

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО
ПРЕДПРИЯТИЯ «ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»)

СОГЛАСОВАНО

Директор УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


Е.П. Соби́на

10 2023 г.



**«ГСИ. Анализаторы солей в сырой нефти NSB ТЕСН.
Методика поверки»**

МП 85-251-2023

Екатеринбург
2023 г.

ПРЕДИСЛОВИЕ

1. РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)
2. ИСПОЛНИТЕЛЬ зам. зав. лаб. 251, Вострокнутова Е.В.
3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2023 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения	4
2 Нормативные ссылки	4
3 Перечень операций поверки.....	5
4 Требования к условиям проведения поверки	5
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	6
6 Метрологические и технические требования к средствам поверки.....	6
7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	7
8 Внешний осмотр средства измерений.....	7
9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	7
10 Проверка программного обеспечения средства измерений.....	8
11 Определение метрологических характеристик средства измерений	8
12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям.....	8
13 Оформление результатов поверки.....	9
Приложение А.....	10

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы солей в сырой нефти NSB TECH (далее – анализаторы), изготовленные фирмой «Normalab France S.A.S», Франция, и устанавливает методы первичной и периодической поверок. Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализатора к:

– ГЭТ 3-2020 «Государственному первичному эталону единицы массы (килограмма)» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 04.07.2022 г. № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы».

– ГЭТ 176-2019 «Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 19.02.2021 г. № 148 в редакции приказа Росстандарта от 17.05.2021 г. № 761 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах».

1.3 В настоящей методике поверки реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой концентрации хлористых солей, мг/дм ³	от 1 до 500
Пределы допускаемой относительной погрешности, %, в поддиапазонах измерений:	
- от 1 до 10 мг/дм ³ включ.	±20
- св. 10 до 100 мг/дм ³ включ.	±15
- св. 100 до 500 мг/дм ³ включ.	±10

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

– Приказ Министерства труда и социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

– Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»;

– Приказ Росстандарта Российской Федерации от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»;

– Приказ Росстандарта Российской Федерации от 04.07.2022 г. № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы».

– ГОСТ 12.2.007.0–75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;

– ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия;

– ГОСТ 2222–95 Метанол технический. Технические условия;

– ГОСТ 5208-2013 Спирт бутиловый нормальный технический. Технические условия;

– ГОСТ 29227–91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1.

Общие требования;

– ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия;

– ТУ 2631-088-44493179-03 о-Ксилол чистый для анализа;

– ГОСТ 33703-2015 Нефть. Определение солей электрометрическим методом;

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Определение метрологических характеристик средства измерений	да	да	11
Определение относительной погрешности и проверка диапазона измерений массовой концентрации хлористых солей	да	да	11.1
Подтверждение соответствия метрологическим требованиям	да	да	12

3.1 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, и выполняются операции по п. 13.4

3.2 На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проводить периодическую поверку на меньшем числе поддиапазонов измерений (поверка в сокращенном объеме) с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки. Данная информация приводится в свидетельстве о поверке (в случае его оформления) и в сведениях, направляемых в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +5 до +35;
- относительная влажность, % от 30 до 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на анализатор.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 3:

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 9 Подготовка к поверке и опробование	Средства измерений температуры и окружающей среды в диапазоне измерений от плюс 5 °С до плюс 40 °С с абсолютной погрешностью не более 1 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 % до 90 %, с абсолютной погрешностью не более ± 3 %	Термогигрометры электронные «CENTER» моделей 310, 311, 313, 314, 315, 316 (рег.№ 22129-09)
п. 11 Определение метрологических характеристик	Стандартные образцы массовой концентрации хлористых солей в нефти и нефтепродуктах, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации хлористых солей от 9,0 до 11,0 мг/дм ³ , границы допускаемой относительной погрешности при $P=0,95 \pm 7$ %.	ГСО 8951-2008 (ХСН-ВНИИМ-10)
	Стандартные образцы массовой концентрации хлористых солей в нефти и нефтепродуктах, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации хлористых солей от 45 до 55 мг/дм ³ , границы допускаемой относительной погрешности при $P=0,95 \pm 2$ %.	ГСО 8952-2008 (ХСН-ВНИИМ-50)
	Стандартные образцы массовой концентрации хлористых солей в нефти и нефтепродуктах, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации хлористых солей от 95 до 105 мг/дм ³ , границы допускаемой относительной погрешности при $P=0,95 \pm 1,5$ %.	ГСО 8953-2008 (ХСН-ВНИИМ-100)
	Стандартные образцы массовой концентрации хлористых солей в нефти и нефтепродуктах, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации хлористых солей от 290 до 310 мг/дм ³ , границы допускаемой относительной погрешности при $P=0,95 \pm 1$ %.	ГСО 8954-2008 (ХСН-ВНИИМ-300)
	Стандартные образцы массовой концентрации хлористых солей в нефти и нефтепродуктах, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации	ГСО 8955-2008 (ХСН-ВНИИМ-900)

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 11 Определение метрологических характеристик	хлористых солей от 890 до 910 мг/дм ³ , границы допускаемой относительной погрешности при P=0,95 ± 1 %.	
	Цилиндр стеклянный вместимостью 100 см ³ по ГОСТ 1770	
	Градуированные пипетки вместимостью 1,0; 2,0; 5,0; 10 см ³ не хуже 2 класса точности по ГОСТ 29227	
	н-бутиловый спирт марки А по ГОСТ 5208	
	о-ксилол ч.д.а по ТУ 2631-088-44493179-03	
	Метиловый спирт марки А по ГОСТ 2222	
	Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144	
	Минеральное масло безхлорное	
<i>Примечание – Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, стандартные образцы утвержденного типа, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.</i>		

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть утвержденного типа и поверены, стандартные образцы должны быть утвержденного типа и иметь действующий паспорт.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре необходимо установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в руководстве по эксплуатации (РЭ);
- отсутствие механических повреждений корпуса, крепления органов управления и чёткости маркировки.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 При включении анализатора должны отсутствовать сообщения об ошибках. При наличии сообщений об ошибках необходимо их устранить в соответствии с процедурами, описанными в РЭ.

9.2 Условия окружающей среды при проведении настройки анализатора должны соответствовать указанным в п.4.1 настоящей методики поверки.

9.3 Перед началом проведения поверки анализатор должен быть отградуирован во всем проверяемом диапазоне измерений при фиксированном значении температуры с помощью стандартных образцов утвержденного типа с аттестованными значениями массовых концентраций хлористых солей в нефти и нефтепродуктах (далее – ГСО) согласно таблице 3 настоящей методики поверки. Процедура градуировки приведена в п.5 РЭ и приложении А настоящей методики поверки.

9.4 Приготовление смешанного спиртового растворителя.

В стеклянной емкости с герметичной пробкой (или крышкой) смешивают 63 части бутанола-1 по ГОСТ 5208 и 37 частей чистого (безводного) метилового спирта по ГОСТ 2222. На каждый кубический дециметр (дм³) данной смеси добавляют 3,0 см³ воды. Приготовленную смесь тщательно перемешивают и хранят в вытяжном шкафу не более одного месяца

Примечание — смешанный спиртовой растворитель пригоден к применению, если его проводимость составляет менее 0,25 мА при напряжении 125 В переменного тока. Высокая проводимость может быть вызвана чрезмерным содержанием воды в растворителе и может являться показателем того, что используемый метиловый спирт не является безводным.

9.5 В мерный стеклянный цилиндр вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770 с притертой пробкой вносят 15 см³ о-ксилола. Затем пипеткой приливают 10 см³ стандартного образца с аттестованным значением массовой концентрации хлористых солей (таблица 3). Остатки ГСО из пипетки смывают о-ксилолом в цилиндр, доводя объем до 50 см³. Закрывают и тщательно встряхивают цилиндр в течение примерно 60 секунд для растворения смеси. Добавляют смешанный спиртовой растворитель по п. 9.4 до объема 100 см³. Закрывают пробкой и тщательно перемешивают в течение примерно 30 секунд для полного растворения смеси. Приготовленный раствор оставляют на 5 минут для отстаивания.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора следующим образом: при включении анализатора на экране отобразится идентификационное наименование и номер версии ПО. Идентификационное наименование и номер версии ПО должны соответствовать указанному в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Normalab NSB TECH
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже V2.00
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение относительной погрешности и проверка диапазона измерений массовой концентрации хлористых солей

11.1.1 Для определения относительной погрешности измерений массовой концентрации хлористых солей используют не менее трех ГСО в соответствии с таблицей 3, обеспечивая проведение измерений в каждом поддиапазоне измерений массовой концентрации хлористых солей.

11.1.2 Приготовленный раствор по п. 9.5 переливают из цилиндра в предварительно очищенную сухую измерительную ячейку. Для каждого приготовленного раствора проводят не менее трех измерений массовой концентрации хлористых солей (C_{ij} , мг/дм³; $i = 1 \dots N, N \geq 3$).

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 По результатам измерений, полученным по п. 11.1.2 настоящей методики поверки рассчитать относительную погрешность измерений массовой концентрации хлористых солей (δ , %) анализатора по формуле

$$\delta = \frac{C_{ij} - A_j}{A_j} \cdot 100, \quad (1)$$

где C_{ij} – i -ый результат измерений массовой концентрации хлористых солей в j -м ГСО, мг/дм³;

A_j – аттестованное значение массовой концентрации хлористых солей в j -м ГСО, мг/дм³ (паспорт ГСО).

12.2 Полученные значения метрологических характеристик должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы.

13.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки на средство измерений не предусмотрено. Пломбирование анализаторов не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению.

13.5 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещение о непригодности к применению средства измерений.

13.6 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят информацию об объеме проведенной поверки в части поддиапазонов измерений.

Зам. зав. лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



Е.В. Вострокнутова

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Градуировка анализатора хлористых солей в сырой нефти NSB TECH

А.1 Программное обеспечение прибора предусматривает возможность построения градуировочной характеристики пользователем. Построение градуировочной характеристики проводится в точках: (0, 3, 9, 15, 30, 45, 60, 75, 90, 115, 145, 190, 215, 245, 290, 430) мг/дм³ аналогично алгоритму, приведенному в ГОСТ 33703 и ASTM D3230. Допускается построение градуировочной характеристики в более узком диапазоне – диапазоне концентраций рабочих проб.

А.2 Порядок построения градуировочной характеристики повторяет порядок рутинных измерений массовой концентрации хлористых солей в анализируемой пробе.

А.3 В мерный стеклянный цилиндр с притертой пробкой по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см³ вносят 15 см³ о-ксилола. Затем пипеткой по ГОСТ 29227 добавляют аликвоту ГСО, объем которой определяют формуле (А.1). Остатки ГСО из пипетки смывают о-ксилолом в цилиндр, доводя объем до 50 см³. Закрывают и тщательно встряхивают цилиндр в течение примерно 60 секунд для растворения смеси. Добавляют смешанный спиртовой растворитель до объема 100 см³. Закрывают пробкой и тщательно перемешивают в течение примерно 30 секунд для полного растворения смеси. Ожидают отстаивания в течение приблизительно 5 минут. В качестве нулевой пробы используют смесь 50 см³ о-ксилола и 50 см³ смешанного спиртового растворителя. Объем аликвоты ГСО (V_{CO} , см³) рассчитывают по формуле

$$V_{CO} = \frac{C_{гр} \cdot 10}{C_{CO}}, \quad (A.1)$$

где $C_{гр}$ – номинальное значение массовой концентрации хлористых солей в градуировочном растворе, мг/дм³;

C_{CO} – аттестованное значение массовой концентрации хлористых солей в ГСО (по паспорту ГСО), мг/дм³;

10 – объем имитируемой пробы, см³.

Приготовленные градуировочные растворы хранят в вытяжном шкафу при (22±5) °С не более одного месяца.

А.4 В таблице А.1 приведены возможные варианты приготовления градуировочных растворов с помощью ГСО. Допускается при построении градуировочной характеристики использовать не все градуировочные точки.

Таблица А.1 – Приготовление градуировочных растворов

Массовая концентрация градуировочного раствора, мг/дм ³	Аттестованное значение массовой концентрации хлористых солей в ГСО, мг/дм ³	Объем аликвот ГСО, см ³	Границы относительной погрешности массовой концентрации хлористых солей в градуировочных растворах ¹⁾ , %
3	10	3,0	± 8
9	10	9,0	± 8
9	50	1,8	± 3
15	50	3,0	± 3
15	100	1,5	± 2
30	50	6,0	± 3
30	100	3,0	± 3
30	300	1,0	± 3
45	50	9,0	± 3

Массовая концентрация градуировочного раствора, мг/дм ³	Аттестованное значение массовой концентрации хлористых солей в ГСО, мг/дм ³	Объем аликвот ГСО, см ³	Границы относительной погрешности массовой концентрации хлористых солей в градуировочных растворах ¹⁾ , %
45	100	4,5	± 2
45	300	1,5	± 2
60	100	6,0	± 3
60	300	2,0	± 2
75	100	7,5	± 2
75	300	2,5	± 3
90	100	9,0	± 2
90	300	3,0	± 2
90	900	1,0	± 2
115	300	3,8	± 2
115	900	1,3	± 2
145	300	4,8	± 2
145	900	1,6	± 2
190	300	6,3	± 2
190	900	2,1	± 3
215	300	7,2	± 2
215	900	2,4	± 3
245	300	8,2	± 2
245	900	2,7	± 2
290	300	9,7	± 2
290	900	3,2	± 2
430	900	4,8	± 2

¹⁾ При расчетах границ относительной погрешности измерений массовой концентрации хлористых солей в градуировочных растворах учитывались:

- погрешность измерений объема мерного цилиндра по ГОСТ 1770;
- погрешность измерения объема пипетками 2-го класса точности по ГОСТ 29227;
- погрешность аттестованного значения ГСО.