

**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»

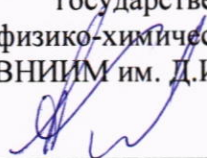


А.Н. Пронин


«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 ± 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 ($\text{Cl}(\text{CF}_2\text{-CFCl})_2\text{Cl}$ и $\text{Cl}(\text{CF}_2\text{-CFCl})_3\text{Cl}$), коммерческая марка S-316 - микрошприцы МШ-50, М-100 с пределом относительной погрешности дозирования ± 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 ³ по ГОСТ 29227-91, 2 кл. точности. - колбы мерные вместимостью 50 или 100 см ³ 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 поверены¹⁾; 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.

¹⁾ 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/дм³ градуировку выполняют в диапазоне 0-20 мг/дм³, в диапазоне свыше 20 до 200 мг/дм³ - в диапазоне 0-200 мг/дм³.

- 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 \geq 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 \geq 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 \geq 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).

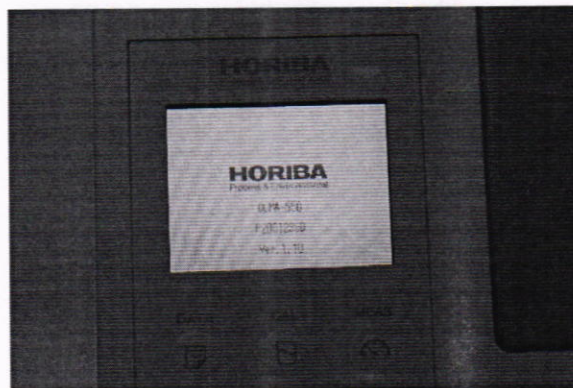


Рисунок 1 - Экран с выведенной версией ПО

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 см³) 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 см³ 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: C₁₁ и C₁₂. 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/дм³ 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/дм³;
C_{ат}- значение массовой концентрации нефтепродуктов в i-ом КР по Таблицам 1-3 Приложения 2, мг/дм³.

10.7 Относительную погрешность анализатора в диапазоне свыше 20 до 200 мг/дм³ 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/дм³;
C_{ат} – значение массовой концентрации нефтепродуктов в i-ом КР по Таблицам 1-3 Приложения 2, мг/дм³.

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 ³ включ., мг/дм ³	±0,8
Пределы допускаемой относительной погрешности анализатора при определении массовой концентрации нефтепродуктов в экстракте в диапазоне св. 20 до 200 мг/дм ³ , %	±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 ³			
	Изм №1	Изм №2	Нормативы погрешности	
			Модель ОСМА-500	Модель ОСМА-550
Абсолютная погрешность, мг/дм ³	±0,8	±0,8
	Диапазон св. 20 до 200 мг/дм ³			
Относительная погрешность, %	±4	±4

Абсолютная погрешность в диапазоне от 1 до 20 мг/дм³ и относительная погрешность измерения в диапазоне свыше 20 до 200 мг/дм³ 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 см³ наливают растворитель S-316 приблизительно 1/3 объема (60-70 см³). Вскрывают ампулу ГСО 7248-96, с помощью бюретки дозируют в колбу 2 см³ стандартного образца, содержимое перемешивают, объем доводят до метки и готовый раствор снова перемешивают. Массовая концентрация нефтепродуктов в полученном основном растворе $C_n = 500$ мг/дм³. Контрольные растворы нефтепродуктов готовят в соответствии с таблицей 3 в колбах вместимостью 100 см³. Основной раствор дозируют с помощью бюретки вместимостью 100 см³ по ГОСТ 29251-91, а раствор №2 (п. 6-7 Таблицы 1) – дозируют с помощью бюретки вместимостью 5.0 см³.

Таблица 1

№ раствора	Исходный раствор	Объем основного раствора, см ³	Массовая концентрация компонента, мг/дм ³	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 $200 \cdot 10^{-3}$, $100 \cdot 10^{-3}$, $50 \cdot 10^{-3}$, $20 \cdot 10^{-3}$, $10 \cdot 10^{-3}$, $5 \cdot 10^{-3}$ см³ (мкл) в исполнении «без воздушного промежутка»; вместимость мерной колбы 50 см³, в соответствии с рекомендациями Таблицы 2.

Таблица 2

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

№ контр. раствора	Исходный раствор	Объем раствора, см ³	Массовая концентрация н/продукта в растворе С, мг/дм ³	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 ³	Массовая концентрация компонента, мг/дм ³	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/дм³;
 V_a – объем аликвоты раствора стандартного образца, см³;
 V_k – объем мерной колбы, см³;
 ΔV_a – пределы допускаемой абсолютной погрешности СИ объёма аликвоты, см³;
 ΔV_k – пределы допускаемой абсолютной погрешности используемой мерной колбы, см³;
 c_a – аттестованное значение содержания нефтепродуктов в стандартном образце, мг/дм³ или в исходном контрольном растворе, мг/дм³;
 Δc_a – пределы допускаемой абсолютной погрешности содержания нефтепродуктов в стандартном образце или в исходном контрольном растворе, мг/дм³.

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 δ_a - относительная погрешность измерения объёма аликвоты, %
 δ_k - относительная погрешность измерения объёма КР, %
 δ_{ca} - относительная погрешность аттестации стандартного образца, %