

Западно-Сибирский филиал
Федерального государственного унитарного предприятия
«Всероссийский научно-исследовательский институт
физико-технических и радиотехнических измерений»
(Западно-Сибирский филиал ФГУП «ВНИИФТРИ»)

УТВЕРЖДАЮ

Зам. директора

Западно-Сибирского филиала

ФГУП «ВНИИФТРИ»



В.Ю. Кондаков

2020 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

КОНЦЕНТРАТОМЕРЫ КН

Методика поверки

МП-260-РА.RU.310556-2020

Новосибирск

2020 г.

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА: Западно-Сибирский филиал Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений»

(Западно-Сибирский филиал ФГУП «ВНИИФТРИ»), г. Новосибирск

ИСПОЛНИТЕЛИ: Западно-Сибирский филиал
ФГУП «ВНИИФТРИ» Гривастов Д. А.

ООО «СИБЭКОПРИБОР» Корилов А. М.,
Орнацкая Г. Н.

2 УТВЕРЖДЕНА: Западно-Сибирский филиал
ФГУП «ВНИИФТРИ» « 24 » 03 2020 г.

3 ЗАРЕГИСТРИРОВАНА ФГУП «СНИИМ» за № МП-260-РА.RU.310556-2020

ВВОДИТСЯ ВПЕРВЫЕ

Содержание

Введение	4
1 Операции поверки	5
2 Средства поверки	5
3 Требования безопасности.....	6
4 Условия поверки	7
5 Подготовка к поверке	7
6 Проведение поверки	7
6.1 Внешний осмотр.....	7
6.2 Опробование (установка исходных значений)	8
6.3 Определение метрологических характеристик	10
7 Обработка результатов измерений.....	16
8 Оформление результатов поверки.....	19
Приложение А (обязательное) Методика приготовления растворов нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НП АВ в экстрагенте на основе ГСО для модификации «Концентратомер КН-2м»	20
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».....	31
Приложение В (рекомендуемое) Форма протокола поверки для модификации «Концентратомер КН-2м»	42
Приложение Г (рекомендуемое) Форма протокола поверки для модификации «Концентратомер КН-2с»	44
Приложение Д (рекомендуемое) Форма протокола поверки для модификации «Концентратомер КН-3».....	46

Введение

Настоящая методика распространяется на концентратомеры КН (далее – приборы), предназначенные для измерения массовой концентрации:

- нефтепродуктов в пробах питьевых, природных, сточных и очищенных сточных вод;
- нефтепродуктов в пробах почв и донных отложений;
- жиров в пробах природных, сточных и очищенных сточных вод;
- нефтепродуктов и жиров (при их совместном присутствии) в пробах питьевых, природных и очищенных сточных вод;
- неионогенных поверхностно-активных веществ (далее - НП АВ) в пробах питьевых, природных и сточных вод.

Методика поверки устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Перед проведением поверки необходимо ознакомиться с руководством по эксплуатации ИШВЖ.100 РЭ.

Поверка приборов должна производиться при выпуске из производства, при эксплуатации и при выпуске из ремонта.

Методика поверки соответствует требованиям РМГ 51-2002.

Интервал между поверками – один год.

1 Операции поверки

1.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование	Номер пункта методики поверки	Проведение операций при:	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2 Опробование (установка исходных значений): установка «0»;	6.2.1	Да	Да
установка исходного значения «100» для определения массовых концентраций нефтепродуктов;	6.2.2	Да	Да/Нет*
установка исходного значения «100» для определения массовых концентраций жиров;	6.2.3	Да	Да/Нет*
установка исходного значения «100» для определения массовых концентраций НП АВ	6.2.4	Да	Да/Нет*
3 Определение метрологических характеристик (диапазона измерений и основной абсолютной погрешности измерений):			
- массовой концентрации нефтепродуктов;	6.3.1	Да	Да/Нет*
- массовой концентрации жиров;	6.3.2	Да	Да/Нет*
- массовой концентрации НП АВ	6.3.3	Да	Да/Нет*

* При проведении периодической поверки допускается проводить операции только по двум из шести пунктов - п. п. 6.2.2, 6.3.1, или 6.2.3, 6.3.2, или 6.2.4, 6.3.3 в соответствии с заявлением владельца прибора или другого лица представившего прибор на поверку. В этом случае проведенный объем поверки указывается в свидетельстве о поверке.

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

2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки применяют средства поверки, указанные в таблице 2.

2.2 При проведении поверки допускается использовать аналогичные средства поверки, имеющие технические и метрологические характеристики не хуже, чем у средств, приведенных в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки, обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
6.2.1	Экстрагент: углерод четырёххлористый, ХЧ по ГОСТ 20288-74 или по ТУ 2631-027-44493179 для экстракции из водных сред (ЭВС)
6.2.2, 6.3.1	ГСО 7822-2000 состава раствора нефтепродуктов в четырёххлористом углероде (аттестованное значение – масса нефтепродуктов 50 мг, погрешность аттестованного значения $\pm 0,25$ 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.
6.2.3, 6.3.2	ГСО 9437-2009 состава смеси триглицеридов жирных кислот (аттестованное значение – массовая доля суммы триглицеридов жирных кислот 99,6 %, погрешность аттестованного значения $\pm 0,4$ %); - 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 электронные ЛВ210-А рег. №27251-04 по ГОСТ Р 53228-2008.
6.2.4, 6.3.3	ГСО 10067-2012 состава раствора неона АФ 9-12 в тетрачлорметане (аттестованное значение – массовая концентрация неона АФ 9-12) 50 мг/см ³ , относительная погрешность аттестованного значения 1 %); - Колбы мерные 2-100-2, 2-250-2 по ГОСТ 1770-74; - Пипетки 2-1-5, 2-2-25 по ГОСТ 29169-91.

Примечание – Методика приготовления растворов на основе ГСО приведена для модификации «Концентромер КН-2м» в Приложении А, для модификаций «Концентромер КН-2с» и «Концентромер КН-3» в Приложении Б.

3 Требования безопасности

3.1 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.

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

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

ВНИМАНИЕ: Прибор в вытяжной шкаф не ставить!

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

4 Условия поверки

4.1 Поверку прибора проводят при выполнении следующих (нормальных) условий:

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

5 Подготовка к поверке

5.1 Подготовить средства поверки, перечисленные в разделе 2.

5.2 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.

5.3 Выдержать прибор в рабочем помещении не менее 8 часов, если прибор находился в условиях, отличных от указанных в 4.1.

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

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

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 (поверителя).

При обнаружении нарушения пломбы предприятия-изготовителя (поверителя) поверку проводят по программе первичной поверки, при положительных результатах которой прибор пломбируют клеймом поверителя.

При положительных результатах внешнего осмотра переходят к 6.2.

6.2 Опробование (установка исходных значений)

6.2.1 Установка «0»

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

6.2.1.2 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.

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

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

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

6.2.1.6 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 6.2.1.5.

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

6.2.1.8 Нажать клавишу НЕТ, извлечь кювету из прибора и повторить действия по 6.2.1.4. – 6.2.1.7.

6.2.1.9 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».

6.2.2 Установка исходного значения «100» для определения массовых концентраций нефтепродуктов

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

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

6.2.2.3 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.

6.2.2.4 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 6.2.2.3.

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

6.2.2.6 Нажать клавишу НЕТ, извлечь кювету из прибора и повторить действия по 6.2.2.2. – 6.2.2.5.

6.2.2.7 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».

6.2.3 Установка исходного значения «100» для определения массовых концентраций жиров

6.2.3.1 Залить в кювету приготовленный на основе ГСО 9437-2009 раствор смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) в четырёххлористом углероде с массовой концентрацией 100 мг/дм³, предварительно промыв её этим раствором.

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

6.2.3.3 Выполнить операции по 6.2.2.3 – 6.2.2.4. После этого на дисплее появится результат измерения и сообщение «УСТАНОВИТЬ 100?».

6.2.3.4 Нажать клавишу НЕТ, извлечь кювету из прибора и повторить действия по 6.2.3.2 - 6.2.3.4.

6.2.3.5 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».

6.2.4 Установка исходного значения «100» для определения массовых концентраций НП АВ

6.2.4.1 Залить в кювету приготовленный на основе ГСО 10067-2012 раствор НП АВ в четырёххлористом углероде с массовой концентрацией 100 мг/дм³, предварительно промыв её этим раствором.

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

6.2.4.3 Выполнить операции по 6.2.2.3 – 6.2.2.4. После этого на дисплее появится результат измерения и сообщение «УСТАНОВИТЬ 100?».

6.2.4.4 Нажать клавишу НЕТ, извлечь кювету из прибора и повторить действия по 6.2.4.2– 6.2.4.3.

6.2.4.5 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».

6.2.4.6 Нажать клавишу МЕНЮ для выхода в основное меню.

6.3 Определение метрологических характеристик

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

6.3.1.1 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.

6.3.1.2 Залить в кювету раствор с массовой концентрацией нефтепродуктов:

- 5 мг/дм³ - для модификаций «Концентратомер КН-2с» и «Концентратомер КН-3»;

- 10 мг/дм³ - для модификации «Концентратомер КН-2м».

ВНИМАНИЕ: Кювету предварительно необходимо промыть этим раствором.

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

6.3.1.4 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.

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

6.3.1.6 Для переустановки кюветы необходимо извлечь её из прибора и повторить действия по 6.3.1.4 – 6.3.1.5.

6.3.1.7 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).

6.3.1.8 Извлечь кювету из прибора.

6.3.1.9 Произвести измерение еще три раза по 6.3.1.4 – 6.3.1.8.

6.3.1.10 Произвести по четыре измерения по 6.3.1.4 – 6.3.1.9 массовой концентрации нефтепродуктов в растворах в порядке возрастания концентраций:

- 10, 50, 100 мг/дм³ - для модификаций «Концентратомер КН-2с» и «Концентратомер КН-3»;

- 50, 100, 250 мг/дм³ - для модификации «Концентратомер КН-2м».

6.3.1.11 Нажать клавишу МЕНЮ для выхода в основное меню.

6.3.1.12 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 «~», 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.011 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 мг/дм³, 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 действия 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/дм³ по к – п в порядке возрастания концентраций.

с) Нажать клавишу МЕНЮ для выхода в основное меню.

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

6.3.2.1 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.

6.3.2.2 Залить в кювету раствор с массовой концентрацией жиров:

- 5 мг/дм³ - для модификаций «Концентратомер КН-2с» и «Концентратомер КН-3»;

- 10 мг/дм³ - для модификации «Концентратомер КН-2м».

ВНИМАНИЕ: Кювету предварительно необходимо промыть этим раствором.

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

6.3.2.4 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.

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

6.3.2.6 Для переустановки кюветы необходимо извлечь её из прибора и повторить действия по 6.3.2.4 – 6.3.2.5.

6.3.2.7 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).

6.3.2.8 Извлечь кювету из прибора.

6.3.2.9 Произвести измерение еще три раза по 6.3.2.4 – 6.3.2.8.

6.3.2.10 Произвести по четыре измерения по 6.3.2.4 – 6.3.2.9, массовой концентрации жиров в растворах в порядке возрастания концентраций:

- 10, 50, 100 мг/дм³ - для модификаций «Концентратомер КН-3» и «Концентратомер КН-2с»;

- 50, 100, 250 мг/дм³ - для модификации «Концентратомер КН-2м».

6.3.2.11 Нажать клавишу МЕНЮ для выхода в основное меню.

6.3.2.12 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 «~», 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.011 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^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 по пунктам к) – и).

н) Внести результат измерений (X_{ij}^1) 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 5, 10, 50, 100 мг/дм^3 по пунктам к) – р) в порядке возрастания концентраций.

с) Нажать клавишу МЕНЮ для выхода в основное меню.

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

6.3.3.1 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.

6.3.3.2 Залить в кювету раствор с массовой концентрацией НП АВ:

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

- 10 мг/дм^3 - для модификации «Концентратомер КН-2м».

ВНИМАНИЕ: Кювету предварительно необходимо промыть этим раствором.

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

6.3.3.4 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.

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

6.3.3.6 Для переустановки кюветы необходимо извлечь её из прибора и повторить действия по 6.3.3.4 – 6.3.3.5.

6.3.3.7 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).

6.3.3.8 Извлечь кювету из прибора.

6.3.3.9 Произвести измерение еще три раза по 6.3.3.4 – 6.3.3.8.

6.3.3.10 Произвести по четыре измерения по 6.3.3.4 – 6.3.3.9, массовой концентрации НПАВ в растворах в порядке возрастания концентраций:

- 10, 50, 100 мг/дм³ - для модификаций «Концентратомер КН-2с» и «Концентратомер КН-3»;

- 50, 100, 250 мг/дм³ - для модификации «Концентратомер КН-2м».

6.3.3.11 Нажать клавишу МЕНЮ для выхода в основное меню.

6.3.3.12 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 «~», 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.011 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^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 по пунктам к) – и).

н) Внести результат измерений (X_{ij}^1) 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 НП АВ в растворах с концентрациями 10, 50, 100 мг/дм³ по пунктам к) – р) в порядке возрастания концентраций.
- с) Нажать клавишу МЕНЮ для выхода в основное меню.

7 Обработка результатов измерений

7.1 Вычислить основную абсолютную погрешность прибора в зависимости от модификации.

7.1.1 Для модификации «Концентратомер КН-2м» вычислить основную абсолютную погрешность при измерении массовой концентрации нефтепродуктов $\Delta_{\text{нп}}$, при измерении массовой концентрации смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) $\Delta_{\text{ж}}$ и при измерении массовой концентрации НП АВ $\Delta_{\text{нпав}}$ по формулам:

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

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

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

где C_i – расчётное значение массовой концентрации определяемого вещества в i -том растворе. $C_i = 10, 50, 100, 250$ мг/дм³;

X_{ij}^2 – результат j -го ($j = 2, 3, 4$) измерения массовой концентрации определяемого вещества в i -том растворе, 10, 50, 100, 250 мг/дм³.

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

7.1.1.1 Значения $\Delta_{\text{нп}}$, $\Delta_{\text{ж}}$ для каждого из растворов не должно превышать предел допускаемой основной абсолютной погрешности измерения, рассчитанный по формуле

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

Значение погрешности $\Delta_{\text{нпав}}$ для каждого из растворов не должно превышать предел допускаемой основной абсолютной погрешности измерения, рассчитанный по формуле

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

7.1.2 Для модификации «Концентратомер КН-2с» вычислить основную абсолютную погрешность при измерении массовой концентрации нефтепродуктов $\Delta_{\text{нп}}$, при измерении массовой концентрации смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) $\Delta_{\text{ж}}$ и при измерении массовой концентрации НП АВ $\Delta_{\text{нпав}}$ по формулам:

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

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

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

где C_i – расчётное значение массовой концентрации определяемого вещества в i -том растворе. $C_i = 5, 10, 50, 100$ мг/дм³;

X_{ij}^2 – результат j -го ($j = 2, 3, 4$) измерения массовой концентрации определяемого вещества в i -том растворе, 5, 10, 50, 100 мг/дм³.

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

7.1.2.1 Значения $\Delta_{\text{инп}}$, $\Delta_{\text{иж}}$ для каждого из растворов не должно превышать предел допускаемой основной абсолютной погрешности измерения, рассчитанный по формуле

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

Значение погрешности $\Delta_{\text{инпав}}$ для каждого из растворов не должно превышать предел допускаемой основной абсолютной погрешности измерения, рассчитанный по формуле

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

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

при измерении массовой концентрации нефтепродуктов $\Delta_{\text{инп}}^1$ для одноволнового режима и $\Delta_{\text{инп}}^2$ для двухволнового режима;

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

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

$$\Delta_{\text{инп}}^1 = \max_j | X_{ij}^1 - C_i |, \quad \Delta_{\text{инп}}^2 = \max_j | X_{ij}^2 - C_i |, \quad (11)$$

$$\Delta_{\text{иж}}^1 = \max_j | X_{ij}^1 - C_i |, \quad \Delta_{\text{иж}}^2 = \max_j | X_{ij}^2 - C_i |, \quad (12)$$

$$\Delta_{\text{инпав}}^1 = \max_j | X_{ij}^1 - C_i |, \quad \Delta_{\text{инпав}}^2 = \max_j | X_{ij}^2 - C_i |, \quad (13)$$

где C_i – расчётное значение массовой концентрации определяемого вещества в i -том растворе. $C_i = 5, 10, 50, 100$ мг/дм³;

X_{ij}^1 – результат j -го ($j = 2, 3, 4$) измерения массовой концентрации определяемого вещества в i -том растворе, 5, 10, 50, 100 мг/дм³ в одноволновом режиме;

X_{ij}^2 – результат j -го ($j = 2, 3, 4$) измерения массовой концентрации определяемого вещества в i -том растворе, 5, 10, 50, 100 мг/дм³ в двухволновом режиме.

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

7.1.3.1 Значения $\Delta^1_{инп}$, $\Delta^2_{инп}$, $\Delta^1_{дж}$, $\Delta^2_{дж}$ для каждого из растворов не должны превышать предел допускаемой основной абсолютной погрешности измерения, рассчитанный по формуле

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

Значения $\Delta^1_{инпав}$, $\Delta^2_{инпав}$ для каждого из растворов не должны превышать предел допускаемой основной абсолютной погрешности измерения, рассчитанный по формуле

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

8 Оформление результатов поверки

8.1 При проведении поверки концентратомера КН составляется протокол поверки. Форма протокола поверки для модификации «Концентратомер КН-2м» приведена в Приложении В.

Форма протокола поверки для модификации «Концентратомер КН-2с» приведена в Приложении Г.

Форма протокола поверки для модификации «Концентратомер КН-3» приведена в Приложении Д.

8.2 Концентратомер КН, удовлетворяющий требованиям методики поверки, признается годным.


8.3 Положительные результаты поверки оформляют свидетельством о поверке с нанесенным знаком поверки в соответствии с приказом Минпромторга № 1815 и нанесением оттиска поверительного клейма в паспорт при первичной поверке.

8.4 При отрицательных результатах поверки прибор признают негодным к дальнейшей эксплуатации и выдают извещение о непригодности к применению с указанием причин, в соответствии с приказом Минпромторга № 1815.

Разработали:

Начальник сектора 112

Западно-Сибирского филиала ФГУП «ВНИИФТРИ»

 Гривастов Д. А.


Зав. отделом новых разработок

ООО «СИБЭКОПРИБОР»

 Кориков А. М.

Главный метролог

ООО «СИБЭКОПРИБОР»

 Орнацкая Г. Н.

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 аттестованных поверочных растворов нефтепродуктов (углеводородов), смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ в экстрагенте, предназначенных для поверки и установки исходных значений модификации «Концентратомер КН-2м». Аттестованные значения массовых концентраций нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ в растворах находятся в диапазоне от 10 до 250 мг/дм³.

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) $\Delta_{C_i}^A$, мг/дм³, рассчитывают по формуле

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

где Δ – предел основной абсолютной погрешности измерения, рассчитанный по формуле $\Delta = 0,50 + 0,05 \cdot C_i$, мг/дм³;

C_i – расчётное значение массовой концентрации измеряемого вещества (нефтепродуктов, жиров) в i -ом растворе, мг/дм³.

Значения пределов допускаемой абсолютной погрешности массовой концентрации растворов НПАВ $\Delta_{C_i}^A$, мг/дм³, рассчитывают по формуле

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

где Δ – предел основной абсолютной погрешности измерения, рассчитанный по формуле $\Delta = 1,0 + 0,05 \cdot C_i$, мг/дм³;

C_i – расчётное значение массовой концентрации измеряемого вещества (НПАВ) в i -ом растворе, мг/дм³.

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

Аттестованные значения и погрешности аттестованных значений приведены в таблицах А.2-А.4.

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

Аттестованные значения, мг/дм ³	Пределы допускаемой абсолютной погрешности массовой концентрации нефтепродуктов, жиров в экстрагенте, $\pm\Delta_{C_i}^D$, мг/дм ³	Пределы допускаемой абсолютной погрешности массовой концентрации НП АВ в экстрагенте, $\pm\Delta_{C_i}^D$, мг/дм ³
$C_1 = 250,0$	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 - Аттестованные значения и погрешности аттестованных значений массовой концентрации нефтепродуктов в экстрагенте

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

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

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

Таблица А.4 - Аттестованные значения и погрешности аттестованных значений массовой концентрации НП АВ в экстрагенте

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

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 тетрахлорметане 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 $\pm 0,5^\circ\text{C}$ по ГОСТ Р 8.568-97 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 ЛВ210-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 $20,0 \text{ мг/дм}^3$, 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 см^3 через воронку.

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

В колбу добавить примерно 35 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 см^3 поместить 25 см^3 основного раствора пипеткой вместимостью 25 см^3 .

В колбу долить примерно 70 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 см^3 поместить 25 см^3 основного раствора пипеткой вместимостью 25 см^3 .

В колбу долить примерно 220 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 см^3 поместить 50 см^3 (две аликвоты по 25 см^3) раствора с массовой концентрацией нефтепродуктов $C_2 = 100 \text{ мг/дм}^3$ пипеткой вместимостью 25 см^3 .

В колбу долить примерно 45 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 см^3 поместить 10 см^3 (две аликвоты по 5 см^3) раствора с массовой концентрацией нефтепродуктов $C_2 = 100 \text{ мг/дм}^3$ пипеткой вместимостью 5 см^3 .

В колбу долить примерно 85 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 см^3 .

В колбу долить примерно 80 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 см^3 поместить 25 см^3 основного раствора пипеткой вместимостью 25 см^3 .

В колбу долить примерно 70 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 см^3 поместить 25 см^3 основного раствора пипеткой вместимостью 25 см^3 .

В колбу долить примерно 220 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 см^3 поместить 50 см^3 (две аликвоты по 25 см^3) раствора с массовой концентрацией смеси триглицеридов жирных кислот $C_2 = 100 \text{ мг/дм}^3$ пипеткой вместимостью 25 см^3 .

В колбу долить примерно 45 см³ 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 см³ поместить 10 см³ (две аликвоты по 5 см³) раствора с массовой концентрацией смеси триглицеридов жирных кислот $C_2 = 100 \text{ мг/дм}^3$ пипеткой вместимостью 5 см³.

В колбу долить примерно 85 см³ 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 см³ через воронку.

Ампулу промыть 5 раз экстрагентом порциями по 5 см³, тщательно обмывая поверхность ампулы и воронки, раствор сливать в колбу.

В колбу добавить примерно 70 см³ 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 см³ поместить 25 см³ основного раствора пипеткой вместимостью 25 см³.

В колбу долить примерно 70 см³ 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 см³ поместить 25 см³ основного раствора пипеткой вместимостью 25 см³.

В колбу долить примерно 220 см³ 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 см^3 поместить 50 см^3 (две аликвоты по 25 см^3) раствора с массовой концентрацией НПАВ $C_2 = 100 \text{ мг/дм}^3$ пипеткой вместимостью 25 см^3 .

В колбу долить примерно 45 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 см^3 поместить 10 см^3 (две аликвоты по 5 см^3) раствора с массовой концентрацией НПАВ $C_2 = 100 \text{ мг/дм}^3$ пипеткой вместимостью 5 см^3 .

В колбу долить примерно 85 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 Аттестованное значение массовой концентрации нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ в основных растворах C_0 , 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 А – аттестованное значение массы нефтепродуктов, ГСО 7822-2000, мг;

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

Д – аттестованное значение массовой концентрации неионогенного ПАВ (АФ 9-12) в тетрахлорметане, ГСО 10067-2012, мг/см^3 ;

V_k – объём мерной колбы, используемой при приготовлении растворов, см^3 ;

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

А.5.2 Аттестованное значение массовой концентрации нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ в растворах C_i ($i = 1, 2, 3, 4$), мг/дм³, рассчитывают по формуле:

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

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

($i = 1, 2$)

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

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

($i = 3, 4$)

где V_a – объём аликвотной части исходного раствора, используемой для приготовления растворов, см³;

i – номер раствора.

А.5.3 Погрешность аттестованного значения массовой концентрации нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ (ΔC_0 , мг/дм³) 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 ΔA – погрешность аттестованного значения массы нефтепродуктов ГСО 7822-2000, мг;

ΔB – погрешность аттестованного значения ГСО 9437-2009, %;

ΔD – погрешность аттестованного значения ГСО 10067-2012, мг/см³;

ΔV_k – погрешность вместимости мерной колбы, используемой при приготовлении растворов, см³;

Δm_1 – погрешность взвешивания смеси триглицеридов жирных кислот (жиров), мг.

А.5.4 Погрешность аттестованного значения массовой концентрации нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ (ΔC_i , мг/дм³) 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

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

(i = 1, 2)

– для третьих (C₃) и четвертых (C₄) растворов нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НП АВ

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

(i = 3, 4)

где $\Delta V_{\text{п}}$ – погрешности вместимости пипеток, используемых при приготовлении растворов, см³.

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 Δ_{C_i} , рассчитанных по А.5.3, А.5.4, соблюдается условие

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

где Δ_{C_i} – погрешность аттестованного значения массовой концентрации нефтепродуктов, жиров и НП АВ в i - растворе, мг/дм³ (i = 1, 2, 3, 4);

$\Delta_{C_i}^{\text{д}}$ – пределы допускаемой погрешности массовой концентрации нефтепродуктов, жиров и НП АВ в растворе, мг/дм³.

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/м³. 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 притрифованными пробками. На колбу наклеивают этикетку (наносит 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 ± 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 притрифованными 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	Номер свидетельства об утверждении типа стандартного образца	Аттестованное значение СО	Погрешность аттестованного значения СО
ГСО 7822-2000 состава раствора нефтепродуктов в четырёххлористом углероде	Свидетельство RU.C.05.999.A № 6098	50 мг	$\pm 0,25$ мг
ГСО 9437-2009 состава смеси триглицеридов жирных кислот	Свидетельство RU.C.02.999.A № 6099	99,6 %	$\pm 0,4$ %
ГСО 10067-2012 состава раствора Неонола АФ 9-12 в тетрахлометане	Свидетельство № 5150	49,5 мг/см ³	$\pm 1,1$ %

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 ³	$\Delta V_k = 0,30$ см ³
Колба мерная 2-100-2		Объём, (V_k)	100 см ³	$\Delta V_k = 0,20$ см ³
Пипетка 2-2-25	ГОСТ 29169-91	Объём, (V_a)	25 см ³	$\Delta V_{\pi} = 0,060$ см ³
Пипетка 2-1-5			5 см ³	$\Delta V_{\pi} = 0,015$ см ³
Весы лабораторные электронные ЛВ210-А рег. №27251-04	ГОСТ Р 53228-2008	Масса (m_1)	100 мг	$\Delta m_1 = 0,5$ мг

Приложение Б (обязательное)

Методика приготовления растворов нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ 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 аттестованных поверочных растворов нефтепродуктов (углеводородов), смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ в экстрагенте, предназначенных для поверки и установки исходных значений для модификаций «Концентратомер КН-2с» и «Концентратомер КН-3». Аттестованные значения массовой концентрации нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ в растворах находятся в диапазоне от 5 до 100 мг/дм³.

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/дм³, рассчитывают по формуле

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

где Δ – предел основной абсолютной погрешности измерения, рассчитанный по формуле $\Delta = 0,50 + 0,05 \cdot C_i$, мг/дм³;

C_i – расчётное значение массовой концентрации измеряемого вещества (нефтепродуктов, жиров) в i -ом растворе, мг/дм³.

Значения пределов допускаемой абсолютной погрешности массовой концентрации растворов НПАВ $\Delta_{C_i}^{\Delta}$, мг/дм³, рассчитывают по формуле

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

где Δ – предел основной абсолютной погрешности измерения, рассчитанный по формуле $\Delta = 1,0 + 0,05 \cdot C_i$, мг/дм³;

C_i – расчетное значение массовой концентрации измеряемого вещества (НПАВ) в i -ом растворе, мг/дм³.

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

Аттестованные значения и погрешности аттестованных значений приведены в таблицах Б.2 - Б.4.

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

Аттестованные значения, мг/дм ³	Пределы допускаемой абсолютной погрешности массовой концентрации нефтепродуктов, жиров в экстрагенте, $\pm\Delta_{C_i}^D$, мг/дм ³	Пределы допускаемой абсолютной погрешности массовой концентрации НП АВ в экстрагенте, $\pm\Delta_{C_i}^D$, мг/дм ³
$C_1 = 100,0$	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 - Аттестованные значения и погрешности аттестованных значений массовой концентрации нефтепродуктов в экстрагенте

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

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

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

Таблица Б.4 - Аттестованные значения и погрешности аттестованных значений массовой концентрации НП АВ в экстрагенте

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

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 тетрачлорметане 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 ЛВ210-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.011 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/дм³, 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 см^3 через воронку.

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

В колбу добавить примерно 15 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 см^3 поместить 25 см^3 основного раствора пипеткой вместимостью 25 см^3 .

В колбу долить примерно 220 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 см^3 поместить 50 см^3 (две аликвоты по 25 см^3) раствора с массовой концентрацией нефтепродуктов $C_1 = 100 \text{ мг/дм}^3$ пипеткой вместимостью 25 см^3 .

В колбу долить примерно 45 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 см^3 поместить 10 см^3 (две аликвоты по 5 см^3) раствора с массовой концентрацией нефтепродуктов $C_1 = 100 \text{ мг/дм}^3$ пипеткой вместимостью 5 см^3 .

В колбу долить примерно 85 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 см^3 поместить 5 см^3 раствора с массовой концентрацией нефтепродуктов $C_1 = 100 \text{ мг/дм}^3$ пипеткой вместимостью 5 см^3 .

В колбу долить примерно 90 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 см^3 .

В колбу долить примерно 40 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 см^3 поместить 25 см^3 основного раствора пипеткой вместимостью 25 см^3 .

В колбу долить примерно 220 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 см^3 поместить 50 см^3 (две аликвоты по 25 см^3) раствора с массовой концентрацией смеси триглицеридов жирных кислот $C_1 = 100 \text{ мг/дм}^3$ пипеткой вместимостью 25 см^3 .

В колбу долить примерно 45 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 см^3 поместить 10 см^3 (две аликвоты по 5 см^3) раствора с массовой концентрацией смеси триглицеридов жирных кислот $C_1 = 100 \text{ мг/дм}^3$ пипеткой вместимостью 5 см^3 .

В колбу долить примерно 85 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 см^3 поместить 5 см^3 раствора с массовой концентрацией смеси триглицеридов жирных кислот $C_1 = 100 \text{ мг/дм}^3$ пипеткой вместимостью 5 см^3 .

В колбу долить примерно 90 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 см^3 через воронку.

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

В колбу добавить примерно 70 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 см^3 поместить 25 см^3 основного раствора пипеткой вместимостью 25 см^3 .

В колбу долить примерно 220 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 см³ поместить 50 см³ (две аликвоты по 25 см³) раствора с массовой концентрацией НП АВ С₁ = 100 мг/дм³ пипеткой вместимостью 25 см³.

В колбу долить примерно 45 см³ 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 НП АВ С₃ = 10 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ поместить 10 см³ (две аликвоты по 5 см³) раствора с массовой концентрацией НП АВ С₁ = 100 мг/дм³ пипеткой вместимостью 5 см³.

В колбу долить примерно 85 см³ 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 НП АВ С₄ = 5 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ поместить 5 см³ раствора с массовой концентрацией НП АВ С₁ = 100 мг/дм³ пипеткой вместимостью 5 см³.

В колбу долить примерно 90 см³ 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 Аттестованное значение массовой концентрации нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НП АВ в основных растворах С₀, мг/дм³, вычисляют по формуле:

– для основного раствора нефтепродуктов (С₀)

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

– для основного раствора смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) (С₀)

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

– для основного раствора НП АВ (С₀)

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

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/см³;
 V_k – объём мерной колбы, используемой при приготовлении растворов, см³;
 m – масса навески смеси триглицеридов жирных кислот (жиров), мг.

Аттестованное значение массовой концентрации нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ в растворах C_i ($i = 1, 2, 3, 4$), мг/дм³, 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

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

($i = 1, 2, 4$)

где V_a – объём аликвотной части исходного раствора, используемой для приготовления растворов, см³;
 i – номер раствора.

Б.5.2 Погрешность аттестованного значения массовой концентрации нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ (ΔC_0 , мг/дм³) 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 ΔA – погрешность аттестованного значения массы нефтепродуктов ГСО 7822-2000, мг;

ΔB – погрешность аттестованного значения ГСО 9437-2009, %;

ΔD – погрешность аттестованного значения ГСО 10067-2012, %;

ΔV_k – погрешность вместимости мерной колбы, используемой при приготовлении растворов, см³;

Δm – погрешность взвешивания смеси триглицеридов жирных кислот (жиров), мг.

Б.5.3 Погрешность аттестованного значения массовой концентрации нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НПАВ (ΔC_i ,

мг/дм³) в растворах (C_i) с доверительной вероятностью P = 0,95 вычисляют по формуле:

– для первых (C₁) растворов нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НП АВ

$$\Delta_{C1} = 1,1 \cdot C_1 \sqrt{(\Delta_{C0} / 1,1 \cdot C_0)^2 + (\Delta V_{п} / V_a)^2 + (\Delta V_{к} / V_{к})^2}, \quad (\text{Б.11})$$

– для вторых (C₂) и третьих (C₃) растворов нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НП АВ

$$\Delta_{C_i} = 1,1 \cdot C_i \sqrt{(\Delta_{C1} / 1,1 \cdot C_1)^2 + 2(\Delta V_{п} / V_a)^2 + (\Delta V_{к} / V_{к})^2}, \quad (\text{Б.12})$$

(i = 1, 2, 4)

– для четвертых (C₄) растворов нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НП АВ

$$\Delta_{C4} = 1,1 \cdot C_4 \sqrt{(\Delta_{C1} / 1,1 \cdot C_1)^2 + (\Delta V_{п} / V_a)^2 + (\Delta V_{к} / V_{к})^2}, \quad (\text{Б.13})$$

где $\Delta V_{п}$ – погрешности вместимости пипетки, используемой при приготовлении растворов, см³.

Б.5.4 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.5.5 Допускается использовать другие процедуры приготовления растворов, при условии, что для значений погрешности массовой концентрации растворов ΔC_i , рассчитанных по Б.5.3, Б.5.4, соблюдается условие

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

где ΔC_i – погрешность аттестованного значения массовой концентрации нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НП АВ в i - растворе, мг/дм³ (i = 1, 2, 3, 4);

$\Delta C_i^{\text{д}}$ – пределы допускаемой погрешности массовой концентрации нефтепродуктов, смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) и НП АВ в растворе, мг/дм³.

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/м³. 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	Номер свидетельства об утверждении типа стандартного образца	Аттестованное значение СО	Погрешность аттестованного значения СО
ГСО 7822-2000 состава раствора нефтепродуктов в четырёххлористом углероде	Свидетельство RU.C.05.999.A № 6098	50 мг	± 0,25 мг
ГСО 9437-2009 состава смеси триглицеридов жирных кислот	Свидетельство RU.C.02.999.A № 6099	99,6 %	± 0,4 %
ГСО 10067-2012 состава раствора Неонола АФ 9-12 в тетрахлометане	Свидетельство № 5150	49,5 мг/см ³	± 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 ³	$\Delta V_k = 0,30 \text{ см}^3$
Колба мерная 2-100-2		Объём, (V_k)	100 см ³	$\Delta V_k = 0,20 \text{ см}^3$
Колба мерная 2-50-2			50 см ³	$\Delta V_k = 0,12 \text{ см}^3$
Пипетка 2-2-25	ГОСТ 29169-91	Объём, (V_a)	25 см ³	$\Delta V_p = 0,060 \text{ см}^3$
Пипетка 2-1-5			5 см ³	$\Delta V_p = 0,015 \text{ см}^3$
Весы лабораторные электронные ЛВ210-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-260-РА.RU.310556-2020.

В.6 Средства поверки: _____

В.7 Условия поверки: _____

В.8 Результаты внешнего осмотра: «Концентратомер КН-2м» соответствует (не соответствует) требованиям МП-260-РА.RU.310556-2020.

В.9 Опробование (установка исходных значений) проведено в соответствии с 6.2 МП-260-РА.RU.310556-2020.

В.10 Определение метрологических характеристик (диапазона измерений и основной абсолютной погрешности) проведено в соответствии с 6.3 МП-260-РА.RU.310556-2020.

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 $\Delta_{\text{НП}}$

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

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

Аттестованное значение массовой концентрации в растворе C_i , мг/дм ³	Результаты измерений X^2_{ij} , мг/дм ³				Значение абсолютной погрешности, Δ_i , мг/дм ³	Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, $\Delta = \pm (0,50 + 0,05 \cdot C_i)$ мг/дм ³
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 НП АВ $\Delta_{iНП АВ}$

Аттестованное значение массовой концентрации в растворе C_i , мг/дм ³	Результаты измерений X^2_{ij} , мг/дм ³				Значение абсолютной погрешности, Δ_i , мг/дм ³	Пределы допускаемой основной погрешности, $\Delta = \pm (1,0 + 0,05 \cdot C_i)$, мг/дм ³
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 «Концентратомер КН-2с»

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № _____ « ____ » _____ 20 ____ г.

Г.1 «Концентратомер КН-2с», принадлежащий _____

Г.2 Заводской номер _____

Г.3 Поверка _____ (первичная/периодическая)

Г.4 Место проведения поверки: _____

Г.5 Поверка проведена в соответствии с : МП-260-RA.RU.310556-2020.

Г.6 Средства поверки: _____

Г.7 Условия поверки: _____

Г.8 Результаты внешнего осмотра: «Концентратомер КН-2с» соответствует (не соответствует) требованиям МП-260-RA.RU.310556-2020.

Г.9 Опробование (установка исходных значений) проведено в соответствии с 6.2 МП-260-RA.RU.310556-2020.

Г.10 Определение метрологических характеристик (диапазона измерений и основной абсолютной погрешности) проведено в соответствии с 6.3 МП-260-RA.RU.310556-2020.

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 НПАВ $\Delta_{\text{НПАВ}}$ приведены в таблице Г.3.

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

Аттестованное значение массовой концентрации в растворе C_i , мг/дм ³	Результаты измерений X^2_{ij} , мг/дм ³				Значение абсолютной погрешности, Δ_i , мг/дм ³	Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, $\Delta = \pm (0,50 + 0,05 \cdot C_i)$ мг/дм ³
5						± 0,8
10						± 1,0
50						± 3,0
100						± 5,5

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

Аттестованное значение массовой концентрации в растворе C_i , мг/дм ³	Результаты измерений X^2_{ij} , мг/дм ³				Значение абсолютной погрешности, Δ_i , мг/дм ³	Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, $\Delta = \pm (0,50 + 0,05 \cdot C_i)$, мг/дм ³
5						$\pm 0,8$
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 $\Delta_{iНП АВ}$

Аттестованное значение массовой концентрации в растворе C_i , мг/дм ³	Результаты измерений X^2_{ij} , мг/дм ³				Значение абсолютной погрешности, Δ_i , мг/дм ³	Пределы допускаемой основной погрешности, $\Delta = \pm (1,0 + 0,05 \cdot C_i)$, мг/дм ³
5						$\pm 1,3$
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 «Концентратомер КН-3»

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № _____ « ____ » _____ 20 ____ г.

Д.1 «Концентратомер 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-260-РА.RU.310556-2020.

Д.6 Средства поверки: _____

Д.7 Условия поверки: _____

Д.8 Результаты внешнего осмотра: «Концентратомер КН-3» соответствует (не соответствует) требованиям МП-260-РА.RU.310556-2020.

Д.9 Опробование (установка исходных значений) проведено в соответствии с 6 МП-260-РА.RU.310556-2020.

Д.10 Определение метрологических характеристик (диапазона измерений и основной абсолютной погрешности) проведено в соответствии с 6.3 МП-260-РА.RU.310556-2020.

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 НПав $\Delta^1_{инпав}$ 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 $\Delta_{инп}$

Аттестованное значение массовой концентрации в растворе C_i , мг/дм ³	Результаты измерений для одноволнового режима X^1_{ij} , мг/дм ³			Значение абсолютной погрешности для одноволнового режима Δ^1_i , мг/дм ³	Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, $\Delta = \pm (0,50 + 0,05 \cdot C_i)$, мг/дм ³
	Результаты измерений для двухволнового режима X^2_{ij} , мг/дм ³			Значение абсолютной погрешности для двухволнового режима Δ^2_i , мг/дм ³	
5					$\pm 0,8$

10						± 1,0

Продолжение таблицы Д.1

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

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

Аттестованное значение массовой концентрации в растворе C_i , мг/дм ³	Результаты измерений для одноволнового режима X^1_{ij} , мг/дм ³				Значение абсолютной погрешности для одноволнового режима Δ^1_i , мг/дм ³				Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, $\Delta = \pm (0,50 + 0,05 \cdot C_i)$, мг/дм ³
	Результаты измерений для двухволнового режима X^2_{ij} , мг/дм ³				Значение абсолютной погрешности для двухволнового режима Δ^2_i , мг/дм ³				
5									± 0,8
10									± 1,0
50									± 3,0
100									± 5,5

Таблица Д.3 – Результаты определения метрологических характеристик при измерении массовой концентрации НП АВ $\Delta_{iНПАВ}$

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

Продолжение таблицы Д.3

Аттестованное значение массовой концентрации в растворе C_i , мг/дм ³	Результаты измерений для одноволнового режима X_{1ij} , мг/дм ³				Значение абсолютной погрешности для одноволнового режима $\Delta 1_i$, мг/дм ³	Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, $\Delta = \pm (1,0 + 0,05 \cdot C_i)$, мг/дм ³
	Результаты измерений для двухволнового режима X_{2ij} , мг/дм ³				Значение абсолютной погрешности для двухволнового режима $\Delta 2_i$, мг/дм ³	
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