



УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
К.В. Гоголинский
«22» апреля 2016 г.

Анализаторы нефтепродуктов в воде ОСМА-500, ОСМА-550

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 242-2006-2016

н.р. 65024-16


Руководитель отдела
Л.А. Конопелько


Старший научный сотрудник
А.Б. Копыльцова

Санкт-Петербург
2016

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы нефтепродуктов в воде ОСМА-500, ОСМА-550 фирмы «HORIBA Ltd.», Япония (далее «анализаторы») и устанавливает методы и средства их первичной поверки, поверки после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции (Таблица 1):

Таблица 1

| № п/п | Наименование операций | Номер пункта методики | Обязательность проведения | |
|-------|---|-----------------------|---------------------------|---------------|
| | | | в процессе эксплуатации | после ремонта |
| 1. | Подготовка к поверке. | 5 | Да | Да |
| 2. | Внешний осмотр, проверка комплектности. | 6.1 | Да | Да |
| 3. | Опробование | 6.2 | Да | Да |
| 4. | Подтверждение соответствия программного обеспечения | 6.3 | Да | Да |
| 5. | Определение метрологических характеристик | 6.4 | Да | Да |

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. Государственный стандартный образец состава раствора нефтепродуктов в полихлортрифторэтилене ГСО 9374-2009. Метрологические характеристики ГСО приведены в Таблице 2.

Таблица 2

| № стандартного образца | Аттестованное значение массовой концентрации нефтепродуктов, мг/см ³ | Относительная погрешность аттестации, % |
|------------------------|---|---|
| ГСО 9374-2009 | 50 | 2 |

2.2. Растворитель полихлортрифторэтилен (Cl(CF₂-CFCl)₂Cl и Cl(CF₂-CFCl)₃Cl), коммерческая марка S-316.

2.3. 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 %.

2.4. Пипетка вместимостью 5,0 см³ по ГОСТ 1770-74

2.5. Колбы мерные вместимостью 50 см³ по ГОСТ 1770-74.

2.6. Допускается применение других средств поверки с характеристиками не хуже указанных, допущенных к применению в установленном порядке.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации на анализаторы.

3.2. К проведению измерений при поверке допускаются лица, изучившие методику поверки прибора.

3.3. Для получения данных, необходимых для поверки допускается участие операторов, обслуживающих прибор (под контролем поверителя).

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от 15 до 25
- атмосферное давление, кПа от 96 до 104
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Подготовка анализаторов ОСМА-500, ОСМА-550 к работе осуществляется 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.

5.2. Включить питание анализатора и прогреть его в течение 30 мин.

5.3. Промыть кювету анализатора. Кювету модели 550 тщательно промывают растворителем S-316 и протирают оптические окна мягкой тканью, исключая потеки растворителя или загрязнения. Если анализатор модели 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 ≥ 2] растворителем S-316.

5.4. Подготовить контрольные растворы (КР) ГСО 9374-2009 в растворителе S-316 в соответствии с рекомендациями Таблицы 3.

Таблица 3

| № контр. раствора | Объем аликвоты ГСО или КР, см ³ | Объем смеси, см ³ | Массовая концентрация н/продукта в растворе С, мг/дм ³ |
|------------------------------------|--|------------------------------|---|
| КР, приготовленные на основе ГСО | | | |
| 1 | 200 · 10 ⁻³ | 50 | 200 |
| 2 | 100 · 10 ⁻³ | 50 | 100 |
| 3 | 50 · 10 ⁻³ | 50 | 50 |
| 4 | 20 · 10 ⁻³ | 50 | 20 |
| 5 | 10 · 10 ⁻³ | 50 | 10 |
| КР, приготовленные на основе КР №3 | | | |
| 6 | 5 | 50 | 5 |

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр, проверка комплектности.

При проведении внешнего осмотра проверяют:

- отсутствие механических повреждений;
- соответствие анализатора комплектности, приведенной в РЭ.
- чистоту кюветы анализатора.

6.2. Опробование.

Анализатор считается прошедшим опробование, если после включения питания внутренние тесты прошли автоматически и на дисплее анализатора появилось меню. При этом анализатор автоматически переходит в режим ожидания.

6.3. Подтверждение соответствия программного обеспечения проводится визуально путем проверки версии ПО. Версия ПО отображается на экране при включении или в меню «System Setting», в строке «Ver.».

Результат проверки соответствия программного обеспечения считают положительным, если номер версии соответствует указанному в таблице 4.

Таблица 4

| Идентификационные данные (признаки) | Значение |
|-------------------------------------|----------|
| Номер версии ПО, не ниже | 1.10 |

6.4. Определение метрологических характеристик.

Допустимо проводить поверку в рабочем диапазоне измерений анализатора, если анализатор используется в более узком диапазоне измерений, чем указано в технической документации¹.

6.4.1. Определение абсолютной погрешности анализатора в диапазоне от 1 до 20 мг/дм³ при первичной поверке проводят по КР №№4-6 из Таблицы 3, при периодических поверках – по КР №5 из Таблицы 3. При первичной поверке используют не менее 2-х КР.

6.4.1.1. Заполнение кювет и корректировка нуля.

- В кюветное отделение анализатора модели 550 устанавливают измерительную кювету, заполненную растворителем S-316.

- В меню анализатора модели 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 550 вынимают, опорожняют и промывают следующим раствором.

- Опорожнение кюветы модели 500 производится автоматически по команде программы.

- Для промывки кюветы модели 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.

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

6.4.1.3. Проводят два последовательных измерения массовой концентрации нефтепродуктов в каждом КР: C₁ и C₂. Между измерениями одинаковых КР промывку кювет не производят.

6.4.1.4. После проведения двух измерений с i-ой смесью кювету промывают следующим КР по процедуре, описанной в п. 6.4.1.1 [Number of Purge = 2]. После промывки заполняют кюветы следующим КР.

¹ Должно быть утверждено Руководителем предприятия, на котором эксплуатируется анализатор.

6.4.1.5. Абсолютную погрешность анализатора в диапазоне от 1 до 20 мг/дм³ вычисляют по формуле (1) для каждого i-ого измерения каждого контрольного раствора.

$$\delta_{\text{абс}} = [C_{\text{ат}} - C_{ij}] \quad (1)$$

где: C_{ij} - результат j-ого измерения массовой концентрации нефтепродуктов в i-ом КР, мг/дм³; $C_{\text{ат}}$ - значение массовой концентрации нефтепродуктов в i-ом КР по Таблице 3, мг/дм³.

6.4.2. Определение относительной погрешности анализатора в диапазоне свыше 20 до 200 мг/дм³ проводят по КР №№1-3 из Таблицы 3, при периодических поверках – по КР №2 из Таблицы 3. При первичной поверке используют не менее 2-х КР.

6.4.2.1. Заполнение кювет, корректировка нуля и измерения производятся по п 6.4.1.1-6.4.1.4.

6.4.2.2. Относительную погрешность анализатора при определении массовой концентрации нефтепродуктов в КР вычисляют по формуле (2) для каждого i-ого измерения каждого контрольного раствора.

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

где: C_{ij} - результат j-ого измерения массовой концентрации нефтепродуктов в i-ом КР, мг/дм³; $C_{\text{ат}}$ - значение массовой концентрации нефтепродуктов в i-ом КР по Таблице 3, мг/дм³.

6.4.3. Анализатор считается выдержавшим поверку, если полученные по п.п. 6.4.1.5 и 6.4.2.5 значения для каждого из двух последовательных измерений каждого из КР, не превышает значений, приведенных в таблице 5.

Таблица 5

| 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 , мг/дм ³ | ± 0,8 |
| Пределы допускаемой относительной погрешности анализатора при определении массовой концентрации нефтепродуктов в экстракте в диапазоне свыше 20 до 200 мг/дм ³ , % | ± 4 |

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. При проведении поверки анализаторов составляют протокол результатов поверки, рекомендуемая форма которого приведена в приложении 1.

7.2. Анализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к эксплуатации. Положительные результаты поверки оформляют свидетельством о поверке установленной формы согласно действующему законодательству Российской Федерации. Знак поверки наносится на переднюю панель анализатора. В случае, если условия эксплуатации прибора не обеспечивают сохранность знака поверки в течение всего межповерочного интервала, допускается наносить знак поверки на свидетельство о поверке.

7.3. При отрицательных результатах поверки эксплуатацию анализаторов запрещают и выдают извещение о непригодности установленной формы согласно действующему законодательству Российской Федерации с указанием причин непригодности.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Наименование: анализатор нефтепродуктов в воде ОСМА-500 (ОСМА-550)

Зав. Номер _____

Дата выпуска _____

Представлен _____

Поверка проводится согласно документу МП 242-2006-2016 «Анализаторы нефтепродуктов в воде ОСМА-500, ОСМА-550. Методика поверки», утвержденному ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» 22 апреля 2016 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 | |
| | | | ОСМА 500 | 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 _____