

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


**УТВЕРЖДАЮ**  
Директор  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»  
К.В. Гоголинский  
«22» марта 2017 г.

Анализаторы содержания нефтепродуктов в воде промышленные Hydrosense 2410

## МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-0965-2017

Руководитель отдела  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

  
Ю.А. Кустиков

  
Ст. научный сотрудник  
А.Б. Копыльцова

Санкт-Петербург  
2017

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы содержания нефтепродуктов в воде промышленные Hydrosense 2410, фирмы «Arjay Engeneering Ltd», Канада, и устанавливает методы и средства их первичной поверки при ввозе в страну, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.  
Интервал между поверками – 1 год.

## 1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции (Таблица 1):

Таблица 1

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			в процессе эксплуатации	после ремонта
1.	Внешний осмотр, проверка комплектности	7.1.	да	да
2.	Опробование и проверка общего функционирования	7.2.	да	да
3.	Подтверждение соответствия ПО	7.3.	да	да
4.	Определение метрологических характеристик	7.4.	да	да

Допускается проведение поверки анализатора в рабочем диапазоне измерений в соответствии с заявлением владельца анализатора, с обязательным указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

## 2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. Государственный стандартный образец состава раствора нефтепродуктов в водорастворимой матрице ГСО 8654-2005, Рег № НВМ-9-ЭК.

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

Метрологические характеристики ГСО приведены в Таблице 2.

Таблица 2

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

2.2. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2.3. Пипетки мерные 2 кл точности по ГОСТ 29288-91.

2.4. Бутыли стеклянные вместимостью 5 л.

2.5. Весы технические по ГОСТ 29329 с пределом взвешивания не менее 10 кг.

2.6. Приготовление контрольных растворов – водных растворов ГСО 8654-2005 в диапазоне содержаний нефтепродуктов от 1 до 250 мг/ дм<sup>3</sup>.

Приготовление контрольных смесей производится согласно «Инструкции по применению СО НВМ-9-ЭК» растворением ГСО состава нефтепродуктов в водорастворимой матрице в

дистиллированной воде объемно-весовым методом при температуре  $20 \pm 2$  °С. Рекомендуемые соотношения объемов СО и воды дистиллированной приведены в Таблице 3.

Таблица 3.

№	№ Стандартного образца	Аликвота СО, см <sup>3</sup>	Объем воды дистиллированной, дм <sup>3</sup>	Массовая концентрация н/продукта в растворе С <sub>v</sub> , млн <sup>-1</sup> (ppm)
1	ГСО 8654-2005 НВМ-9-ЭК	1,0	4,999	1,0
2	ГСО 8654-2005 НВМ-9-ЭК	5,0	4,995	5,0
3	ГСО 8654-2005 НВМ-9-ЭК	10,0	4,990	10,0
4	ГСО 8654-2005 НВМ-9-ЭК	50,0	4,950	50
5	ГСО 8654-2005 НВМ-9-ЭК	100,0	4,900	100
6	ГСО 8654-2005 НВМ-9-ЭК	250,0	4,750	250

Допускается приготовление смесей по Таблице 3 в пластиковых бутылках вместимостью не менее 5 дм<sup>3</sup>; срок хранения – не более 6 часов.

Допускается проводить очередную поверку по контрольным смесям, приготовленным по Приложению 1 (обязательному).

2.4. Допускается применение других средств поверки с характеристиками не хуже указанных, допущенных к применению в установленном порядке.

### 3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. При проведении поверки соблюдают требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.021, а при работе с электроустановками – по ГОСТ 12.1.019 и ГОСТ 12.2.007.0.

### 4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С 15...25
- атмосферное давление, кПа 90,6...104,8
- относительная влажность воздуха, % 8 не более 0

### 5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

5.1. К проведению измерений по поверке допускаются лица:

- имеющие опыт работы с электронными средствами измерений;
- изучившие техническое описание поверяемого прибора и методику поверки конкретного типа прибора.

### 5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

6.1. Перед проведением поверки отключить анализатор от анализируемого потока; отсоединить линии подачи пробы от входного и выходного отверстий измерительной плиты. Измерительную плиту анализатора следует очистить от загрязнения с помощью моющих средств, многократно промыть чистой дистиллированной водой.

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

6.3. Включить питание прибора и прогреть его в течение 60 мин.

6.4. Подготовить контрольные растворы СО, применяемые при поверке.

6.5. При периодической поверке допускается проводить поверку в рабочем диапазоне анализатора<sup>1</sup>. При этом контрольные смеси выбираются таким образом, чтобы расчетная массовая концентрация нефтепродуктов в них находилась в следующих диапазонах: примерно 10-50% и примерно 70-90% рабочего диапазона.

## 7. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

### 7. Проведение поверки

#### 7.1. Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие измерителя следующим требованиям:

- Наличие эксплуатационной документации на русском языке;
- Соответствие комплектности прибора спецификации;
- Отсутствие механических повреждений и дефектов покрытия;
- Целостность показывающих приборов;
- Надписи и обозначения на приборе должны быть четкими и соответствовать технической документации фирмы-изготовителя.

#### 7.2. Опробование и проверка общего функционирования анализатора

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

7.3. Подтверждение соответствия программного обеспечения проводится визуально при включении системы. Версия ПО отображается на дисплее титратора в верхнем правом углу.

Результат проверки соответствия программного обеспечения считают положительным, если наименование ПО и номер версии, отображающийся при включении системы, соответствует указанному в таблице 4.

Таблица 4

Наименование ПО	Идентификационное наименование ПО	Номер версии ПО
ПО	Oilsns	Не ниже 55

#### 7.4. Определение метрологических характеристик.

##### 7.4.1. Порядок действий при проведении поверки на приборе.

7.4.1.1. Подайте на измерительную плиту анализатора поверочный раствор, начиная с раствора с наименьшей массовой концентрацией. Убедитесь, что поток свободно стекает и жидкость не скапливается в дренажном желобе. Убедитесь, что измерительная плита ровно и полностью покрыта раствором.

7.4.1.2. Проведите два последовательных измерения содержания нефтепродуктов в контрольном растворе.

7.4.1.3. После проведения измерений промойте измерительную плиту дистиллированной водой и перейдите к испытаниям следующего раствора.

<sup>1</sup> Рабочий диапазон анализатора должен быть утвержден Руководителем предприятия, на котором эксплуатируется анализатор.

#### 7.4.2. Определение приведенной погрешности.

Определение приведенной погрешности проводят для каждого из двух последовательных измерений для *i*-ого контрольного раствора.

Приведенную погрешность анализатора рассчитывают по формуле (1).

$$\Delta = |C_i - C_v| / X_n \cdot 100 \quad (1)$$

Где  $C_i$  - результат измерения содержания нефтепродуктов в *i*-ой контрольной смеси,  $\text{млн}^{-1}$  (ppm);  
 $C_v$  - расчетное содержание нефтепродуктов в *i*-ой контрольной смеси по Таблице 3,  $\text{млн}^{-1}$  (ppm);  
 $X_n$  - нормирующее значение (значение верхнего предела диапазона измерений),  $\text{млн}^{-1}$  (ppm).

7.4.3. Анализатор считается выдержавшим поверку, если значение приведенной погрешности, для каждого из двух последовательных определений каждого из контрольных растворов не превышает  $\pm 10\%$ .

### 8. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1. При проведении поверки работы прибора составляется протокол по форме Приложения 1 (рекомендуемое) или оформляется протокол поверки в произвольной форме.

8.2. Титратор, удовлетворяющий требованиям настоящей инструкции, признается годным. Положительные результаты оформляются свидетельством о его поверке.

8.3. На анализатор, признанный негодным к эксплуатации, выписывается извещение о непригодности с указанием причин.

8.4. Знак поверки наносится на свидетельство.

Приготовление контрольных растворов на основе индустриального масла И-40А

1. Реактивы и материалы.

- 1.1 Диметилформамид (ДМФА) х.ч. ГОСТ 20289-74.
- 1.2 Масло индустриальное И-40А, ГОСТ 20799-88.
- 1.3 Пипетки мерные 2 кл точности по ГОСТ 29288-91.
- 1.4 Колба мерная ГОСМТ 1770-74 вместимостью 500 см<sup>3</sup>.
- 1.5. Бутыли стеклянные вместимостью 5 л.
- 1.6 Стаканы ГОСТ 253336 – 82 вместимостью 100 см<sup>3</sup>.
- 1.7 Бутыль стеклянная темного стекла вместимостью 1 дм<sup>3</sup>.
- 1.8 Весы лабораторные ГОСТ 24104-2001 с пределом взвешивания 210 г, погрешностью взвешивание 0,0005 г.

2 Приготовление исходного раствора А<sub>0</sub> масла индустриального в ДМФА.

2.1 В стакане вместимостью 100 см<sup>3</sup> берут навеску 2,500 г масла индустриального с погрешностью не более 0,0005 г и добавляют ДМФА до растворения. Раствор количественно переносят в колбу мерную вместимостью 500 см<sup>3</sup> и доводят до метки ДМФА. Массовая концентрация нефтепродукта в растворе А<sub>0</sub> ДМФА составляет 5000 мг/дм<sup>3</sup>.

2.2 Контрольные растворы готовят в соответствии с рекомендациями Таблицы 5.

Таблица 5

№	Аликвота исходного раствора А <sub>0</sub> , см <sup>3</sup>	Объем воды дистиллированной, дм <sup>3</sup>	Массовая концентрация н/продукта в контрольной смеси С <sub>v</sub> , млн <sup>-1</sup> (ppm)
1	1,0	4,999	1,0
2	5,0	4,995	5,0
3	10,0	4,990	10,0
4	50,0	4,950	50
5	100,0	4,900	100
6	250,0	4,750	250

Допускается приготовление контрольных смесей по Таблице 5 в пластиковых бутылках вместимостью не менее 5 дм<sup>3</sup>; срок хранения – не более 6 часов.

Относительная погрешность приготовления контрольных смесей не превышает ±1%.

## ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Наименование: анализатор содержания нефтепродуктов в воде промышленный Hydrosense 2410

Зав. номер \_\_\_\_\_

Дата выпуска \_\_\_\_\_

Представлен \_\_\_\_\_

Условия поверки:

- температура окружающего воздуха, °С .....

- атмосферное давление, кПа .....

- относительная влажность, % .....

Таблица 1

Результат определения абсолютной погрешности анализатора

№ п/п	Массовая концентрация н/продукта в растворе $C_v$ , мг/дм <sup>3</sup>	Результат определения, мг (C/1,135), мг/дм <sup>3</sup>		Относительная погрешность, %		Пределы допускаемой приведенной погрешности, %
		№1	№2	№1	№2	
1	1,0					± 10

Погрешность измерения не превышает норматива.

Заключение \_\_\_\_\_

Подпись поверителя \_\_\_\_\_

Дата \_\_\_\_\_