

УТВЕРЖДАЮ
Директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

К.В. Гоголинский
«22» ноября 2016 г.



Анализаторы содержания солей в нефти кондуктометрические
К23050

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 242-2081-2016

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

Л.А.Конопелько

Ст. научный сотрудник
А.Б. Копыльцова

А.Б. Копыльцова

Санкт-Петербург
2016

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы содержания солей в нефти кондуктометрические K23050 фирмы «Koehler Instrument Company, Inc», США, в том числе выпущенные ранее, и устанавливает методику их поверки.

Интервал между поверками – 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции.

Таблица 1

№	Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			первичной	периодической
1.	Внешний осмотр, проверка комплектности	6.1.	да	да
2.	Опробование и проверка общего функционирования	6.2.	да	да
3.	Подтверждение соответствия ПО	6.3.	да	да
4.	Определение метрологических характеристик	6.4.	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

При проведении поверки необходимо применять следующие средства поверки

- 2.1.1. Натрий хлористый (NaCl) хч по ГОСТ 4233-77;
- 2.1.2. Кальций хлористый технический (CaCl₂), высший сорт, по ГОСТ 450-77;
- 2.1.3. Магний хлористый шестиводный (MgCl₂*6H₂O), хч по ГОСТ 4209-77.
- 2.2. Термометр, диапазон 0 – 55 °С, с ценой деления 0,1 °С.
- 2.3. Спирт н-бутиловый (бутанол-1), чда по ГОСТ 6006-78 или «высший сорт» по ГОСТ 29227, или хч по ТУ 2632-021-44493179-98.
- 2.4. Спирт метиловый, хч или чда по ГОСТ 6995-77 или марки А по ГОСТ 2222-95.
- 2.5. о-ксилол хч или чда по ТУ 2631-088-4493179 или ТУ 2631-008-44493179-03.
- 2.6. Масло вазелиновое, ГОСТ 3164-78.
- 2.7. Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.
- 2.8. Колбы мерные по ГОСТ 1770-74.
- 2.9. Пипетки по ГОСТ 29169-91.
- 2.10. Цилиндры мерные вместимостью 100 см³, тип 2-100-2, по ГОСТ 1770-74.

Примечание: допускается применение других средств поверки, допущенных к применению в Российской Федерации в установленном порядке и обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

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.
- 3.2. Помещение, в котором осуществляется поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

3.3. Исполнители должны быть проинструктированы о мерах безопасности при работе с приборами в соответствии с инструкциями, прилагаемыми к приборам. Организацию обучения работающих с прибором по безопасности труда производят по ГОСТ 12.0.004.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

- 4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:
- | | |
|------------------------------------|------------------|
| температура окружающей среды, °С | от 15 до 25 |
| атмосферное давление, кПа | от 90,6 до 104,8 |
| относительная влажность воздуха, % | от 30 до 80 |

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Перед проведением поверки анализатор следует прогреть в течение не менее двух часов.

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

5.3. Приготовить контрольные растворы и смешанный нефтяной растворитель по Приложению 2.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. 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;
- Прибор должен размещаться на рабочей поверхности стола в соответствии с Руководством по эксплуатации.

6.2. Опробование

Опробование анализатора происходит в автоматическом режиме. В случае успешного самотестирования после включения на дисплее появится главное меню программы управления анализатором.

6.3. Подтверждение соответствия программного обеспечения проводится визуально. Название ПО и версия ПО нанесена на корпус анализатора в виде наклейки. Результат проверки соответствия программного обеспечения считают положительным, если название ПО и номер версии соответствует указанному в таблице 2.

Таблица 2

Наименование ПО	Идентификационное наименование ПО	Номер версии ПО
ПО	K23050 Software	Не ниже 1.0

6.3. Опробование и проверка общего функционирования.

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.

Проверка термокомпенсации осуществляется путем сопоставления показаний датчика температуры с показаниями контрольного термометра, погруженных в дистиллированную воду при температуре от 15 до 25 °С. Анализатор считается прошедшим опробование, если разница показаний по модулю не превышает 0,3 °С.

6.4. Определение метрологических характеристик.

6.4.1. Определение относительной погрешности анализатора производится путем измерения содержания хлористых солей в контрольных растворах, приготовленных по Приложению 2. При поверке должно быть использовано не менее трех контрольных растворов (не считая раствора №1 – холостой пробы).

6.4.2. Проводят по два измерения содержания солей в каждом контрольном растворе. При этом раствор №1 (холостой) используется для автоматического учета фона согласно Руководству по эксплуатации.

6.4.2.2. Вычисляют относительную погрешность анализатора по формуле:

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

где: C_i - i -ое значение результата измерения содержания солей, мг/дм³;

$C_{наст}$ - аттестованное значение содержания солей в поверочном растворе, мг/дм³.

6.4.3. Анализатор считается выдержавшим поверку, если относительная погрешность каждого измерения не превышает значений, указанных в таблице 2:

Таблица 2

№ п/п	№ поверочного раствора по Таблице 1	Аттестованное значение содержания солей в поверочном растворе, мг/дм ³	Пределы допускаемой относительной погрешности, %
	2	3,0	± 30
	3	9,0	± 10
	4	75	± 6
	5	190	± 3
	6	430	± 3

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений. Форма протокола приведена в Приложении 1 к настоящей методике.

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

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

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Наименование:

Зав. номер _____

Тип _____

Представлен _____

Поверка проводится согласно документу МП 242-2081-2016 «Анализаторы содержания солей в нефти кондуктометрические K23050. Методика поверки»

Условия поверки:

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

Средства поверки:

Результат определения относительной погрешности анализатора

Таблица 1

№	Аттестованное значение массовой концентрации хлористых солей, мг/дм ³	Полученное значение массовой концентрации хлористых солей, мг/дм ³	Относительная погрешность, %
1			

Относительная погрешность измерения не превышает норматива _____ %.

Заключение _____

Подпись поверителя

Дата _____

Методика приготовления контрольных растворов

1. Приготовление смешанного спиртового растворителя.

Смешивают 630 см³ спирта н-бутилового и 370 см³ спирта метилового¹. К смеси добавляют 3.0 см³ дистиллированной воды. Смесь перемешивают. Хранят в темной бутылки. Срок хранения – 1 месяц.

2. Приготовление смешанного раствора солей.

2.1. В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают навеску хлористого натрия (1,000±0,0001) г, доливают 25 мл дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения и доводят до метки смешанным спиртовым растворителем по п. 1. Срок хранения 3 дня при стандартных условиях.

2.2. В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают навеску хлористого магния (2,1400±0,0001) г, доливают 25 мл дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения и доводят до метки смешанным спиртовым растворителем по п. 1. Срок хранения 3 дня при стандартных условиях.

2.3. В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают навеску хлористого кальция (1,000±0,0001) г, доливают 25 мл дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения и доводят до метки смешанным спиртовым растворителем по п. 1. Срок хранения 3 дня при стандартных условиях.

2.4. В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 70 см³ раствора по п.2.1, 20 см³ раствора по п. 2.2. и 10 см³ раствора по п. 2.3. и перемешивают в течении 1 минуты.

2.5. В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 10 см³ раствора по п.2.4 и доводят до метки смешанным спиртовым растворителем.

3. Приготовление контрольных растворов.

Контрольные растворы готовят в соответствии с рекомендациями Таблицы 1 смешением раствора солей по п. 2, 10 см³ масла вазелинового, о-ксилола и смешанного спиртового растворителя в мерном цилиндре вместимостью 100 см³. Для всех растворов берут 10 см³ масла вазелинового. Процедура смешения, следующая: наливают в цилиндр вместимостью 100 см³ примерно 15 см³ о-ксилола, пипеткой вместимостью 10 см³ берут аликвоту масла вазелинового и переносят ее в цилиндр. Остаток масла из пипетки смывают в цилиндр о-ксилолом, доводя объем в цилиндре до 50 см³ (см Примечание *). Тщательно перемешивают в течение 30 секунд. Пипеткой соответствующей вместимости вносят расчетный объем смешанного раствора солей согласно Таблице 1. Доводят до метки смешанным спиртовым растворителем. Содержимое цилиндра перемешивают. Измерение проводят не менее, чем через 5 минут после смешения. Расчет приведен на основании таблицы №1 ASTM D 3230 [3].

¹ Примечание: Основным источником погрешности измерения, связанным с качеством реактивов, является содержание воды в них. Допускается применение реактивов с массовым долей воды не более следующих значений, %:

- метанол н/б 0,05;
- н-бутанол н/б 0,1;
- о-ксилол н/б 0,05.

В случае превышения данных нормативов допускается проводить осушку реактивов агентами-осушителями с последующим контролем содержания воды по ГОСТ 14870-77 или ГОСТ 24614-81.

Таблица 1

№	Объем смешанного раствора солей, см ³	Объем ксилола, см ³	Объем смешанного растворителя, см ³	Объем вазелинового масла, см ³	Аттестованное значение содержания солей, мг/дм ³
1	0	40	50	10	0
2	0.3	40	до 100	10	3.0
3	1.0	40	до 100	10	9.0
4	8.0	40	до 100	10	75
5	20.0	40	до 100	10	190
6	45.0	40	до 100	10	430

4. Расчет погрешности приготовления контрольных растворов.

Относительная погрешность аттестации контрольных растворов определяется по формуле:

$$\delta = 1.13 \sqrt{3\delta_1^2 + \delta_2^2 + 5\delta_3^2 + 0,7\delta_{41}^2 + 0,2\delta_{42}^2 + 0,1\delta_{43}^2 + 5\delta_5^2} \quad (1)$$

$$\delta = 1.2 \%$$

где:

δ_1 – относительная погрешность измерения массы навески, 0,01%;

δ_2 – относительная погрешность измерения объема растворов с помощью мерных цилиндров вместимостью 100 см³, 1 кл точности, 0,5%;

δ_3 – относительная погрешность измерения объема растворов с помощью мерной колбы 1 кл точности¹, 0,2%;

δ_{4x} – относительная погрешность определения содержания основного вещества (для MgCl₂ ±1 %, для CaCl₂ ±1,75 %, NaCl ±0,05%).

δ_5 – относительная погрешность измерения объема растворов пипетками 1 кл точности, 0,2%;

4. Характеристики средств измерений, используемые при приготовлении контрольных растворов.

Наименование СИ	НТД на СИ	Измеряемая величина	Значение измеряемой величины	Предел допускаемой абсолютной погрешности СИ
Весы лабораторные	ГОСТ 24104	Масса	До 210 г	±0,00001 г
Колба мерная 2-1000-2	ГОСТ 1770	Объем	1000 см ³	±1,00 см ³
Колба мерная 2-100-2			100 см ³	±0,20 см ³
Пипетка 1-20	ГОСТ 29169	Объем	20 см ³	±0,03 см ³
Пипетка 1-50			50 см ³	±0,05 см ³
Пипетка 2-1-10			10 см ³	±0,02 см ³