

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

СОГЛАСОВАНО  
Генеральный директор  
ФГУП «ВНИИМ  
им. Д.И. Менделеева»

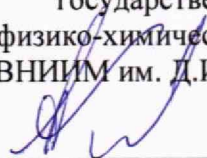


А.Н. Пронин


«22» ноября 2022 г

Государственная система обеспечения единства измерений  
Анализаторы нефтепродуктов в воде ОСМА  
**Методика поверки**  
**МП 242-2424-2022**

Руководитель  
научно-исследовательского отдела  
государственных эталонов  
в области физико-химических измерений  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

  
\_\_\_\_\_ А.В. Колобова

Разработчики  
Старший научный сотрудник  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

  
\_\_\_\_\_ А.Б. Копыльцова

Санкт-Петербург  
2022 г

## 1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы нефтепродуктов в воде ОСМА (далее «анализаторы») и устанавливает методы и средства их первичной поверки, поверки после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Настоящая методика поверки должна обеспечивать для поверяемого средства измерений прослеживаемость к ГЭТ 3-2020 Государственный первичный эталон единицы массы – килограмма в соответствии с Государственной поверочной схемой средств измерений массы, утвержденной приказом Министерства промышленности и торговли Российской Федерации № 1622 от 4 июля 2022 г.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки:

- прямое измерение поверяемым средством измерений величины, воспроизводимой стандартным образцом.

Примечания:

1) При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

2) Методикой поверки предусмотрена возможность проведения периодической поверки для меньшего числа поддиапазонов измерений с обязательной передачей сведений об объеме проведенной поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

## 2 Перечень операций поверки средств измерений

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения	
		при первичной поверке	при периодической поверке
1 Внешний осмотр	7	да	да
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	8	да	да
3 Проверка программного обеспечения	9	да	да
4 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	10	да	да
5 Оформление результатов поверки	11	да	да

## 3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура, °С
- относительная влажность окружающей среды, %
- атмосферное давление, кПа

От +15 до +25;  
не более 80;  
от 84 до 106.

#### 4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К работе с анализаторами и проведению поверки допускаются поверители, ознакомленные с руководством по эксплуатации поверяемого анализатора и инструкциями по применению СО, имеющие квалификацию не ниже инженера и прошедшие инструктаж по технике безопасности. Для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие операторов, обслуживающих прибор (под контролем поверителя).

#### 5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

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

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
8	Средства измерений параметров окружающей среды: диапазон измерений температуры от 10 до 40 °С, относительной влажности от 10 до 95 %, атмосферного давления от 90,0 до 104,6 кПа, пределы допускаемой абсолютной погрешности по каналам: относительной влажности не более $\pm 3$ %, температуры не более $\pm 1,0$ °С, абсолютного давления $\pm 0,5$ кПа	Прибор комбинированный Testo 622 (рег. № 53505-13)
10	- стандартный образец состава раствора нефтепродуктов (углеводородов) в четырёххлористом углероде с абсолютной погрешностью аттестованного значения $\pm 0,2$ %  Вспомогательное оборудование и средства: - растворитель полихлортрифторэтилен (Cl(CF <sub>2</sub> -CFCl) <sub>2</sub> Cl и Cl(CF <sub>2</sub> -CFCl) <sub>3</sub> Cl), коммерческая марка S-316 - микрошприцы МШ-50, М-100 с пределом относительной погрешности дозирования $\pm 1$ % или дозаторы объемные поршневые, диапазон дозирования 10 — 100 мкл, предел допускаемого относительного СКО не выше 0,3 % и 20 - 200 мкл, предел допускаемого относительного СКО не выше 0,3 % - пипетки вместимостью 1, 2, 5, 10, 20 и 50 см <sup>3</sup> по ГОСТ 29227-91, 2 кл. точности. - колбы мерные вместимостью 50 или 100 см <sup>3</sup> по ГОСТ 1770-74, 2 кл. точности	ГСО 7248-96

5.2 Допускается применение средств поверки, реактивов и материалов, не перечисленных в таблице 2, с характеристиками не хуже, чем в таблице 2. Допускается применение стандартных образцов, не перечисленных в таблице 2, обеспечивающих определение метрологических характеристик анализатора с требуемой точностью.

5.3 Все средства поверки, должны быть поверены<sup>1)</sup>; стандартные образцы – иметь действующие паспорта.

#### 6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

6.2 Концентрации вредных компонентов в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

<sup>1)</sup> Сведения о результатах поверки средств измерений доступны в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

6.3 Должны выполняться требования охраны труда для защиты персонала от поражения электрическим током согласно классу I ГОСТ 12.2.007.0-75.

6.4 Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в эксплуатационной документации (ЭД) на анализаторы.

## **7 Внешний осмотр средства измерений**

7.1 При внешнем осмотре устанавливают отсутствие видимых дефектов, оказывающих влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки:

- внешние повреждения, влияющие на работоспособность;
- неисправность органов управления;
- нечеткость надписей на лицевой панели;
- несоответствие комплектации.

7.2 Устанавливают соответствие внешнего вида средства измерений описанию и изображению, приведенному в описании типа.

7.3 Анализаторы считают выдержавшими внешний осмотр, если они соответствуют указанным выше требованиям.

## **8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений**

8.1 Перед проведением поверки необходимо выполнить следующие подготовительные работы:

- подготовить анализатор к работе в соответствии с РЭ. Анализатор должен быть представлен на поверку с градуировкой. Градуировку анализатора выполняют в соответствии с РЭ в требуемых диапазонах с помощью кнопки «CAL» и опции [Span Calibration]. При работе в диапазоне от 1,0 до 20,0 мг/дм<sup>3</sup> градуировку выполняют в диапазоне 0-20 мг/дм<sup>3</sup>, в диапазоне свыше 20 до 200 мг/дм<sup>3</sup> - в диапазоне 0-200 мг/дм<sup>3</sup>.

- включить питание анализатора и прогреть его в течение 30 мин.

- промыть кювету анализатора. Кювету модели ОСМА-550 тщательно промывают растворителем S-316 и протирают оптические окна мягкой тканью, исключая потеки растворителя или загрязнения. Если анализатор модели ОСМА-500 работал в режиме экстракции со смесью воды и растворителя S-316, его потокораспределительное устройство промывают смесью дистиллированной воды и растворителя S-316 в автоматическом режиме «Purge» при количестве циклов промывки не менее 3-х [Number of Purge ≥ 3]. Если анализатор работал с концентрированными пробами и существует риск остаточного загрязнения линий, устанавливают количество циклов промывки [Number of Purge = 6]. После промывки смесью воды и растворителя, проводят не менее 2-х циклов промывки [Number of Purge ≥ 2] растворителем S-316.

При первичной поверке или в случае работы с только с готовыми экстрактами промывку смесью воды и растворителя S-316 допустимо исключить, при этом проводят не менее 3-х циклов промывки [Number of Purge ≥ 3] растворителем S-316.

8.2 Подготовить контрольные растворы (КР) в растворителе S-316 в соответствии с рекомендациями, изложенными в Приложении 2.

### **8.3 Опробование**

8.3.1 При опробовании проверяют работоспособность системы.

Проверка работоспособности системы производится автоматически при включении электрического питания согласно эксплуатационной документации.

8.3.2 Результаты опробования считают положительными, если по окончании времени прогрева:

- на дисплее системы выводятся текущие результаты измерений по всем измерительным каналам поверяемой системы;
- отсутствует сигнализация об ошибках и неисправностях.

## 9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Подтверждение соответствия программного обеспечения проводится в соответствии с РЭ анализатора путем проверки соответствия версии ПО, отображаемой на экране анализатора. Результат проверки соответствия ПО считают положительным, если номер версии соответствует указанному в описании типа анализаторов (рисунок 1 и таблица 3).

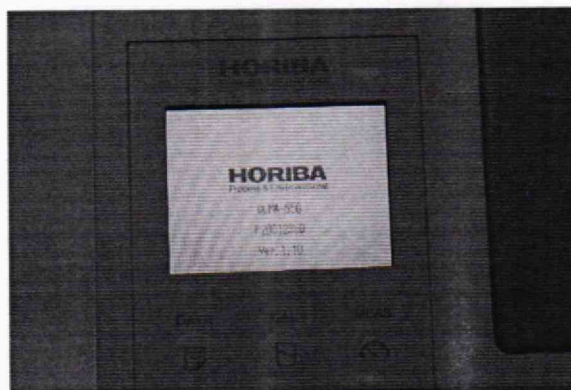


Рисунок 1 - Экран с выведенной версией ПО

9.2 Результат проверки ПО считают положительным, если идентификационные данные соответствуют указанным в Описании типа анализаторов.

Таблица 3 – Требования к идентификационным данным ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	ОсмаMth.hex
Номер версии ПО	Не ниже 1.10

## 10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Определение абсолютной и относительной погрешностей анализатора проводят по контрольным образцам, перечисленным в таблице 1 или таблице 2 Приложения 2. Допустимо проводить поверку в рабочем поддиапазоне измерений анализатора, если анализатор используется в более узком диапазоне измерений, чем указано в технической документации. При поверке используют не менее 2-х КР.

10.2 Заполнение кювет и корректировка нуля.

- В кюветное отделение анализатора модели ОСМА-550 устанавливают измерительную кювету, заполненную растворителем S-316.
- В меню анализатора модели ОСМА-500 устанавливают время экстракции (Extraction time) = 0, время отстоя (Separation time) = 0, предел времени измерения (Meas. Limit) = 300 с, время дренирования (Drainage time) = 30 с, с помощью шприца заливают 8 (допустимо 10 см<sup>3</sup>) растворителя S-316 в узел ввода пробы и нажимают клавишу «Старт». Растворитель заполняет измерительную кювету автоматически.
- После заполнения кюветы устанавливают нуль с помощью кнопки «CAL» и опции [Zero Calibration].
- После установления нуля кювету модели ОСМА-550 вынимают, опорожняют и промывают следующим раствором.
- Опорожнение кюветы модели ОСМА-500 производится автоматически по команде программы.

- Для промывки кюветы модели ОСМА-500 следующим раствором необходимо залить от 8 до 10 см<sup>3</sup> этого раствора в узел ввода пробы и включить режим промывки (Purge). После завершения цикла промывки производится автоматический слив раствора.

10.3 Аналогично заполняют кюветы или контрольными растворами, начиная с раствора с наименьшей массовой концентрацией. При заполнении кюветы модели ОСМА-550 не допускают потеков растворов на оптические плоскости кюветы или тщательно убирают эти потеки мягкой тканью. Кювета модели ОСМА-500 заполняется автоматически после ввода порции контрольного раствора в устройство ввода и нажатия кнопки «Старт».

10.4 Проводят два последовательных измерения массовой концентрации нефтепродуктов в каждом КР:  $C_{i1}$  и  $C_{i2}$ . Между измерениями одинаковых КР промывку кювет не производят.

10.5 После проведения двух измерений с  $i$ -ой смесью кювету промывают следующим КР по процедуре, описанной в п. 8.3 [Number of Purge = 2]. После промывки заполняют кюветы следующим КР.

10.6 Абсолютную погрешность анализатора в диапазоне от 1 до 20 мг/дм<sup>3</sup> вычисляют по формуле (1) для каждого  $i$ -ого измерения каждого контрольного раствора.

$$\Delta = [C_{ат} - C_{ij}] \quad (1)$$

где:  $C_{ij}$ - результат  $j$ -ого измерения массовой концентрации нефтепродуктов в  $i$ -ом КР, мг/дм<sup>3</sup>;  
 $C_{ат}$ - значение массовой концентрации нефтепродуктов в  $i$ -ом КР по Таблицам 1-3 Приложения 2, мг/дм<sup>3</sup>.

10.7 Относительную погрешность анализатора в диапазоне свыше 20 до 200 мг/дм<sup>3</sup> вычисляют по формуле (2) для каждого  $i$ -ого измерения каждого контрольного раствора.

$$\delta = \frac{C_{ат} - C_{ij}}{C_{ат}} * 100 \quad (2)$$

где:  $C_{ij}$ - результат  $j$ -ого измерения массовой концентрации нефтепродуктов в  $i$ -ом КР, мг/дм<sup>3</sup>;  
 $C_{ат}$  – значение массовой концентрации нефтепродуктов в  $i$ -ом КР по Таблицам 1-3 Приложения 2, мг/дм<sup>3</sup>.

10.8 Результат определения абсолютной или относительной погрешности анализатора считается положительным, если полученные значения абсолютной/относительной погрешности анализатора не превышают пределов, приведенных в таблице 4.

Таблица 4 – Пределы погрешности анализатора

Наименование характеристики	Значение характеристики
Пределы допускаемой абсолютной погрешности анализатора при определении массовой концентрации нефтепродуктов в экстракте в диапазоне от 1,0 до 20,0 мг/дм <sup>3</sup> включ., мг/дм <sup>3</sup>	±0,8
Пределы допускаемой относительной погрешности анализатора при определении массовой концентрации нефтепродуктов в экстракте в диапазоне св. 20 до 200 мг/дм <sup>3</sup> , %	±4,0

## 11 Оформление результатов поверки

11.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении 1.

11.2 Анализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца анализатора выдают свидетельство о поверке установленной формы.

При отрицательных результатах анализаторы не допускают к применению, вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца анализатора выдают извещение о непригодности установленной формы, с указанием причин непригодности.

Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (при его оформлении) или в паспорт анализатора.

## ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Наименование: анализатор нефтепродуктов в воде ОСМА

Зав. Номер \_\_\_\_\_

Дата выпуска \_\_\_\_\_

Представлен

Поверка проводится согласно документу МП 242-2424-2022 «Анализаторы нефтепродуктов в воде ОСМА. Методика поверки», утвержденному ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» 22 ноября 2022 г.

Условия поверки:

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

Средства поверки:

-

Результаты определения относительной погрешности анализатора

Таблица 1

Метрологическая характеристика	Диапазон от 1,0 до 20,0 мг/дм <sup>3</sup>			
	Изм №1	Изм №2	Нормативы погрешности	
			Модель ОСМА-500	Модель ОСМА-550
Абсолютная погрешность, мг/дм <sup>3</sup>	...	...	±0,8	±0,8
	Диапазон св. 20 до 200 мг/дм <sup>3</sup>			
Относительная погрешность, %	...	...	±4	±4

Абсолютная погрешность в диапазоне от 1 до 20 мг/дм<sup>3</sup> и относительная погрешность измерения в диапазоне свыше 20 до 200 мг/дм<sup>3</sup> не превышают норматива.

Заключение \_\_\_\_\_

Подпись поверителя \_\_\_\_\_

Дата \_\_\_\_\_



### Приготовление контрольных образцов (КР)

#### 1. Приготовление КР с использованием бюреток по ГОСТ 29254-91.

Приготовление основного раствора нефтепродуктов в растворителе S-316. В мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup> наливают растворитель S-316 приблизительно 1/3 объема (60-70 см<sup>3</sup>). Вскрывают ампулу ГСО 7248-96, с помощью бюретки дозируют в колбу 2 см<sup>3</sup> стандартного образца, содержимое перемешивают, объем доводят до метки и готовый раствор снова перемешивают. Массовая концентрация нефтепродуктов в полученном основном растворе  $C_n = 500$  мг/дм<sup>3</sup>. Контрольные растворы нефтепродуктов готовят в соответствии с таблицей 3 в колбах вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Основной раствор дозируют с помощью бюретки вместимостью 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29251-91, а раствор №2 (п. 6-7 Таблицы 1) – дозируют с помощью бюретки вместимостью 5.0 см<sup>3</sup>.

Таблица 1

№ раствора	Исходный раствор	Объем основного раствора, см <sup>3</sup>	Массовая концентрация компонента, мг/дм <sup>3</sup>	Границы относительной погрешности приготовления КР, %
1	Основной раствор	40,0	200	0,8
2		20,0	100	0,8
3		10,0	50	0,8
4		5,0	20	0,9
5		2,0	10	0,9
6		1,0	5	0,9
7	Раствор №2	2,0	2	1,0
8		1,0	1	1,0

#### 2. Приготовление КР с использованием дозаторов медицинских лабораторных по ГОСТ 28311-21.

В целях экономии реактивов и материалов допускается приготовление КР с помощью дозаторов медицинских лабораторных по ГОСТ 28311-21 с номинальным объемом дозы 200·10<sup>-3</sup>, 100·10<sup>-3</sup>, 50·10<sup>-3</sup>, 20·10<sup>-3</sup>, 10·10<sup>-3</sup>, 5·10<sup>-3</sup> см<sup>3</sup> (мкл) в исполнении «без воздушного промежутка»; вместимость мерной колбы 50 см<sup>3</sup>, в соответствии с рекомендациями Таблицы 2.

Таблица 2

№ контр. раствора	Исходный раствор	Объем раствора, см <sup>3</sup>	Массовая концентрация н/продукта в растворе С, мг/дм <sup>3</sup>	Границы относительной погрешности приготовления КР, %
1	Аликвота ГСО или КР	200 · 10 <sup>-3</sup>	200	0,8
2		100 · 10 <sup>-3</sup>	100	0,8
3		50 · 10 <sup>-3</sup>	50	1,2
4		25 · 10 <sup>-3</sup>	25	1,2
5		10 · 10 <sup>-3</sup>	10	1,2

№ контр. раствора	Исходный раствор	Объем раствора, см <sup>3</sup>	Массовая концентрация н/продукта в растворе С, мг/дм <sup>3</sup>	Границы относительной погрешности приготовления КР, %
6	Аликвота	5,0	5	0,8
7	ГСО или КР	2,0	2	0,8
8		1,0	1	1,2

### 3. Приготовление КР с использованием пипеток

Допускается приготовление КР при дозировании пипетками градуированными по ГОСТ 29227-91 или пипетками с одной отметкой по ГОСТ 29169-91

Таблица 3

№ раствора	Исходный раствор	Объем основного раствора, см <sup>3</sup>	Массовая концентрация компонента, мг/дм <sup>3</sup>	Границы относительной погрешности приготовления КР, %
1	Основной раствор	40,0	200	0,9
2		20,0	100	0,8
3		10,0	50	0,9
4		5,0	20	1,0
5		2,0	10	1,3
6		1,0	5	1,3
7	Раствор №2	2,0	2	1,4
8		1,0	1	1,4

Количество и номинальное значение массовой концентрации нефтепродуктов в КР выбирают в зависимости от поддиапазона измерений в котором проводится поверка. При периодической поверке используют не менее 2 КР.

Для контрольных растворов, приготовленных путем разбавления по объему, пределы абсолютной погрешности массовой концентрации нефтепродуктов рассчитывается по формуле (1)

$$\Delta(x_i^0) = 1,1 \cdot c \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta V_a}{V_a}\right)_j^2 + \left(\frac{\Delta V_k}{V_k}\right)_k^2 + \left(\frac{\Delta c_a}{c_a}\right)^2} \quad (1)$$

где  $c$  – массовая концентрация нефтепродуктов в контрольном растворе, мг/дм<sup>3</sup>;  
 $V_a$  – объем аликвоты раствора стандартного образца, см<sup>3</sup>;  
 $V_k$  – объем мерной колбы, см<sup>3</sup>;  
 $\Delta V_a$  – пределы допускаемой абсолютной погрешности СИ объёма аликвоты, см<sup>3</sup>;  
 $\Delta V_k$  – пределы допускаемой абсолютной погрешности используемой мерной колбы, см<sup>3</sup>;  
 $c_a$  – аттестованное значение содержания нефтепродуктов в стандартном образце, мг/дм<sup>3</sup> или в исходном контрольном растворе, мг/дм<sup>3</sup>;

$\Delta c_a$  – пределы допускаемой абсолютной погрешности содержания нефтепродуктов в стандартном образце или в исходном контрольном растворе, мг/дм<sup>3</sup>.

Для контрольных растворов, приготовленных путем разбавления по объему, пределы относительной погрешности рассчитывают по формуле (2).

$$\delta(x_i^0) = 1,1 \cdot \sqrt{\delta_a^2 + \delta_k^2 + \delta_{ca}^2} \quad (2)$$

где  $\delta_a$  - относительная погрешность измерения объёма аликвоты, %  
 $\delta_k$  - относительная погрешность измерения объёма КР, %  
 $\delta_{ca}$  - относительная погрешность аттестации стандартного образца, %