маркер на пункт «НЕФТЕПРОДУКТЫ» основного меню и нажать клавишу ВВОД.

г) Для измерения оптической плотности исходного (чистого) экстрагента при наличии на дисплее сообщения «УСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ С ЭКСТРАГЕНТОМ» установить кювету в прибор, а при появлении на дисплее сообщения «НАЖМИТЕ ВВОД» нажать клавишу ВВОД.

д) Время между началом установки кюветы и нажатием клавиши ВВОД не должно превышать (10 – 15) секунд, в противном случае на дисплее появится сообщение «ПЕРЕУСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ».

е) Для переустановки кюветы необходимо извлечь её из прибора и повторить последовательно действия согласно пунктам г) – д).

ж) Если залитый в кювету экстрагент отличается от экстрагента, использовавшегося при установке исходных значений, на дисплее появится предупреждающее сообщение «НЕСООТВЕТСТВИЕ ИСХОДНОМУ ЗНАЧЕНИЮ. ПРОДОЛЖИТЬ ИЗМЕРЕНИЕ?». Нажать клавишу НЕТ. Нажать клавишу МЕНЮ для выхода в основное меню. Выявить и устранить причину появления предупреждающего сообщения и повторить последовательно действия согласно пунктам а) – ж). Причины несоответствия и методы их устранения приведены в таблице 1 руководства по эксплуатации ИШВЖ.100 РЭ.

з) После появления сообщения «ПОДГОТОВЬТЕ КЮВЕТУ С АНАЛИЗИРУЕМЫМ РАСТВОРОМ» извлечь кювету из прибора. Затем на дисплее появится сообщение «УСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ С АНАЛИЗИРУЕМЫМ РАСТВОРОМ». Нажать клавишу  $\wedge$ , на экране появится сообщение «УСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ С ЭКСТРАГЕНТОМ». Повторить действия по пункту г) и, после появления сообщения «ПОДГОТОВЬТЕ КЮВЕТУ С АНАЛИЗИРУЕМЫМ РАСТВОРОМ», извлечь кювету из прибора. После появления на дисплее сообщения «УСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ С АНАЛИЗИРУЕМЫМ РАСТВОРОМ», вылить из кюветы экстрагент.

и) Залить в кювету раствор с массовой концентрацией нефтепродуктов  $5 \text{ мг/дм}^3$ , предварительно промыв её этим раствором.

к) При наличии на дисплее сообщения «УСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ С АНАЛИЗИРУЕМЫМ РАСТВОРОМ» установить кювету в прибор, а при появлении на дисплее сообщения «НАЖМИТЕ ВВОД» нажать клавишу ВВОД. На дисплее появится результат измерения.

л) Время между началом установки кюветы и нажатием клавиши ВВОД не должно превышать (10 – 15) секунд, в противном случае на дисплее появится сообщение «ПЕРЕУСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ».

м) Для переустановки кюветы необходимо извлечь её из прибора и повторить последовательно действия согласно пунктам к) – л).

н) Внести результат измерений ( $X^1_{ij}$ ) в таблицу 1 протокола поверки (Приложение Д)

о) Извлечь кювету из прибора.

п) Произвести измерение еще три раза последовательно по пунктам к) – о).

р) Произвести по четыре измерения массовой концентрации нефтепродуктов в растворах с концентрациями 10, 50, 100 мг/дм<sup>3</sup> по пунктам к) – п) в порядке возрастания концентраций.

с) Нажать клавишу МЕНЮ для выхода в основное меню.

9.2. Проверка диапазона и определение основной абсолютной погрешности при измерении массовой концентрации жиров

9.2.1. Для модификации «Концентратомер КН-3» установить двухволновой режим измерения, для этого клавишей  $\wedge$  или  $\vee$  установить маркер на пункт «НАСТРОЙКА» основного меню и нажать клавишу ВВОД. Аналогичным образом выбрать пункт «РЕЖИМ ИЗМЕРЕНИЯ», а затем пункт «ДВУХВОЛНОВОЙ РЕЖИМ», после этого прибор выйдет в основное меню и в верхней части дисплея появится знак « $\approx$ », обозначающий выбор двухволнового режима.

9.2.2. Залить в кювету раствор с массовой концентрацией жиров:

- 5 мг/дм<sup>3</sup> - для модификаций «Концентратомер КН-2с» и «Концентратомер КН-3»;

- 10 мг/дм<sup>3</sup> - для модификации «Концентратомер КН-2м».

ВНИМАНИЕ: Кювету предварительно необходимо промыть этим раствором.

9.2.3. Клавишей  $\wedge$  или  $\vee$  установить маркер на пункт «ЖИРЫ» основного меню и нажать клавишу ВВОД.

9.2.4. При наличии на дисплее сообщения «УСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ С АНАЛИЗИРУЕМЫМ РАСТВОРОМ» установить кювету в прибор, а при появлении на дисплее сообщения «НАЖМИТЕ ВВОД» нажать клавишу ВВОД. На дисплее появится результат измерения.

9.2.5. Время между началом установки кюветы и нажатием клавиши ВВОД не должно превышать (10 – 15) секунд, в противном случае на дисплее появится сообщение «ПЕРЕУСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ».

9.2.6. Для переустановки кюветы необходимо извлечь её из прибора и повторить действия по 9.2.4 – 9.2.5.

9.2.7. Внести результат измерений ( $X^2_{ij}$ ) в таблицу В.2 протокола поверки (для модификаций «Концентратомер КН-2м» - Приложение В) в таблицу Г.2 (для модификации «Концентратомер КН-2с» - Приложение В), таблицу Д.2 (для модификации «Концентратомер КН-3» - Приложение Д).

9.2.8. Извлечь кювету из прибора.

9.2.9. Произвести измерение еще три раза по 9.2.4 – 9.2.8.

9.2.10. Произвести по четыре измерения по 9.2.4 – 9.2.9 массовой концентрации жиров в растворах в порядке возрастания концентраций:

- 10, 50, 100 мг/дм<sup>3</sup> - для модификаций «Концентратомер КН-3» и «Концентратомер КН-2с»;

- 50, 100, 250 мг/дм<sup>3</sup> - для модификации «Концентратомер КН-2м».

9.2.11. Нажать клавишу МЕНЮ для выхода в основное меню.

9.2.12. Для модификации «Концентратомер КН-3» произвести измерения массовой концентрации жиров в одноволновом режиме.



а) Залить в кювету исходный (чистый) экстрагент, который использовался при приготовлении растворов, предварительно трижды промыв её этим экстрагентом.

ВНИМАНИЕ: После измерения анализируемого раствора с высокой концентрацией необходимо более тщательно промыть кювету исходным (чистым) экстрагентом.

б) Клавишей  $\wedge$  или  $\vee$  установить маркер на пункт «НАСТРОЙКА» основного меню и нажать клавишу ВВОД. Аналогичным образом выбрать пункт «РЕЖИМ ИЗМЕРЕНИЯ», а затем пункт «ОДНОВОЛНОВОЙ РЕЖИМ», после этого прибор выйдет в основное меню и в верхней части дисплея появится знак « $\sim$ », обозначающий выбор одноволнового режима.

в) Клавишей  $\wedge$  или  $\vee$  установить маркер на пункт «ЖИРЫ» основного меню и нажать клавишу ВВОД.

г) Для измерения оптической плотности исходного (чистого) экстрагента при наличии на дисплее сообщения «УСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ С ЭКСТРАГЕНТОМ» установить кювету в прибор, а при появлении на дисплее сообщения «НАЖМИТЕ ВВОД» нажать клавишу ВВОД.

д) Время между началом установки кюветы и нажатием клавиши ВВОД не должно превышать (10 – 15) секунд, в противном случае на дисплее появится сообщение «ПЕРЕУСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ».

е) Для переустановки кюветы необходимо извлечь её из прибора и повторить последовательно действия по пунктам г) – д).

ж) Если залитый в кювету экстрагент отличается от экстрагента, использовавшегося при установке исходных значений, на дисплее появится предупреждающее сообщение «НЕСООТВЕТСТВИЕ ИСХОДНОМУ ЗНАЧЕНИЮ. ПРОДОЛЖИТЬ ИЗМЕРЕНИЕ?». Нажать клавишу НЕТ. Нажать клавишу МЕНЮ для выхода в основное меню. Выявить и устранить причину появления предупреждающего сообщения и повторить последовательно действия по пунктам а) – ж). Причины несоответствия и методы их устранения приведены в таблице 1 руководства по эксплуатации ИШВЖ.100 РЭ.

з) После появления сообщения «ПОДГОТОВЬТЕ КЮВЕТУ С АНАЛИЗИРУЕМЫМ РАСТВОРОМ» извлечь кювету из прибора. Затем на дисплее появится сообщение «УСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ С АНАЛИЗИРУЕМЫМ РАСТВОРОМ». Нажать клавишу  $\wedge$ , на экране появится сообщение «УСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ С ЭКСТРАГЕНТОМ». Повторить действия по пункту г) и, после появления сообщения «ПОДГОТОВЬТЕ КЮВЕТУ С АНАЛИЗИРУЕМЫМ РАСТВОРОМ», извлечь кювету из прибора. После появления на дисплее сообщения «УСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ С АНАЛИЗИРУЕМЫМ РАСТВОРОМ», вылить из кюветы экстрагент.

и) Залить в кювету раствор с массовой концентрацией жиров 5 мг/дм<sup>3</sup>, предварительно промыв её этим раствором.

к) При наличии на дисплее сообщения «УСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ С АНАЛИЗИРУЕМЫМ РАСТВОРОМ» установить кювету в прибор, а при

появлении на дисплее сообщения «НАЖМИТЕ ВВОД» нажать клавишу ВВОД. На дисплее появится результат измерения.

л) Время между началом установки кюветы и нажатием клавиши ВВОД не должно превышать (10 – 15) секунд, в противном случае на дисплее появится сообщение «ПЕРЕУСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ».

м) Для переустановки кюветы необходимо извлечь её из прибора и повторить последовательно действия по пунктам к) – и).

н) Внести результат измерений ( $X^1_{ij}$ ) в таблицу Д.2 протокола поверки (Приложение Д).

о) Извлечь кювету из прибора.

п) Произвести измерение еще три раза по пунктам к) – о).

р) Произвести по четыре измерения массовой концентрации жиров в растворах с концентрациями 10, 50, 100 мг/дм<sup>3</sup> по пунктам к) – р) в порядке возрастания концентраций.

с) Нажать клавишу МЕНЮ для выхода в основное меню.

9.3. Проверка диапазона и определение основной абсолютной погрешности при измерении массовой концентрации НП АВ

9.3.1. Для модификации «Концентратомер КН-3» установить двухволновой режим измерения, для этого клавишей  $\wedge$  или  $\vee$  установить маркер на пункт «НАСТРОЙКА» основного меню и нажать клавишу ВВОД. Аналогичным образом выбрать пункт «РЕЖИМ ИЗМЕРЕНИЯ», а затем пункт «ДВУХВОЛНОВОЙ РЕЖИМ», после этого прибор выйдет в основное меню и в верхней части дисплея появится знак « $\approx$ », обозначающий выбор двухволнового режима.

9.3.2. Залить в кювету раствор с массовой концентрацией НП АВ:

- 5 мг/дм<sup>3</sup> - для модификаций «Концентратомер КН-2с» и «Концентратомер КН-3»;

- 10 мг/дм<sup>3</sup> - для модификации «Концентратомер КН-2м».

ВНИМАНИЕ: Кювету предварительно необходимо промыть этим раствором.

9.3.3. Клавишей  $\wedge$  или  $\vee$  установить маркер на пункт «НП АВ» основного меню и нажать клавишу ВВОД.

9.3.4. При наличии на дисплее сообщения «УСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ С АНАЛИЗИРУЕМЫМ РАСТВОРОМ» установить кювету в прибор, а при появлении на дисплее сообщения «НАЖМИТЕ ВВОД» нажать клавишу ВВОД. На дисплее появится результат измерения.

9.3.5. Время между началом установки кюветы и нажатием клавиши ВВОД не должно превышать (10 – 15) секунд, в противном случае на дисплее появится сообщение «ПЕРЕУСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ».

9.3.6. Для переустановки кюветы необходимо извлечь её из прибора и повторить действия по 9.3.4 – 9.3.5.

9.3.7. Внести результат измерений ( $X^2_{ij}$ ) в таблицу В.3 протокола поверки (для модификации «Концентратомер КН-2м» - Приложение В), в таблицу Г.3 (для модификации «Концентратомер КН-2с» - Приложение Г), таблицу Д.3 (для модификации «Концентратомер КН-3» - Приложение Д).

9.3.8. Извлечь кювету из прибора.

9.3.9. Произвести измерение еще три раза по 9.3.4 – 9.3.8.

9.3.10. Произвести по четыре измерения по 9.3.4 – 9.3.9, массовой концентрации НПАВ в растворах в порядке возрастания концентраций:

- 10, 50, 100 мг/дм<sup>3</sup> - для модификаций «Концентратомер КН-2с» и «Концентратомер КН-3»;

- 50, 100, 250 мг/дм<sup>3</sup> - для модификации «Концентратомер КН-2м».

9.3.11. Нажать клавишу МЕНЮ для выхода в основное меню.

9.3.12. Для модификации «Концентратомер КН-3» произвести измерения массовой концентрации НПАВ в одноволновом режиме.

а) Залить в кювету исходный (чистый) экстрагент, который использовался при приготовлении растворов, предварительно трижды промыв её этим экстрагентом.

ВНИМАНИЕ: После измерения анализируемого раствора с высокой концентрацией необходимо более тщательно промыть кювету исходным (чистым) экстрагентом.

б) Клавишей  $\wedge$  или  $\vee$  установить маркер на пункт «НАСТРОЙКА» основного меню и нажать клавишу ВВОД. Аналогичным образом выбрать пункт «РЕЖИМ ИЗМЕРЕНИЯ», а затем пункт «ОДНОВОЛНОВОЙ РЕЖИМ», после этого прибор выйдет в основное меню и в верхней части дисплея появится знак « $\sim$ », обозначающий выбор одноволнового режима.

в) Клавишей  $\wedge$  или  $\vee$  установить маркер на пункт «НПАВ» основного меню и нажать клавишу ВВОД.

г) Для измерения оптической плотности исходного (чистого) экстрагента при наличии на дисплее сообщения «УСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ С ЭКСТРАГЕНТОМ» установить кювету в прибор, а при появлении на дисплее сообщения «НАЖМИТЕ ВВОД» нажать клавишу ВВОД.

д) Время между началом установки кюветы и нажатием клавиши ВВОД не должно превышать (10 – 15) секунд, в противном случае на дисплее появится сообщение «ПЕРЕУСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ».

е) Для переустановки кюветы необходимо извлечь её из прибора и повторить последовательно действия по пунктам г) – д).

ж) Если залитый в кювету экстрагент отличается от экстрагента, использовавшегося при установке исходных значений, на дисплее появится предупреждающее сообщение «НЕСООТВЕТСТВИЕ ИСХОДНОМУ ЗНАЧЕНИЮ. ПРОДОЛЖИТЬ ИЗМЕРЕНИЕ?». Нажать клавишу НЕТ. Нажать клавишу МЕНЮ для выхода в основное меню. Выявить и устранить причину



появления предупреждающего сообщения и повторить последовательно действия по пунктам а) – ж). Причины несоответствия и методы их устранения приведены в таблице 1 руководства по эксплуатации ИШВЖ.100 РЭ.

з) После появления сообщения «ПОДГОТОВЬТЕ КЮВЕТУ С АНАЛИЗИРУЕМЫМ РАСТВОРОМ» извлечь кювету из прибора. Затем на дисплее появится сообщение «УСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ С АНАЛИЗИРУЕМЫМ РАСТВОРОМ». Нажать клавишу  $\wedge$ , на экране появится сообщение «УСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ С ЭКСТРАГЕНТОМ». Повторить действия по пункту г) и, после появления сообщения «ПОДГОТОВЬТЕ КЮВЕТУ С АНАЛИЗИРУЕМЫМ РАСТВОРОМ», извлечь кювету из прибора. После появления на дисплее сообщения «УСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ С АНАЛИЗИРУЕМЫМ РАСТВОРОМ», вылить из кюветы экстрагент.

и) Залить в кювету раствор с массовой концентрацией НПАВ 5 мг/дм<sup>3</sup>, предварительно промыв её этим раствором.

к) При наличии на дисплее сообщения «УСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ С АНАЛИЗИРУЕМЫМ РАСТВОРОМ» установить кювету в прибор, а при появлении на дисплее сообщения «НАЖМИТЕ ВВОД» нажать клавишу ВВОД. На дисплее появится результат измерения.

л) Время между началом установки кюветы и нажатием клавиши ВВОД не должно превышать (10 – 15) секунд, в противном случае на дисплее появится сообщение «ПЕРЕУСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ».

м) Для переустановки кюветы необходимо извлечь её из прибора и повторить последовательно действия по пунктам к) – и).

н) Внести результат измерений ( $X^1_{ij}$ ) в таблицу Д.3 протокола поверки (Приложение Д).

о) Извлечь кювету из прибора.

п) Произвести измерение еще три раза по пунктам к) – о).

р) Произвести по четыре измерения массовой концентрации НПАВ в растворах с концентрациями 10, 50, 100 мг/дм<sup>3</sup> по пунктам к) – р) в порядке возрастания концентраций.

с) Нажать клавишу МЕНЮ для выхода в основное меню.

## **10. Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям**

10.1. Вычислить основную абсолютную погрешность прибора в зависимости от модификации.

10.2. Для модификации «Концентратомер КН-2м» вычислить основную абсолютную погрешность при измерении массовой концентрации нефтепродуктов  $\Delta_{инп}$ , при измерении массовой концентрации смеси

триглицеридов жирных кислот (жиров)  $\Delta_{iЖ}$  и при измерении массовой концентрации НПАВ  $\Delta_{iНПАВ}$  по формулам:

$$\Delta_{iНП} = \max_j | X_{ij}^2 - C_i |, \quad (1)$$

$$\Delta_{iЖ} = \max_j | X_{ij}^2 - C_i |, \quad (2)$$

$$\Delta_{iНПАВ} = \max_j | X_{ij}^2 - C_i |, \quad (3)$$

где  $C_i$  – расчётное значение массовой концентрации определяемого вещества в  $i$ -том растворе.  $C_i = 10, 50, 100, 250$  мг/дм<sup>3</sup>;

$X_{ij}^2$  – результат  $j$ -го ( $j = 2, 3, 4$ ) измерения массовой концентрации определяемого вещества в  $i$ -том растворе, 10, 50, 100, 250 мг/дм<sup>3</sup>.

Примечание – Первый из четырёх результатов измерений, полученных для каждой концентрации, при вычислении погрешности не учитывают.

Значения  $\Delta_{iНП}$ ,  $\Delta_{iЖ}$  для каждого из растворов не должно превышать пределов допускаемой основной абсолютной погрешности измерений, рассчитанных по формуле

$$\Delta = \pm (0,50 + 0,05 \cdot C_i), \text{ мг/дм}^3. \quad (4)$$

Значение погрешности  $\Delta_{iНПАВ}$  для каждого из растворов не должно превышать пределов допускаемой основной абсолютной погрешности измерений, рассчитанных по формуле

$$\Delta = \pm (1,0 + 0,05 \cdot C_i), \text{ мг/дм}^3. \quad (5)$$

10.3. Для модификации «Концентратомер КН-2с» вычислить основную абсолютную погрешность при измерении массовой концентрации нефтепродуктов  $\Delta_{iНП}$ , при измерении массовой концентрации смеси триглицеридов жирных кислот (жиров)  $\Delta_{iЖ}$  и при измерении массовой концентрации НПАВ  $\Delta_{iНПАВ}$  по формулам:

$$\Delta_{iНП} = \max_j | X_{ij}^2 - C_i |, \quad (6)$$

$$\Delta_{iЖ} = \max_j | X_{ij}^2 - C_i |, \quad (7)$$

$$\Delta_{iНПАВ} = \max_j | X_{ij}^2 - C_i |, \quad (8)$$

где  $C_i$  – расчётное значение массовой концентрации определяемого вещества в  $i$ -том растворе.  $C_i = 5, 10, 50, 100$  мг/дм<sup>3</sup>;

$X_{ij}^2$  – результат  $j$ -го ( $j = 2, 3, 4$ ) измерения массовой концентрации определяемого вещества в  $i$ -том растворе, 5, 10, 50, 100 мг/дм<sup>3</sup>.

Примечание – Первый из четырёх результатов измерений, полученных для каждой концентрации, при вычислении погрешности не учитывают.

Значения  $\Delta_{i\text{НП}}$ ,  $\Delta_{i\text{Ж}}$  для каждого из растворов не должно превышать пределов допускаемой основной абсолютной погрешности измерений, рассчитанных по формуле

$$\Delta = \pm (0,50 + 0,05 \cdot C_i), \text{ мг/дм}^3. \quad (9)$$

Значение погрешности  $\Delta_{i\text{НПАВ}}$  для каждого из растворов не должно превышать пределов допускаемой основной абсолютной погрешности измерений, рассчитанных по формуле

$$\Delta = \pm (1,0 + 0,05 \cdot C_i), \text{ мг/дм}^3. \quad (10)$$

10.4. Для модификации «Концентратомер КН-3» вычислить основную абсолютную погрешность:

при измерении массовой концентрации нефтепродуктов  $\Delta^1_{i\text{НП}}$  для одноволнового режима и  $\Delta^2_{i\text{НП}}$  для двухволнового режима;

при измерении массовой концентрации смеси триглицеридов жирных кислот (жиров)  $\Delta^1_{i\text{Ж}}$  для одноволнового режима и  $\Delta^2_{i\text{Ж}}$  для двухволнового режима;

при измерении массовой концентрации НПАВ  $\Delta^1_{i\text{НПАВ}}$  для одноволнового режима и  $\Delta^2_{i\text{НПАВ}}$  для двухволнового режима по формулам:

$$\Delta^1_{i\text{НП}} = \max_j |X^1_{ij} - C_i|, \quad \Delta^2_{i\text{НП}} = \max_j |X^2_{ij} - C_i|, \quad (11)$$

$$\Delta^1_{i\text{Ж}} = \max_j |X^1_{ij} - C_i|, \quad \Delta^2_{i\text{Ж}} = \max_j |X^2_{ij} - C_i|, \quad (12)$$

$$\Delta^1_{i\text{НПАВ}} = \max_j |X^1_{ij} - C_i|, \quad \Delta^2_{i\text{НПАВ}} = \max_j |X^2_{ij} - C_i|, \quad (13)$$

где  $C_i$  – расчётное значение массовой концентрации определяемого вещества в  $i$ -том растворе.  $C_i = 5, 10, 50, 100 \text{ мг/дм}^3$ ;

$X^1_{ij}$  – результат  $j$ -го ( $j = 2, 3, 4$ ) измерения массовой концентрации определяемого вещества в  $i$ -том растворе,  $5, 10, 50, 100 \text{ мг/дм}^3$ , в одноволновом режиме;

$X^2_{ij}$  – результат  $j$ -го ( $j = 2, 3, 4$ ) измерения массовой концентрации определяемого вещества в  $i$ -том растворе,  $5, 10, 50, 100 \text{ мг/дм}^3$ , в двухволновом режиме.

Примечание – Первый из четырёх результатов измерений, полученных для каждой концентрации, при вычислении погрешности не учитывают.

Значения  $\Delta^1_{i\text{НП}}$ ,  $\Delta^2_{i\text{НП}}$ ,  $\Delta^1_{i\text{Ж}}$ ,  $\Delta^2_{i\text{Ж}}$  для каждого из растворов не должны превышать пределов допускаемой основной абсолютной погрешности измерений, рассчитанных по формуле

$$\Delta = \pm (0,50 + 0,05 \cdot C_i), \text{ мг/дм}^3. \quad (14)$$

Значения  $\Delta^1_{i\text{НПАВ}}$ ,  $\Delta^2_{i\text{НПАВ}}$  для каждого из растворов не должны превышать пределов допускаемой основной абсолютной погрешности измерений, рассчитанных по формуле

$$\Delta = \pm (1,0 + 0,05 \cdot C_i), \text{ мг/дм}^3. \quad (15)$$

## **11. Оформление результатов поверки**

11.1. При проведении поверки приборов составляется протокол поверки. Форма протокола поверки для модификации «Концентратор КН-2м» приведена в Приложении В. Форма протокола поверки для модификации «Концентратор КН-2с» приведена в Приложении Г. Форма протокола поверки для модификации «Концентратор КН-3» приведена в Приложении Д.

11.2. Приборы, удовлетворяющие требованиям методики поверки, признаются годными.

11.3. Результаты поверки считают отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие хотя бы по одному из пунктов настоящей методики. При отрицательных результатах поверки прибор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации.

11.4. Результаты поверки оформляют в соответствии с приказом Минпромторга России № 2510 от 31 июля 2020 г.

11.5. По результатам поверки в паспорт делают запись в соответствии с требованиями приказа Минпромторга России № 2510 от 31 июля 2020 г.

11.6. По заявлению владельца средства измерений или лица, предоставившего его на поверку, при положительных результатах поверки выдается свидетельство о поверке, при отрицательных результатах поверки – извещение о непригодности к применению.

11.7. Сведения о результатах поверки в объеме проведенной поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

## Приложение А

(обязательное)

Методика приготовления растворов нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ в экстрагенте на основе ГСО для модификации «Концентратомер КН-2м»

### А.1 Назначение и область применения

Настоящая методика устанавливает процедуру приготовления контрольных растворов нефтепродуктов (углеводородов), смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ в экстрагенте, предназначенных для поверки и установки исходных значений модификации «Концентратомер КН-2м». Расчётные значения массовых концентраций нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ в растворах находятся в диапазоне от 10 до 250 мг/дм<sup>3</sup>.

### А.2 Метрологические характеристики растворов

#### А.2.1 Пределы допускаемых абсолютных погрешностей

А.2.1.1 Значения пределов допускаемой абсолютной погрешности массовой концентрации растворов нефтепродуктов и смеси триглицеридов жирных кислот (жиров)  $\Delta_{Ci}^{\text{д}}$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$\Delta_{Ci}^{\text{д}} = \Delta/3 = (0,50 + 0,05 \cdot C_i)/3, \quad (\text{А.1})$$

где  $\Delta$  – предел основной абсолютной погрешности измерений, рассчитанный по формуле  $\Delta = 0,50 + 0,05 \cdot C_i$ , мг/дм<sup>3</sup>;

$C_i$  – расчётное значение массовой концентрации измеряемого вещества (нефтепродуктов, жиров) в  $i$ -ом растворе, мг/дм<sup>3</sup>.

Значения пределов допускаемой абсолютной погрешности массовой концентрации растворов НПАВ  $\Delta_{Ci}^{\text{д}}$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$\Delta_{Ci}^{\text{д}} = \Delta/3 = (1,0 + 0,05 \cdot C_i)/3, \quad (\text{А.2})$$

где  $\Delta$  – предел основной абсолютной погрешности измерений, рассчитанный по формуле  $\Delta = 1,0 + 0,05 \cdot C_i$ , мг/дм<sup>3</sup>;

$C_i$  – расчётное значение массовой концентрации измеряемого вещества (НПАВ) в  $i$ -ом растворе, мг/дм<sup>3</sup>.

Рассчитанные значения пределов допускаемой абсолютной погрешности по формуле (А.1) и (А.2) представлены в таблице А.1.

Расчётные значения и погрешности расчётных значений приведены в таблицах А.2-А.4.

Таблица А.1 - Значения пределов допускаемой абсолютной погрешности массовых концентраций компонентов в растворах

Расчётные значения, мг/дм <sup>3</sup>	Пределы допускаемой абсолютной погрешности массовой концентрации нефтепродуктов, жиров в экстрагенте, $\pm \Delta_{C_{гД}}$ , мг/дм <sup>3</sup>	Пределы допускаемой абсолютной погрешности массовой концентрации НП АВ в экстрагенте, $\pm \Delta_{C_{гД}}$ , мг/дм <sup>3</sup>
$C_1 = 250,0$	4,3	4,5
$C_2 = 100,0$	1,8	2,0
$C_3 = 50,0$	1,0	1,2
$C_4 = 10,0$	0,3	0,5

Таблица А.2 - Расчётные значения и погрешности расчётных значений массовой концентрации нефтепродуктов в экстрагенте

Расчётные значения, мг/дм <sup>3</sup>	Границы абсолютной погрешности, мг/дм <sup>3</sup>
$C_1 = 250,0$	$\pm 1,7$
$C_2 = 100,0$	$\pm 0,7$
$C_3 = 50,0$	$\pm 0,4$
$C_4 = 10,0$	$\pm 0,1$

Таблица А.3 - Расчётные значения и погрешности расчётных значений массовой концентрации смеси триглицеридов жирных кислот в экстрагенте

Расчётные значения, мг/дм <sup>3</sup>	Границы абсолютной погрешности, мг/дм <sup>3</sup>
$C_1 = 250,0$	$\pm 2,0$
$C_2 = 100,0$	$\pm 0,8$
$C_3 = 50,0$	$\pm 0,5$
$C_4 = 10,0$	$\pm 0,1$

Таблица А.4 – Расчётные значения и погрешности расчётных значений массовой концентрации НП АВ в экстрагенте

Расчётные значения, мг/дм <sup>3</sup>	Границы абсолютной погрешности, мг/дм <sup>3</sup>
$C_1 = 250,0$	$\pm 3,1$
$C_2 = 100,0$	$\pm 1,2$
$C_3 = 50,0$	$\pm 0,6$
$C_4 = 10,0$	$\pm 0,1$

### **А.3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы**

А.3.1 Колбы мерные 2-100-2, 2-250-2 по ГОСТ 1770-74.

А.3.2 Пипетки 2-1-5, 2-2-25 по ГОСТ 29169-91.

А.3.3 Государственный стандартный образец состава раствора нефтепродуктов (углеводородов) в четырёххлористом углероде ГСО 7822-2000 или ГСО другого типа с аналогичными метрологическими характеристиками.

А.3.4 Государственный стандартный образец состава смеси триглицеридов жирных кислот ГСО 9437-2009 или ГСО другого типа с аналогичными метрологическими характеристиками.

А.3.5 Государственный стандартный образец состава раствора неона АФ 9-12 в тетрачлорметане ГСО 10067-2012 или ГСО другого типа с аналогичными метрологическими характеристиками.

А.3.6 Термостат электрический АТ-1 со стабилизируемой температурой в рабочей камере 20 °С и отклонением температуры в рабочей камере не более  $\pm 0,5$  °С по ГОСТ Р 8.568 или аналогичный по техническим параметрам.

А.3.7 Экстрагент: углерод четырёххлористый, х.ч. по ГОСТ 20288 или для экстракции из водных сред (ЭВС) по ТУ 2631-027-44493179.

А.3.8 Воронка лабораторная по ГОСТ 25336-82.

А.3.9 Весы лабораторные электронные ЛВ 210-А рег. №27251-04 по ГОСТ Р 53228-2008 или аналогичные по техническим параметрам.

Примечание – Метрологические характеристики используемых стандартных образцов и средств измерений приведены в таблицах А.5 и А.6.

### **А.4 Процедура приготовления растворов**

А.4.1 Проверка чистоты экстрагента

А.4.1.1 Произвести подготовку прибора в соответствии с руководством по эксплуатации ИШВЖ.100 РЭ и залить в кювету проверяемый экстрагент, предварительно трижды промыв её этим экстрагентом.

А.4.1.2 Клавишей  $\wedge$  или  $\vee$  установить маркер на пункт «ЭКСТРАГЕНТ» основного меню и нажать клавишу ВВОД.

А.4.1.3 При наличии на дисплее сообщения «УСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ С ЭКСТРАГЕНТОМ» установить кювету в прибор, а при появлении на дисплее сообщения «НАЖМИТЕ ВВОД» нажать клавишу ВВОД.

А.4.1.4 Время между установкой кюветы и нажатием клавиши ВВОД не должно превышать (10 – 15) секунд, в противном случае на дисплее появится сообщение «ПЕРЕУСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ».

А.4.1.5 Для переустановки кюветы необходимо извлечь кювету из прибора и повторить действия по А.4.1.3.

А.4.1.6 Если измеренное значение исходного загрязнения экстрагента превышает 20,0 мг/дм<sup>3</sup>, то данный экстрагент для приготовления растворов непригоден.

А.4.1.7 Для проведения повторного измерения извлечь кювету из прибора и повторить действия по А.4.1.3.

А.4.1.8 Извлечь кювету из прибора и нажать клавишу МЕНЮ для выхода в основное меню.

#### А.4.2 Приготовление растворов нефтепродуктов

А.4.2.1 Приготовление основного раствора с массовой концентрацией нефтепродуктов  $C_0 = 1000 \text{ мг/дм}^3$

Вскрыть две ампулы ГСО 7822-2000, раствор из ампул количественно перенести в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  через воронку.

Каждую ампулу промыть 5 раз экстрагентом порциями по  $5 \text{ см}^3$ , тщательно обмывая поверхность ампулы и воронки, раствор сливать в колбу.

В колбу добавить примерно  $35 \text{ см}^3$  экстрагента, закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

А.4.2.2 Приготовление раствора с массовой концентрацией нефтепродуктов  $C_1 = 250 \text{ мг/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  поместить  $25 \text{ см}^3$  основного раствора пипеткой вместимостью  $25 \text{ см}^3$ .

В колбу долить примерно  $70 \text{ см}^3$  экстрагента, закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

А.4.2.3 Приготовление раствора с массовой концентрацией нефтепродуктов  $C_2 = 100 \text{ мг/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью  $250 \text{ см}^3$  поместить  $25 \text{ см}^3$  основного раствора пипеткой вместимостью  $25 \text{ см}^3$ .

В колбу долить примерно  $220 \text{ см}^3$  экстрагента, закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

А.4.2.4 Приготовление раствора с массовой концентрацией нефтепродуктов  $C_3 = 50 \text{ мг/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  поместить  $50 \text{ см}^3$  (две аликвоты по  $25 \text{ см}^3$ ) раствора с массовой концентрацией нефтепродуктов  $C_2 = 100 \text{ мг/дм}^3$  пипеткой вместимостью  $25 \text{ см}^3$ .

В колбу долить примерно  $45 \text{ см}^3$  экстрагента, закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

А.4.2.5 Приготовление раствора с массовой концентрацией нефтепродуктов  $C_4 = 10 \text{ мг/дм}^3$



В мерную колбу вместимостью  $100\text{ см}^3$  поместить  $10\text{ см}^3$  (две аликвоты по  $5\text{ см}^3$ ) раствора с массовой концентрацией нефтепродуктов  $C_2 = 100\text{ мг/дм}^3$  пипеткой вместимостью  $5\text{ см}^3$ .

В колбу долить примерно  $85\text{ см}^3$  экстрагента, закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

А.4.3 Приготовление растворов смеси триглицеридов жирных кислот (жиров)

А.4.3.1 Приготовление основного раствора с массовой концентрацией смеси триглицеридов жирных кислот (жиров)  $C_0 = 1000\text{ мг/дм}^3$

Вскрыть аккуратно ампулу ГСО 9437-2009.

Взвесить навеску ГСО состава смеси триглицеридов жирных кислот ( $100,0 \pm 0,5$ ) мг и поместить в мерную колбу вместимостью  $100\text{ см}^3$ .

В колбу долить примерно  $80\text{ см}^3$  экстрагента и растворить смесь триглицеридов жирных кислот.

Закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 минут.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 минут.

Раствор тщательно перемешать.

А.4.3.2 Приготовление раствора с массовой концентрацией смеси триглицеридов жирных кислот (жиров)  $C_1 = 250\text{ мг/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью  $100\text{ см}^3$  поместить  $25\text{ см}^3$  основного раствора пипеткой вместимостью  $25\text{ см}^3$ .

В колбу долить примерно  $70\text{ см}^3$  экстрагента, закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

А.4.3.3 Приготовление раствора с массовой концентрацией смеси триглицеридов жирных кислот (жиров)  $C_2 = 100\text{ мг/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью  $250\text{ см}^3$  поместить  $25\text{ см}^3$  основного раствора пипеткой вместимостью  $25\text{ см}^3$ .

В колбу долить примерно  $220\text{ см}^3$  экстрагента, закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

А.4.3.4 Приготовление раствора с массовой концентрацией смеси триглицеридов жирных кислот (жиров)  $C_3 = 50\text{ мг/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью  $100\text{ см}^3$  поместить  $50\text{ см}^3$  (две аликвоты по  $25\text{ см}^3$ ) раствора с массовой концентрацией смеси триглицеридов жирных кислот  $C_2 = 100\text{ мг/дм}^3$  пипеткой вместимостью  $25\text{ см}^3$ .

В колбу долить примерно 45 см<sup>3</sup> экстрагента, закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

А.4.3.5 Приготовление раствора с массовой концентрацией смеси триглицеридов жирных кислот (жиров)  $C_4 = 10 \text{ мг/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> поместить 10 см<sup>3</sup> (две аликвоты по 5 см<sup>3</sup>) раствора с массовой концентрацией смеси триглицеридов жирных кислот  $C_2 = 100 \text{ мг/дм}^3$  пипеткой вместимостью 5 см<sup>3</sup>.

В колбу долить примерно 85 см<sup>3</sup> экстрагента, закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

А.4.4 Приготовление растворов НПАВ

А.4.4.1 Приготовление основного раствора с массовой концентрацией НПАВ  $C_0 = 1000 \text{ мг/дм}^3$

Вскрыть ампулу ГСО 10067-2012, раствор из ампулы количественно перенести в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> через воронку.

Ампулу промыть 5 раз экстрагентом порциями по 5 см<sup>3</sup>, тщательно обмывая поверхность ампулы и воронки, раствор сливать в колбу.

В колбу добавить примерно 70 см<sup>3</sup> экстрагента. Закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

А.4.4.2 Приготовление раствора с массовой концентрацией НПАВ  $C_1 = 250 \text{ мг/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> поместить 25 см<sup>3</sup> основного раствора пипеткой вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

В колбу долить примерно 70 см<sup>3</sup> экстрагента, закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

А.4.4.3 Приготовление раствора с массовой концентрацией НПАВ  $C_2 = 100 \text{ мг/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> поместить 25 см<sup>3</sup> основного раствора пипеткой вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

В колбу долить примерно 220 см<sup>3</sup> экстрагента, закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

А.4.4.4 Приготовление раствора с массовой концентрацией НПАВ  $C_3 = 50 \text{ мг/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  поместить  $50 \text{ см}^3$  (две аликвоты по  $25 \text{ см}^3$ ) раствора с массовой концентрацией НПАВ  $C_2 = 100 \text{ мг/дм}^3$  пипеткой вместимостью  $25 \text{ см}^3$ .

В колбу долить примерно  $45 \text{ см}^3$  экстрагента, закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

А.4.4.5 Приготовление раствора с массовой концентрацией НПАВ  $C_4 = 10 \text{ мг/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  поместить  $10 \text{ см}^3$  (две аликвоты по  $5 \text{ см}^3$ ) раствора с массовой концентрацией НПАВ  $C_2 = 100 \text{ мг/дм}^3$  пипеткой вместимостью  $5 \text{ см}^3$ .

В колбу долить примерно  $85 \text{ см}^3$  экстрагента, закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

## **А.5 Расчёт метрологических характеристик растворов, приготовленных на основе ГСО 7822-2000, ГСО 9437-2009 и ГСО 10067-2012 соответственно**

А.5.1 Расчетное значение массовой концентрации нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ в основных растворах  $C_0$ ,  $\text{мг/дм}^3$ , вычисляют по формуле:

– для основного раствора нефтепродуктов ( $C_0$ )

$$C_0 = A \cdot 1000 / V_k, \quad (\text{A.3})$$

– для основного раствора смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) ( $C_0$ )

$$C_0 = m \cdot B \cdot 1000 / 100 V_k, \quad (\text{A.4})$$

– для основного раствора НПАВ ( $C_0$ )

$$C_0 = D \cdot 1000 / V_k, \quad (\text{A.5})$$

где  $A$  – аттестованное значение массы нефтепродуктов, ГСО 7822-2000, мг;

$B$  – аттестованное значение массовой доли суммы триглицеридов жирных кислот, ГСО 9437-2009, %;

$D$  – аттестованное значение массовой концентрации неионогенного ПАВ (АФ 9-12) в тетрахлорметане, ГСО 10067-2012,  $\text{мг/см}^3$ ;

$V_k$  – объём мерной колбы, используемой при приготовлении растворов,  $\text{см}^3$ ;

$m$  – масса навески смеси триглицеридов жирных кислот (жиров), мг.

А.5.2 Расчетное значение массовой концентрации нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ в растворах  $C_i$  ( $i = 1, 2, 3, 4$ ), мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле:

– для первых ( $C_1$ ) и вторых ( $C_2$ ) растворов нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ

$$C_i = C_0 \cdot V_a / V_k, \quad (i = 1, 2) \quad (A.6)$$

– для третьих ( $C_3$ ) и четвертых ( $C_4$ ) растворов нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ

$$C_i = C_2 \cdot V_a / V_k, \quad (i = 3, 4) \quad (A.7)$$

где  $V_a$  – объём аликвотной части исходного раствора, используемой для приготовления растворов, см<sup>3</sup>;

$i$  – номер раствора.

А.5.3 Погрешность расчетного значения массовой концентрации нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ ( $\Delta_{C_0}$ , мг/дм<sup>3</sup>) в основных растворах  $C_0$  с доверительной вероятностью  $P = 0,95$  рассчитывают по формуле:

– для основного раствора нефтепродуктов ( $C_0$ )

$$\Delta_{C_0} = 1,1 \cdot C_0 \sqrt{(\Delta A / A)^2 + (\Delta V_k / V_k)^2}, \quad (A.8)$$

– для основного раствора смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) ( $C_0$ )

$$\Delta_{C_0} = 1,1 \cdot C_0 \sqrt{(\Delta B / B)^2 + (\Delta m_1 / m_1)^2 + (\Delta V_k / V_k)^2}, \quad (A.9)$$

– для основного раствора НПАВ ( $C_0$ )

$$\Delta_{C_0} = 1,1 \cdot C_0 \sqrt{(\Delta D / D)^2 + (\Delta V_k / V_k)^2}, \quad (A.10)$$

где  $\Delta A$  – погрешность аттестованного значения массы нефтепродуктов ГСО 7822-2000, мг;

$\Delta B$  – погрешность аттестованного значения ГСО 9437-2009, %;

$\Delta D$  – погрешность аттестованного значения ГСО 10067-2012, мг/см<sup>3</sup>;

$\Delta V_k$  – погрешность вместимости мерной колбы, используемой при приготовлении растворов, см<sup>3</sup>;

$\Delta m_1$  – погрешность взвешивания смеси триглицеридов жирных кислот (жиров), мг.

А.5.4 Погрешность расчетного значения массовой концентрации нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ ( $\Delta_{C_i}$ , мг/дм<sup>3</sup>) в растворах ( $C_i$ ) с доверительной вероятностью  $P = 0,95$  рассчитывают по формуле:

– для первых ( $C_1$ ) и вторых ( $C_2$ ) растворов нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ

$$\Delta_{Ci} = 1,1 \cdot C_i \sqrt{(\Delta_{C0} / 1,1 \cdot C_0)^2 + (\Delta V_{\text{п}} / V_a)^2 + (\Delta V_{\text{к}} / V_{\text{к}})^2}, \quad (\text{A.11})$$

(i = 1, 2)

– для третьих (C<sub>3</sub>) и четвертых (C<sub>4</sub>) растворов нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ

$$\Delta_{Ci} = 1,1 \cdot C_i \sqrt{(\Delta_{C2} / 1,1 \cdot C_2)^2 + 2 \cdot (\Delta V_{\text{п}} / V_a)^2 + (\Delta V_{\text{к}} / V_{\text{к}})^2}, \quad (\text{A.12})$$

(i = 3, 4)

где  $\Delta V_{\text{п}}$  – погрешности вместимости пипеток, используемых при приготовлении растворов, см<sup>3</sup>.

А.5.5 Результаты расчетов по А.5.2 - А.5.4 приведены в таблицах А.2 - А.4. Характеристики средств измерений, используемых для приготовления растворов, приведены в таблице А.6.

А.5.6 Допускается использовать другие процедуры приготовления растворов, при условии, что для значений погрешности массовой концентрации растворов  $\Delta_{Ci}$ , рассчитанных по А.5.3, А.5.4, соблюдается условие

$$\Delta_{Ci} < \Delta_{Ci}^{\text{д}}, \quad (\text{A.13})$$

где  $\Delta_{Ci}$  – погрешность расчетного значения массовой концентрации нефтепродуктов, жиров и НПАВ в i - растворе, мг/дм<sup>3</sup> (i = 1, 2, 3, 4);

$\Delta_{Ci}^{\text{д}}$  – пределы допускаемой погрешности массовой концентрации нефтепродуктов, жиров и НПАВ в растворе, мг/дм<sup>3</sup>.

## А.6 Требования безопасности

А.6.1 Экстрагент (четырёххлористый углерод) относится ко второму классу опасности по ГОСТ 12.1.005. Предельно допустимая концентрация (ПДК) паров экстрагента в воздухе рабочей зоны равна 20 мг/м<sup>3</sup>. Экстрагент может воздействовать на организм человека через дыхательные пути, кожные покровы и при попадании внутрь. Он не горюч, не взрывоопасен, но, при соприкосновении с открытым пламенем или раскаленными предметами, разлагается с выделением фосгена.

А.6.2 Все работы с экстрагентом и приготовлением растворов следует проводить в вытяжном шкафу, пользуясь защитной одеждой и резиновыми перчатками. При разливе экстрагента место разлива посыпают песком, который собирают и переносят в специально отведенное место.

### **А.7 Требования к квалификации исполнителей**

К приготовлению растворов и вычислениям допускают лиц, имеющих квалификацию инженера-химика или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

### **А.8 Требования к упаковке и маркировке**

Приготовленные растворы следует хранить в мерных колбах с хорошо притертыми пробками. На колбу наклеивают этикетку (наносят маркировку) с указанием массовой концентрации компонентов, даты, времени приготовления, срока годности.

### **А.9 Условия приготовления и хранения растворов**

А.9.1 Приготовление растворов проводят при соблюдении в лаборатории следующих условий:

- температура окружающего воздуха, °С,  $20 \pm 2$ ;
- атмосферное давление, кПа, от 84 до 106,7;
- относительная влажность воздуха, % не более 60.

А.9.2 Приготовление растворов проводят при термостатировании в течение 30 минут в термостате при температуре  $(20 \pm 0,5)$  °С.

А.9.3 Приготовленные растворы следует хранить в мерных колбах с хорошо притертыми пробками при температуре от 0°С до 5 °С. Основной раствор устойчив в течение 6 месяцев. Остальные растворы устойчивы в течение 1 месяца.

Таблица А.5 – Метрологические характеристики стандартных образцов

Наименование СО вещества, материала – носителей аттестационных характеристик СО	Аттестованное значение СО	Погрешность аттестованного значения СО
ГСО 7822-2000 состава раствора нефтепродуктов в четырёххлористом углероде	50,00 мг	$\pm 0,25$ мг
ГСО 9437-2009 состава смеси триглицеридов жирных кислот	99,6 %	$\pm 0,4$ %
ГСО 10067-2012 состава раствора Неанола АФ 9-12 в тетрахлорметане	49,5 мг/см <sup>3</sup>	$\pm 1,1$ %

Таблица А.6 – Характеристики СИ, используемых для приготовления растворов

Наименование СИ	НТД на СИ	Измеряемая величина	Значение измеряемой величины	Предел допускаемой погрешности СИ
Колба мерная 2-250-2	ГОСТ 1770-74	Объём ( $V_K$ )	250 см <sup>3</sup>	$\Delta V_K = 0,30 \text{ см}^3$
Колба мерная 2-100-2		Объём ( $V_K$ )	100 см <sup>3</sup>	$\Delta V_K = 0,20 \text{ см}^3$
Пипетка 2-2-25	ГОСТ 29169-91	Объём ( $V_a$ )	25 см <sup>3</sup>	$\Delta V_{\Pi} = 0,060 \text{ см}^3$
Пипетка 2-1-5			5 см <sup>3</sup>	$\Delta V_{\Pi} = 0,015 \text{ см}^3$
Весы лабораторные электронные ЛВ 210-А рег. №27251-04	ГОСТ Р 53228-2008	Масса ( $m_1$ )	100 мг	$\Delta m_1 = 0,5 \text{ мг}$

## **Приложение Б**

(обязательное)

Методика приготовления растворов нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НП АВ в экстрагенте на основе ГСО для модификаций «Концентратомер КН-2с» и «Концентратомер КН-3»

### **Б.1 Назначение и область применения**

Настоящая методика устанавливает процедуру приготовления контрольных растворов нефтепродуктов (углеводородов), смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НП АВ в экстрагенте, предназначенных для поверки и установки исходных значений для модификаций «Концентратомер КН-2с» и «Концентратомер КН-3». Расчеты значения массовой концентрации нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НП АВ в растворах находятся в диапазоне от 5 до 100 мг/дм<sup>3</sup>.

### **Б.2 Метрологические характеристики растворов**

#### **Б.2.1 Пределы допускаемых абсолютных погрешностей**

Б.2.2 Значения пределов допускаемой абсолютной погрешности массовой концентрации растворов нефтепродуктов и смеси триглицеридов жирных кислот (жиров)  $\Delta_{C_i}^{\Delta}$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$\Delta_{C_i}^{\Delta} = \Delta/3 = (0,50 + 0,05 \cdot C_i)/3, \quad (\text{Б.1})$$

где  $\Delta$  – предел основной абсолютной погрешности измерений, рассчитанный по формуле  $\Delta = 0,50 + 0,05 \cdot C_i$ , мг/дм<sup>3</sup>;

$C_i$  – расчётное значение массовой концентрации измеряемого вещества (нефтепродуктов, жиров) в  $i$ -ом растворе, мг/дм<sup>3</sup>.

Значения пределов допускаемой абсолютной погрешности массовой концентрации растворов НП АВ  $\Delta_{C_i}^{\Delta}$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$\Delta_{C_i}^{\Delta} = \Delta/3 = (1,0 + 0,05 \cdot C_i)/3, \quad (\text{Б.2})$$

где  $\Delta$  – предел основной абсолютной погрешности измерений, рассчитанный по формуле  $\Delta = 1,0 + 0,05 \cdot C_i$ , мг/дм<sup>3</sup>;

$C_i$  – расчетное значение массовой концентрации измеряемого вещества (НП АВ) в  $i$ -ом растворе, мг/дм<sup>3</sup>.

Рассчитанные значения пределов допускаемой абсолютной погрешности по формулам (Б.1) и (Б.2) представлены в таблице Б.1.

Расчётные значения и погрешности расчётных значений приведены в таблицах Б.2 - Б.4.



Таблица Б.1 - Значения пределов допускаемой абсолютной погрешности массовых концентраций компонентов в растворах

Расчётные значения, мг/дм <sup>3</sup>	Пределы допускаемой абсолютной погрешности массовой концентрации нефтепродуктов, жиров в экстрагенте, $\pm \Delta_{C_i}^D$ , мг/дм <sup>3</sup>	Пределы допускаемой абсолютной погрешности массовой концентрации НПАВ в экстрагенте, $\pm \Delta_{C_i}^D$ , мг/дм <sup>3</sup>
$C_1 = 100,0$	1,8	2,0
$C_2 = 50,0$	1,0	1,2
$C_3 = 10,0$	0,3	0,5
$C_4 = 5,0$	0,3	0,4

Таблица Б.2 - Расчётные значения и погрешности расчётных значений массовой концентрации нефтепродуктов в экстрагенте

Расчётные значения, мг/дм <sup>3</sup>	Границы абсолютной погрешности, мг/дм <sup>3</sup>
$C_1 = 100,0$	$\pm 0,7$
$C_2 = 50,0$	$\pm 0,4$
$C_3 = 10,0$	$\pm 0,1$
$C_4 = 5,00$	$\pm 0,04$

Таблица Б.3 - Расчётные значения и погрешности расчётных значений массовой концентрации смеси триглицеридов жирных кислот в экстрагенте

Расчётные значения, мг/дм <sup>3</sup>	Границы абсолютной погрешности, мг/дм <sup>3</sup>
$C_1 = 100,0$	$\pm 1,2$
$C_2 = 50,0$	$\pm 0,6$
$C_3 = 10,0$	$\pm 0,1$
$C_4 = 5,00$	$\pm 0,06$

Таблица Б.4 - Расчётные значения и погрешности расчётных значений массовой концентрации НПАВ в экстрагенте

Расчётные значения, мг/дм <sup>3</sup>	Границы абсолютной погрешности, мг/дм <sup>3</sup>
$C_1 = 100,0$	$\pm 1,2$
$C_2 = 50,0$	$\pm 0,6$
$C_3 = 10,0$	$\pm 0,1$
$C_4 = 5,00$	$\pm 0,06$

### **Б.3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы**

Б.3.1 Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2 по ГОСТ 1770-74.

Б.3.2 Пипетки 2-1-5, 2-2-25 по ГОСТ 29169-91.

Б.3.3 Государственный стандартный образец состава раствора нефтепродуктов (углеводородов) в четырёххлористом углероде ГСО 7822-2000 или ГСО другого типа с аналогичными метрологическими характеристиками.

Б.3.4 Государственный стандартный образец состава смеси триглицеридов жирных кислот ГСО 9437-2009 или ГСО другого типа с аналогичными метрологическими характеристиками.

Б.3.5 Государственный стандартный образец состава раствора неона АФ 9-12 в тетрахлорметане ГСО 10067-2012 или ГСО другого типа с аналогичными метрологическими характеристиками.

Б.3.6 Термостат электрический АТ-1 со стабилизируемой температурой в рабочей камере 20°C и отклонением температуры в рабочей камере не более  $\pm 0,5^\circ\text{C}$  по ГОСТ Р 8.568 или аналогичный по техническим параметрам.

Б.3.7 Экстрагент: углерод четырёххлористый, х.ч. по ГОСТ 20288-74 или для экстракции из водных сред (ЭВС) по ТУ 2631-027-44493179.

Б.3.8 Воронка лабораторная по ГОСТ 25336-82.

Б.3.9 Весы лабораторные электронные ЛВ 210-А рег. № 27251-04 по ГОСТ Р 53228-2008 или аналогичные по техническим параметрам.

Примечание – Метрологические характеристики используемых стандартных образцов и средств измерений приведены в таблицах Б.5 и Б.6.

### **Б.4 Процедура приготовления растворов на основе ГСО**

Б.4.1 Проверка чистоты экстрагента

Б.4.1.1 Произвести подготовку прибора в соответствии с руководством по эксплуатации ИШВЖ.100 РЭ и залить в кювету проверяемый экстрагент, предварительно трижды промыв её этим экстрагентом.

Б.4.1.2 Клавишей  $\wedge$  или  $\vee$  установить маркер на пункт «ЭКСТРАГЕНТ» основного меню и нажать клавишу ВВОД.

Б.4.1.3 При наличии на дисплее сообщения «УСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ С ЭКСТРАГЕНТОМ» установить кювету в прибор, а при появлении на дисплее сообщения «НАЖМИТЕ ВВОД» нажать клавишу ВВОД.

Б.4.1.4 Время между установкой кюветы и нажатием клавиши ВВОД не должно превышать (10 – 15) секунд, в противном случае на дисплее появится сообщение «ПЕРЕУСТАНОВИТЕ КЮВЕТУ».

Б.4.1.5 Для переустановки кюветы необходимо извлечь кювету из прибора и повторить действия по Б.4.1.3.

Б.4.1.6 Если измеренное значение исходного загрязнения экстрагента превышает 20,0 мг/дм<sup>3</sup>, то данный экстрагент для приготовления растворов непригоден.

Б.4.1.7 Для проведения повторного измерения извлечь кювету из прибора и повторить действия по Б.4.1.3.

Б.4.1.8 Извлечь кювету из прибора и нажать клавишу МЕНЮ для выхода в основное меню.

#### Б.4.2 Приготовление растворов нефтепродуктов

Б.4.2.1 Приготовление основного раствора с массовой концентрацией нефтепродуктов  $C_0 = 1000 \text{ мг/дм}^3$

Вскрыть ампулу ГСО 7822-2000, раствор из ампулы количественно перенести в мерную колбу вместимостью  $50 \text{ см}^3$  через воронку.

Ампулу промыть 5 раз экстрагентом порциями по  $5 \text{ см}^3$ , тщательно обмывая поверхность ампулы и воронки, раствор сливать в колбу.

В колбу добавить примерно  $15 \text{ см}^3$  экстрагента, закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

Б.4.2.2 Приготовление раствора с массовой концентрацией нефтепродуктов  $C_1 = 100 \text{ мг/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью  $250 \text{ см}^3$  поместить  $25 \text{ см}^3$  основного раствора пипеткой вместимостью  $25 \text{ см}^3$ .

В колбу долить примерно  $220 \text{ см}^3$  экстрагента, закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

Б.4.2.3 Приготовление раствора с массовой концентрацией нефтепродуктов  $C_2 = 50 \text{ мг/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  поместить  $50 \text{ см}^3$  (две аликвоты по  $25 \text{ см}^3$ ) раствора с массовой концентрацией нефтепродуктов  $C_1 = 100 \text{ мг/дм}^3$  пипеткой вместимостью  $25 \text{ см}^3$ .

В колбу долить примерно  $45 \text{ см}^3$  экстрагента, закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

Б.4.2.4 Приготовление раствора с массовой концентрацией нефтепродуктов  $C_3 = 10 \text{ мг/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  поместить  $10 \text{ см}^3$  (две аликвоты по  $5 \text{ см}^3$ ) раствора с массовой концентрацией нефтепродуктов  $C_1 = 100 \text{ мг/дм}^3$  пипеткой вместимостью  $5 \text{ см}^3$ .

В колбу долить примерно  $85 \text{ см}^3$  экстрагента, закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

Б.4.2.5 Приготовление раствора с массовой концентрацией нефтепродуктов  $C_4 = 5 \text{ мг/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  поместить  $5 \text{ см}^3$  раствора с массовой концентрацией нефтепродуктов  $C_1 = 100 \text{ мг/дм}^3$  пипеткой вместимостью  $5 \text{ см}^3$ .

В колбу долить примерно  $90 \text{ см}^3$  экстрагента, закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

Б.4.3 Приготовление растворов смеси триглицеридов жирных кислот (жиров)

Б.4.3.1 Приготовление основного раствора с массовой концентрацией смеси триглицеридов жирных кислот (жиров)  $C_0 = 1000 \text{ мг/дм}^3$

Вскрыть аккуратно ампулу ГСО 9437-2009.

Взвесить навеску ГСО состава смеси триглицеридов жирных кислот ( $50,0 \pm 0,5$ ) мг и поместить в мерную колбу вместимостью  $50 \text{ см}^3$ .

В колбу долить примерно  $40 \text{ см}^3$  экстрагента и растворить смесь триглицеридов жирных кислот.

Закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 минут.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 минут.

Раствор тщательно перемешать.

Б.4.3.2 Приготовление раствора с массовой концентрацией смеси триглицеридов жирных кислот (жиров)  $C_1 = 100 \text{ мг/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью  $250 \text{ см}^3$  поместить  $25 \text{ см}^3$  основного раствора пипеткой вместимостью  $25 \text{ см}^3$ .

В колбу долить примерно  $220 \text{ см}^3$  экстрагента, закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

Б.4.3.3 Приготовление раствора с массовой концентрацией смеси триглицеридов жирных кислот (жиров)  $C_2 = 50 \text{ мг/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  поместить  $50 \text{ см}^3$  (две аликвоты по  $25 \text{ см}^3$ ) раствора с массовой концентрацией смеси триглицеридов жирных кислот  $C_1 = 100 \text{ мг/дм}^3$  пипеткой вместимостью  $25 \text{ см}^3$ .

В колбу долить примерно  $45 \text{ см}^3$  экстрагента, закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

Б.4.3.4 Приготовление раствора с массовой концентрацией смеси триглицеридов жирных кислот (жиров)  $C_3 = 10 \text{ мг/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  поместить  $10 \text{ см}^3$  (две аликвоты по  $5 \text{ см}^3$ ) раствора с массовой концентрацией смеси триглицеридов жирных кислот  $C_1 = 100 \text{ мг/дм}^3$  пипеткой вместимостью  $5 \text{ см}^3$ .

В колбу долить примерно  $85 \text{ см}^3$  экстрагента, закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

Б.4.3.5 Приготовление раствора массовой концентрации смеси триглицеридов жирных кислот (жиров)  $C_4 = 5 \text{ мг/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  поместить  $5 \text{ см}^3$  раствора с массовой концентрацией смеси триглицеридов жирных кислот  $C_1 = 100 \text{ мг/дм}^3$  пипеткой вместимостью  $5 \text{ см}^3$ .

В колбу долить примерно  $90 \text{ см}^3$  экстрагента, закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

Б.4.4 Приготовление растворов НПАВ

Б.4.4.1 Приготовление основного раствора с массовой концентрацией НПАВ  $C_0 = 1000 \text{ мг/дм}^3$

Вскрыть ампулу ГСО 10067-2012, раствор из ампулы количественно перенести в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  через воронку.

Ампулу промыть 5 раз экстрагентом порциями по  $5 \text{ см}^3$ , тщательно обмывая поверхность ампулы и воронки, раствор сливать в колбу.

В колбу добавить примерно  $70 \text{ см}^3$  экстрагента. Закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

Б.4.4.2 Приготовление раствора с массовой концентрацией НПАВ  $C_1 = 100 \text{ мг/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью  $250 \text{ см}^3$  поместить  $25 \text{ см}^3$  основного раствора пипеткой вместимостью  $25 \text{ см}^3$ .

В колбу долить примерно  $220 \text{ см}^3$  экстрагента, закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

Б.4.4.3 Приготовление раствора с массовой концентрацией НПАВ  $C_2 = 50 \text{ мг/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  поместить  $50 \text{ см}^3$  (две аликвоты по  $25 \text{ см}^3$ ) раствора с массовой концентрацией НПАВ  $C_1 = 100 \text{ мг/дм}^3$  пипеткой вместимостью  $25 \text{ см}^3$ .

В колбу долить примерно  $45 \text{ см}^3$  экстрагента, закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

Б.4.4.4 Приготовление раствора с массовой концентрацией НПАВ  $C_3 = 10 \text{ мг/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  поместить  $10 \text{ см}^3$  (две аликвоты по  $5 \text{ см}^3$ ) раствора с массовой концентрацией НПАВ  $C_1 = 100 \text{ мг/дм}^3$  пипеткой вместимостью  $5 \text{ см}^3$ .

В колбу долить примерно  $85 \text{ см}^3$  экстрагента, закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

Б.4.4.5 Приготовление раствора с массовой концентрацией НПАВ  $C_4 = 5 \text{ мг/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  поместить  $5 \text{ см}^3$  раствора с массовой концентрацией НПАВ  $C_1 = 100 \text{ мг/дм}^3$  пипеткой вместимостью  $5 \text{ см}^3$ .

В колбу долить примерно  $90 \text{ см}^3$  экстрагента, закрыть колбу пробкой и поместить в термостат на 30 мин.

Довести объём раствора в колбе до метки экстрагентом, выдержанным в термостате не менее 30 мин.

Раствор тщательно перемешать.

**Б.5 Расчёт метрологических характеристик растворов, приготовленных на основе ГСО 7822-2000, ГСО 9437-2009 и ГСО 10067-2012 соответственно**

Б.5.1 Расчетное значение массовой концентрации нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ в основных растворах  $C_0$ ,  $\text{мг/дм}^3$ , вычисляют по формуле:

– для основного раствора нефтепродуктов ( $C_0$ )

$$C_0 = A \cdot 1000 / V_k, \quad (\text{Б.3})$$

– для основного раствора смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) ( $C_0$ )

$$C_0 = B \cdot m \cdot 1000 / 100 V_k, \quad (\text{Б.4})$$

– для основного раствора НПАВ ( $C_0$ )

$$C_0 = D \cdot 1000 / V_k, \quad (\text{Б.5})$$

где  $A$  – аттестованное значение массы нефтепродуктов, ГСО 7822-2000, мг;  
 $B$  – аттестованное значение массовой доли суммы триглицеридов жирных кислот, ГСО 9437-2009, %;

$D$  – аттестованное значение массовой концентрации неионогенного ПАВ (АФ 9-12) в тетрахлорметане, ГСО 10067-2012, мг/см<sup>3</sup>;

$V_k$  – объём мерной колбы, используемой при приготовлении растворов, см<sup>3</sup>;

$m$  – масса навески смеси триглицеридов жирных кислот (жиров), мг.

**Б.5.2** Расчетное значение массовой концентрации нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ в растворах  $C_i$  ( $i = 1, 2, 3, 4$ ), мг/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле:

– для первых ( $C_1$ ) растворов нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ

$$C_1 = C_0 \cdot V_a / V_k, \quad (\text{Б.6})$$

– для вторых ( $C_2$ ), третьих ( $C_3$ ) и четвертых ( $C_4$ ) растворов нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ

$$C_i = C_1 \cdot V_a / V_k, \quad (\text{Б.7})$$

где  $V_a$  – объём аликвотной части исходного раствора, используемой для приготовления растворов, см<sup>3</sup>;

$i$  – номер раствора, ( $i = 2, 3, 4$ ).

**Б.5.3** Погрешность расчетного значения массовой концентрации нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ ( $\Delta C_0$ , мг/дм<sup>3</sup>) в основных растворах  $C_0$  с доверительной вероятностью  $P = 0,95$  вычисляют по формуле:

– для основного раствора нефтепродуктов ( $C_0$ )

$$\Delta C_0 = 1,1 \cdot C_0 \sqrt{(\Delta A / A)^2 + (\Delta V_k / V_k)^2}, \quad (\text{Б.8})$$

– для основного раствора смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) ( $C_0$ )

$$\Delta C_0 = 1,1 \cdot C_0 \sqrt{(\Delta B / B)^2 + (\Delta m / m)^2 + (\Delta V_k / V_k)^2}, \quad (\text{Б.9})$$

– для основного раствора НПАВ ( $C_0$ )

$$\Delta C_0 = 1,1 \cdot C_0 \sqrt{(\Delta D / D)^2 + (\Delta V_k / V_k)^2}, \quad (\text{Б.10})$$

где  $\Delta A$  – погрешность аттестованного значения массы нефтепродуктов ГСО 7822-2000, мг;

$\Delta B$  – погрешность аттестованного значения ГСО 9437-2009, %;

$\Delta D$  – погрешность аттестованного значения ГСО 10067-2012, %;

$\Delta V_k$  – погрешность вместимости мерной колбы, используемой при приготовлении растворов, см<sup>3</sup>;

$\Delta m$  – погрешность взвешивания смеси триглицеридов жирных кислот (жиров), мг.

Б.5.4 Погрешность расчетного значения массовой концентрации нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ ( $\Delta C_i$ , мг/дм<sup>3</sup>) в растворах ( $C_i$ ) с доверительной вероятностью  $P = 0,95$  вычисляют по формуле:

– для первых ( $C_1$ ) растворов нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ

$$\Delta C_1 = 1,1 \cdot C_1 \sqrt{(\Delta C_0 / 1,1 \cdot C_0)^2 + (\Delta V_n / V_a)^2 + (\Delta V_k / V_k)^2}, \quad (\text{Б.11})$$

– для вторых ( $C_2$ ) и третьих ( $C_3$ ) растворов нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ

$$\Delta C_i = 1,1 \cdot C_i \sqrt{(\Delta C_1 / 1,1 \cdot C_1)^2 + 2(\Delta V_n / V_a)^2 + (\Delta V_k / V_k)^2}, \quad (\text{Б.12})$$

$(i = 2, 3)$

– для четвертых ( $C_4$ ) растворов нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ

$$\Delta C_4 = 1,1 \cdot C_4 \sqrt{(\Delta C_1 / 1,1 \cdot C_1)^2 + (\Delta V_n / V_a)^2 + (\Delta V_k / V_k)^2}, \quad (\text{Б.13})$$

где  $\Delta V_n$ , – погрешности вместимости пипетки, используемой при приготовлении растворов, см<sup>3</sup>.

Б.5.5 Результаты расчётов по Б.5.2 - Б.5.4 приведены в таблицах Б.2 - Б.4. Характеристики средств измерений, используемых для приготовления растворов, приведены в таблице Б.6.

Б.5.6 Допускается использовать другие процедуры приготовления растворов, при условии, что для значений погрешности массовой концентрации растворов  $\Delta C_i$ , рассчитанных по Б.5.3, Б.5.4, соблюдается условие

$$\Delta C_i < \Delta C_i^D, \quad (\text{Б.14})$$

где  $\Delta C_i$  – погрешность расчетного значения массовой концентрации нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ в  $i$  - растворе, мг/дм<sup>3</sup> ( $i = 1, 2, 3, 4$ );

$\Delta C_i^D$  – пределы допускаемой погрешности массовой концентрации нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ в растворе, мг/дм<sup>3</sup>.

## Б.6 Требования безопасности

Б.6.1 Экстрагент (четырёххлористый углерод) относится ко второму классу опасности по ГОСТ 12.1.005. Предельно допустимая концентрация (ПДК) паров экстрагента в воздухе рабочей зоны равна 20 мг/м<sup>3</sup>. Экстрагент может воздействовать на организм человека через дыхательные пути, кожные покровы и при попадании внутрь. Он не горюч, не взрывоопасен, но, при соприкосновении с открытым пламенем или раскаленными предметами, разлагается с выделением фосгена.



Б.6.2 Все работы с экстрагентом и приготовлением растворов следует проводить в вытяжном шкафу, пользуясь защитной одеждой и резиновыми перчатками. При разливе экстрагента место разлива посыпают песком, который собирают и переносят в специально отведённое место.

### **Б.7 Требования к квалификации оператора**

К приготовлению растворов и вычислениям допускают лиц, имеющих квалификацию инженера-химика или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

### **Б.8 Требования к упаковке и маркировке**

Приготовленные растворы следует хранить в мерных колбах с хорошо пришлифованными пробками. На колбу наклеивают этикетку (наносят маркировку) с указанием массовой концентрации компонентов, даты, времени приготовления, срока годности.

### **Б.9 Условия приготовления и хранения растворов**

Б.9.1 Приготовление растворов проводят при соблюдении в лаборатории следующих условий:

- температура окружающего воздуха, °С, 20 ± 2;
- атмосферное давление, кПа, от 84 до 106,7;
- относительная влажность воздуха  
при температуре 22 °С, %, не более 60.

Б.9.2 Приготовление растворов проводят при термостатировании в течение 30 минут в термостате при температуре (20 ± 0,5) °С.

Б.9.3 Приготовленные растворы следует хранить в мерных колбах с хорошо пришлифованными пробками при температуре от 0 °С до 5 °С. Основной раствор устойчив в течение 6 месяцев. Остальные растворы устойчивы в течение 1 месяца.

Таблица Б.5 – Метрологические характеристики стандартных образцов

Наименование СО вещества, материала – носителей аттестационных характеристик СО	Аттестованное значение СО	Погрешность аттестованного значения СО
ГСО 7822-2000 состава раствора нефтепродуктов в четырёххлористом углероде	50,00 мг	± 0,25 мг
ГСО 9437-2009 состава смеси триглицеридов жирных кислот	99,6 %	± 0,4 %
ГСО 10067-2012 состава раствора Неонола АФ 9-12 в тетрахлорметане	49,5 мг/см <sup>3</sup>	± 1,1 %

Таблица Б.6 – Характеристики СИ, используемых для приготовления растворов

Наименование СИ	НТД на СИ	Измеряемая величина	Значение измеряемой величины	Предел допускаемой погрешности СИ
Колба мерная 2-250-2	ГОСТ 1770-74	Объём ( $V_k$ )	250 см <sup>3</sup>	$\Delta V_k = 0,30 \text{ см}^3$
Колба мерная 2-100-2		Объём ( $V_k$ )	100 см <sup>3</sup>	$\Delta V_k = 0,20 \text{ см}^3$
Колба мерная 2-50-2			50 см <sup>3</sup>	$\Delta V_k = 0,12 \text{ см}^3$
Пипетка 2-2-25	ГОСТ 29169-91	Объём ( $V_a$ )	25 см <sup>3</sup>	$\Delta V_{\pi} = 0,060 \text{ см}^3$
Пипетка 2-1-5			5 см <sup>3</sup>	$\Delta V_{\pi} = 0,015 \text{ см}^3$
Весы лабораторные электронные ЛВ 210-А рег. № 27251-04	ГОСТ Р 53228-2008	Масса ( $m_1$ )	100 мг	$\Delta m_1 = 0,5 \text{ мг}$

## Приложение В

(рекомендуемое)

Форма протокола поверки для модификации «Концентратомер КН-2м»

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № \_\_\_\_\_ «\_\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ г.

В.1 «Концентратомер КН-2м», принадлежащий \_\_\_\_\_

В.2 Заводской номер \_\_\_\_\_

В.3 Поверка \_\_\_\_\_ (первичная/периодическая)

В.4 Место проведения поверки: \_\_\_\_\_

В.5 Поверка проведена в соответствии с : МП-566.310556-2025.

В.6 Средства поверки: \_\_\_\_\_

В.7 Условия поверки: \_\_\_\_\_

В.8 Результаты внешнего осмотра: «Концентратомер КН-2м» соответствует (не соответствует) требованиям МП-566.310556-2025.

В.9 Опробование (установка исходных значений) проведено в соответствии с разделом 8 документа МП-566.310556-2025.

В.10 Определение метрологических характеристик (проверка диапазона измерений и определение основной абсолютной погрешности) проведено в соответствии с разделом 9 документа МП-566.310556-2025.

В.11 Результаты поверки

Результаты определения метрологических характеристик при измерении массовой концентрации нефтепродуктов  $\Delta_{\text{нп}}$  приведены в таблице В.1. Результаты определения метрологических характеристик при измерении массовой концентрации смеси триглицеридов жирных кислот (жиров)  $\Delta_{\text{ж}}$  приведены в таблице В.2. Результаты определения метрологических характеристик при измерении массовой концентрации НП АВ  $\Delta_{\text{нпав}}$  приведены в таблице В.3.

Таблица В.1 – Результаты определения метрологических характеристик при измерении массовой концентрации нефтепродуктов  $\Delta_{\text{нп}}$

Расчётное значение массовой концентрации в растворе $C_i$ , мг/дм <sup>3</sup>	Результаты измерений $X^2_{ij}$ , мг/дм <sup>3</sup>				Значение абсолютной погрешности, $\Delta_i$ , мг/дм <sup>3</sup>	Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, $\Delta = \pm (0,50 + 0,05 \cdot C_i)$ мг/дм <sup>3</sup>
10						$\pm 1,0$
50						$\pm 3,0$
100						$\pm 5,5$
250						$\pm 13,0$

Таблица В.2 – Результаты определения метрологических характеристик при измерении массовой концентрации смеси триглицеридов жирных кислот (жиров)  $\Delta_{iЖ}$

Расчётное значение массовой концентрации в растворе $C_i$ , мг/дм <sup>3</sup>	Результаты измерений $X^2_{ij}$ , мг/дм <sup>3</sup>				Значение абсолютной погрешности, $\Delta_i$ , мг/дм <sup>3</sup>	Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, $\Delta = \pm (0,50 + 0,05 \cdot C_i)$ мг/дм <sup>3</sup>
10						$\pm 1,0$
50						$\pm 3,0$
100						$\pm 5,5$
250						$\pm 13,0$

Таблица В.3 - Результаты определения метрологических характеристик при измерении массовой концентрации НПАВ  $\Delta_{iНПАВ}$

Расчётное значение массовой концентрации в растворе $C_i$ , мг/дм <sup>3</sup>	Результаты измерений $X^2_{ij}$ , мг/дм <sup>3</sup>				Значение абсолютной погрешности, $\Delta_i$ , мг/дм <sup>3</sup>	Пределы допускаемой основной погрешности, $\Delta = \pm (1,0 + 0,05 \cdot C_i)$ , мг/дм <sup>3</sup>
10						$\pm 1,5$
50						$\pm 3,5$
100						$\pm 6,0$
250						$\pm 13,5$

## В.12 Заключение по результатам поверки

По результатам поверки прибор признан пригодным (не пригодным) к выполнению измерений массовой концентрации \_\_\_\_\_

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

№ \_\_\_\_\_

«\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 20 \_\_\_\_ г.

Поверку проводил \_\_\_\_\_

подпись

\_\_\_\_\_

инициалы, фамилия

## Приложение Г (рекомендуемое)

Форма протокола поверки для модификации «Концентратормер КН-2с»

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № \_\_\_\_\_ «\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 20 \_\_\_\_ г.

Г.1 «Концентратормер КН-2с», принадлежащий \_\_\_\_\_

Г.2 Заводской номер \_\_\_\_\_

Г.3 Поверка \_\_\_\_\_ (первичная/периодическая)

Г.4 Место проведения поверки: \_\_\_\_\_

Г.5 Поверка проведена в соответствии с документом МП-566.310556-2025.

Г.6 Средства поверки: \_\_\_\_\_

Г.7 Условия поверки: \_\_\_\_\_

Г.8 Результаты внешнего осмотра: «Концентратормер КН-2с» соответствует (не соответствует) требованиям МП-566.310556-2025.

Г.9 Опробование (установка исходных значений) проведено в соответствии с разделом 8 документа МП-566.310556-2025.

Г.10 Определение метрологических характеристик (проверка диапазона измерений и определение основной абсолютной погрешности) проведено в соответствии с разделом 9 документа МП-566.310556-2025.

Г.11 Результаты поверки

Результаты определения метрологических характеристик при измерении массовой концентрации нефтепродуктов  $\Delta_{\text{НП}}$  приведены в таблице Г.1. Результаты определения метрологических характеристик при измерении массовой концентрации смеси триглицеридов жирных кислот (жиров)  $\Delta_{\text{Ж}}$  приведены в таблице Г.2. Результаты определения метрологических характеристик при измерении массовой концентрации НП АВ  $\Delta_{\text{НП АВ}}$  приведены в таблице Г.3.

Таблица Г.1– Результаты определения метрологических характеристик при измерении массовой концентрации нефтепродуктов  $\Delta_{\text{нп}}$

Расчётное значение массовой концентрации в растворе $C_i$ , мг/дм <sup>3</sup>	Результаты измерений $X_{ij}^2$ , мг/дм <sup>3</sup>				Значение абсолютной погрешности, $\Delta_i$ , мг/дм <sup>3</sup>	Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, $\Delta = \pm (0,50 + 0,05 \cdot C_i)$ мг/дм <sup>3</sup>
5						$\pm 0,75$
10						$\pm 1,0$
50						$\pm 3,0$
100						$\pm 5,5$

Таблица Г.2 – Результаты определения метрологических характеристик при измерении массовой концентрации смеси триглицеридов жирных кислот (жиров)  $\Delta_{\text{ж}}$

Расчётное значение массовой концентрации в растворе $C_i$ , мг/дм <sup>3</sup>	Результаты измерений $X_{ij}^2$ , мг/дм <sup>3</sup>				Значение абсолютной погрешности, $\Delta_i$ , мг/дм <sup>3</sup>	Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, $\Delta = \pm (0,50 + 0,05 \cdot C_i)$ мг/дм <sup>3</sup>
5						$\pm 0,75$
10						$\pm 1,0$
50						$\pm 3,0$
100						$\pm 5,5$

Таблица Г.3 - Результаты определения метрологических характеристик при измерении массовой концентрации НП АВ  $\Delta_{\text{нпав}}$

Расчётное значение массовой концентрации в растворе $C_i$ , мг/дм <sup>3</sup>	Результаты измерений $X_{ij}^2$ , мг/дм <sup>3</sup>				Значение абсолютной погрешности, $\Delta_i$ , мг/дм <sup>3</sup>	Пределы допускаемой основной погрешности, $\Delta = \pm (1,0 + 0,05 \cdot C_i)$ , мг/дм <sup>3</sup>
5						$\pm 1,25$
10						$\pm 1,5$
50						$\pm 3,5$
100						$\pm 6,0$

## Г.12 Заключение по результатам поверки

По результатам поверки прибор признан пригодным (не пригодным) к выполнению измерений массовой концентрации \_\_\_\_\_

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)  
№ \_\_\_\_\_  
« \_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 20 \_\_ \_ г.

Поверку проводил \_\_\_\_\_  
подпись  
\_\_\_\_\_ инициалы, фамилия

## Приложение Д (рекомендуемое)

Форма протокола поверки для модификации «Концентратормер КН-3»

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № \_\_\_\_\_ «\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_\_\_ г.

Д.1 «Концентратормер КН-3», принадлежащий \_\_\_\_\_

Д.2 Заводской номер \_\_\_\_\_

Д.3 Поверка \_\_\_\_\_ (первичная/периодическая)

Д.4 Место проведения поверки: \_\_\_\_\_

Д.5 Поверка проведена в соответствии с : МП-566.310556-2025.

Д.6 Средства поверки: \_\_\_\_\_

Д.7 Условия поверки: \_\_\_\_\_

Д.8 Результаты внешнего осмотра: «Концентратормер КН-3» соответствует (не соответствует) требованиям МП-566.310556-2025.

Д.9 Опробование (установка исходных значений) проведено в соответствии с разделом 8 документа МП-566.310556-2025..

Д.10 Определение метрологических характеристик (проверка диапазона измерений и определение основной абсолютной погрешности) проведено в соответствии с разделом 9 документа МП-566.310556-2025.

Д.11 Результаты поверки

Результаты определения метрологических характеристик при измерении массовой концентрации нефтепродуктов  $\Delta^1_{инп}$  для одноволнового режима и  $\Delta^2_{инп}$  для двухволнового режима приведены в таблице Д.1.

Результаты определения метрологических характеристик при измерении массовой концентрации смеси триглицеридов жирных кислот (жиров)  $\Delta^1_{иж}$  для одноволнового режима и  $\Delta^2_{иж}$  для двухволнового режима приведены в таблице Д.2.

Результаты определения метрологических характеристик при измерении массовой концентрации НП АВ  $\Delta^1_{инпав}$  для одноволнового режима и  $\Delta^2_{инпав}$  для двухволнового режима приведены в таблице Д.3.



Таблица Д.1 – Результаты определения метрологических характеристик при измерении массовой концентрации нефтепродуктов  $\Delta_{инп}$

Расчетное значение массовой концентрации в растворе $C_i$ , мг/дм <sup>3</sup>	Результаты измерений для одноволнового режима $X^1_{ij}$ , мг/дм <sup>3</sup>				Значение абсолютной погрешности для одноволнового режима $\Delta^1_i$ , мг/дм <sup>3</sup>	Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, $\Delta = \pm (0,50 + 0,05 \cdot C_i)$ , мг/дм <sup>3</sup>
	Результаты измерений для двухволнового режима $X^2_{ij}$ , мг/дм <sup>3</sup>				Значение абсолютной погрешности для двухволнового режима $\Delta^2_i$ , мг/дм <sup>3</sup>	
5						$\pm 0,75$
10						$\pm 1,0$
50						$\pm 3,0$
100						$\pm 5,5$

Таблица Д.2 – Результаты определения метрологических характеристик при измерении массовой концентрации смеси триглицеридов жирных кислот (жиров)  $\Delta_{иж}$

Расчетное значение массовой концентрации в растворе $C_i$ , мг/дм <sup>3</sup>	Результаты измерений для одноволнового режима $X^1_{ij}$ , мг/дм <sup>3</sup>				Значение абсолютной погрешности для одноволнового режима $\Delta^1_i$ , мг/дм <sup>3</sup>	Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, $\Delta = \pm (0,50 + 0,05 \cdot C_i)$ , мг/дм <sup>3</sup>
	Результаты измерений для двухволнового режима $X^2_{ij}$ , мг/дм <sup>3</sup>				Значение абсолютной погрешности для двухволнового режима $\Delta^2_i$ , мг/дм <sup>3</sup>	
5						$\pm 0,75$
10						$\pm 1,0$
50						$\pm 3,0$
100						$\pm 5,5$

Таблица Д.3 – Результаты определения метрологических характеристик при измерении массовой концентрации НПАВ  $\Delta_{\text{НПАВ}}$

Расчетное значение массовой концентрации в растворе $C_i$ , мг/дм <sup>3</sup>	Результаты измерений для одноволнового режима $X^1_{ij}$ , мг/дм <sup>3</sup>				Значение абсолютной погрешности для одноволнового режима $\Delta^1_i$ , мг/дм <sup>3</sup>	Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, $\Delta = \pm (1,0 + 0,05 \cdot C_i)$ , мг/дм <sup>3</sup>
	Результаты измерений для двухволнового режима $X^2_{ij}$ , мг/дм <sup>3</sup>				Значение абсолютной погрешности для двухволнового режима $\Delta^2_i$ , мг/дм <sup>3</sup>	
5						± 1,25
10						± 1,5
50						± 3,5
100						± 6,0

#### Д.12 Заключение по результатам поверки

По результатам поверки прибор признан пригодным (не пригодным) к выполнению измерений массовой концентрации \_\_\_\_\_

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)  
 № \_\_\_\_\_  
 «\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 20 \_\_\_\_ г.

Поверку проводил \_\_\_\_\_  
 подпись \_\_\_\_\_ инициалы, фамилия \_\_\_\_\_