

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ  
«УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ»  
(ФГУП «УНИИМ»)**

УТВЕРЖДАЮ



Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских

« 21 »

05

2019 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

**АНАЛИЗАТОРЫ ЭЛЕМЕНТНЫЕ**

**СПЕКТРОСКАН МЕТА**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

**МП 27-251-2019**

г. Екатеринбург  
2019

**СОДЕРЖАНИЕ**

1 Область применения.....	3
2 Нормативные ссылки.....	3
3 Операции поверки.....	3
4 Средства поверки.....	3
5 Требования безопасности.....	4
6 Условия поверки и подготовка к ней.....	4
7 Требования к квалификации поверителей.....	4
8 Проведение поверки.....	5
8.1 Внешний осмотр.....	5
8.2 Идентификация программного обеспечения.....	5
8.3 Проверка функционирования (опробование).....	5
8.4 Проверка метрологических характеристик.....	5
9 Оформление результатов поверки.....	7

## 1 Область применения

Настоящая методика распространяется на анализаторы элементные СПЕКТРОСКАН МЕТА (далее - анализаторы), производства Общества с ограниченной ответственностью «Научно-производственного объединения «СПЕКТРОН», Россия, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка анализаторов элементных СПЕКТРОСКАН МЕТА должна проводиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Интервал между поверками – 1 год

## 2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы<sup>1</sup>:

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

- Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке»;

- Приказ Минтруда России от 24.07.2013 № 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

## 3 Операции поверки

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	п. 8.1	+	+
Опробование	п. 8.3	+	+
Идентификация ПО	п. 8.2	+	+
Проверка метрологических характеристик	п. 8.4	+	+

3.2 При использовании анализатора только для определения серы в газах, использовать для поверки стандартные образцы (СО) газовых смесей по п. 4.1, при использовании только для анализа жидких проб, использовать жидкие СО по п. 4.1.

3.3 При поверке анализаторов, имеющих несколько блоков измерений или поддиапазонов измерений, допускается, на основании письменного заявления владельца анализатора, проведение поверки отдельных автономных блоков из состава средства измерений для меньшего числа измеряемых величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений.

3.4 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, поверка прекращается, анализатор бракуется.

## 4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки используют следующие СО:

- массовой доли азота в нефтепродуктах (имитатор) (СО МДАН-ПА) ГСО 10318-2013 с аттестованным значением массовой доли азота (0,05-5000) млн<sup>-1</sup> и границами допускаемых значений относительной погрешности при P=0,95 ±(2,5-5) %;

<sup>1</sup> При пользовании настоящей методикой целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю. Если ссылочный документ заменён (изменён), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменённым (изменённым) документом. Если ссылочный документ отменён без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

- массовой доли серы в декане ГСО 7995-2002 (СН-0,1-ЭК), с аттестованным значением массовой доли серы в интервале (0,09-0,11) % и границами допускаемых значений относительной погрешности при  $P=0,95 \pm 5$  %;
- массовой доли серы в декане ГСО 7997-2002 (СН-0,5-ЭК), с аттестованным значением массовой доли серы в интервале (0,50-0,55) % и границами допускаемых значений относительной погрешности при  $P=0,95 \pm 2$  %;
- массовой доли серы в нефтепродуктах (имитатор) (СО СН-ПА) ГСО 10202-2013 с аттестованным значением массовой доли серы 2 и 10 млн<sup>-1</sup> (мг/кг) и границами допускаемых значений относительной погрешности при  $P=0,95 \pm 2,5$  %;
- состава искусственной газовой смеси на основе серосодержащих соединений (СМ-2) ГСО 10538-2014 с молярной долей серосодержащего соединения в метане от  $5 \cdot 10^{-5}$  до 2,5 % и границами допускаемых значений относительной погрешности при  $P=0,95$  от  $\pm 10$  % до  $\pm 2,5$  %, соответственно.

4.2 Для контроля внешних влияющих факторов применяют средства измерений температуры и относительной влажности окружающей среды с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 6.

4.3 СО должны иметь действующие паспорта, а средства измерений поверены.

4.4 Допускается применение других стандартных образцов, допущенных к применению в Российской Федерации в установленном порядке и обеспечивающих определение метрологических характеристик анализатора с требуемой точностью.

## 5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 № 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

## 6 Условия поверки и подготовка к ней

6.1 При проведении поверки должны соблюдаться условия, согласно таблице 2.

Таблица 2 – Условия поверки

Параметр	Значение
Температура окружающего воздуха, °С	от +10 до +30
Относительная влажность, %, не более	80

6.2 Анализатор и средства поверки должны быть подготовлены к работе в соответствии с их эксплуатационной документацией.

6.3 СО газовых смесей выдерживают в помещении, в котором проводится поверка, не менее чем в течение 24 часов.

## 7 Требования к квалификации поверителей

К проведению измерений по поверке допускаются лица, имеющие опыт работы с подобными анализаторами, изучившие эксплуатационную документацию на анализатор и настоящую методику. Допускается проведение отдельных операций по поверке специалистами организации, применяющей анализатор или специалистами сервисной службы производителя.

## 8 Проведение поверки

### 8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Внешний осмотр анализатора предусматривает проверку комплектности, отсутствия механических повреждений корпуса, крепления органов управления и чёткости маркировки, состояния лакокрасочных покрытий.

8.1.2 Результат поверки считают положительным, если отклонений не обнаружено.

### 8.2 Идентификация программного обеспечения

8.2.1 Проверка текущей версии программного обеспечения (ПО) производится согласно разделу «Проверка соответствия ПО» «Руководства по эксплуатации».

8.2.2 Результат поверки ПО считают положительным, если его идентификационные данные соответствуют приведенным в описании типа.

### 8.3 Проверка функционирования (опробование)

При опробовании необходимо:

- осуществить подачу газов в анализатор, проверить анализатор на отсутствие утечек в газовой линии (см. Приложение А «Руководства по эксплуатации»);
- запустить пользовательскую программу и прогреть анализатор в соответствии с разделом «Прогрев прибора» «Руководства по эксплуатации».

Результат опробования считают положительным, если не выявлены газовые утечки и по окончании прогрева в информационном окне программного обеспечения, заданные параметры анализатора соответствуют фактически установленным.

### 8.4 Проверка метрологических характеристик

8.4.1 Подготовить стандартные образцы по п. 4.1 согласно их документации. СО выбираются в зависимости от поверяемого поддиапазона измерений анализатора таким образом, чтобы аттестованные значения ГСО лежали в начале и конце поверяемого поддиапазона измерений. При периодической поверке достаточно использовать один СО с аттестованным значением в начале поверяемого поддиапазона.

8.4.2 В программе «ПО СПЕКТРОСКАН МЕТА» выбрать раздел «Поверка» в соответствии с Руководством по эксплуатации. В режиме «Поверка» происходит автоматическая настройка рабочих параметров анализатора (расход газов, чувствительность детектора и других).

8.4.3 Выбрать элемент – азот или сера, и тип анализируемых образцов – жидкость или газ.

8.4.4 После готовности анализатора к измерениям (зеленый цвет значка индикации готовности) нажать кнопку «Начать» и последовательно провести по пять измерений холостой пробы (без ввода образца) для каждого поверяемого блока измерений на калибровке, соответствующей нижней части диапазона измерений.

8.4.5 После проведения измерений, ПО анализатора выводит на экран компьютера предел обнаружения, рассчитанный по формуле

$$\text{ПДО}_i = 3 \cdot \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^5 (C_{ij} - C_i)^2}{4}}, \quad (1)$$

где  $C_{ij}$  –  $j$ -й единичный результат измерения холостой пробы (без ввода образца) для  $i$ -го блока измерений,  $\text{млн}^{-1}$  ( $\text{мг}/\text{м}^3$ );

$C_i = \frac{\sum_{j=1}^5 C_{ij}}{5}$  – среднее арифметическое результатов пяти измерений холостой пробы (без ввода образца) для  $i$ -го блока измерений,  $\text{млн}^{-1}$  ( $\text{мг}/\text{м}^3$ ).

8.4.6 Ввести в ПО сведения о используемых СО (тип, аттестованное значение), провести по три измерения содержания элемента в каждом СО в зависимости от поверяемых блоков измерений и поддиапазонов измерений.

8.4.7 После измерений содержания элемента в каждом СО, ПО анализатора рассчитывает и выводит на экран компьютера относительную погрешность измерений массовой доли/концентрации элемента в СО по формуле

$$\delta_i = \frac{|C_i - C_{аттi}|}{C_{аттi}} \cdot 100, \quad (2)$$

где  $C_i$  – среднее арифметическое результатов измерений содержания элемента в  $i$ -ом СО,  $\text{млн}^{-1}$  ( $\text{мг}/\text{м}^3$ );

$C_{аттi}$  – аттестованное значение содержания элемента  $i$ -го СО,  $\text{млн}^{-1}$  ( $\text{мг}/\text{м}^3$ ).

Пересчет аттестованного значения из единиц массовой доли выраженной в % в единицы массовой доли, выраженные в  $\text{млн}^{-1}$  ( $\text{мг}/\text{кг}$ ), производят по формуле

$$C_{аттi} = w_{аттi} \cdot 10000, \quad (3)$$

где  $w_{аттi}$  – массовая доля элемента из паспорта  $i$ -го СО, %.

Пересчет аттестованного значения массовой концентрации элемента из единиц молярной доли выраженной в % в единицы массовой концентрации, выраженные в  $\text{мг}/\text{м}^3$ , производят по формуле

$$C_{аттi} = 10000 \cdot \frac{P}{R \cdot T} \cdot N_{xSi} \cdot M_S \cdot n_S, \quad (4)$$

где  $N_{xSi}$  – молярная доля серосодержащего компонента из паспорта  $i$ -го СО, %;

$M_S$  – молярная масса серы, г/моль;

$n_S$  – количество атомов серы в серосодержащем компоненте;

$P=101,325$  кПа;  $R=8,314$  Дж/(моль·К);  $T=293,15$  К.

8.4.8 Результаты поверки считают положительными, если метрологические характеристики соответствуют значениям, указанным в таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значение
Диапазон показаний массовой доли серы (S; NS; N(L)S), $\text{млн}^{-1}$	от 0,03 до 10000
Диапазон измерений массовой доли серы в жидких пробах (S; NS; N(L)S), $\text{млн}^{-1}$	от 2,0 до 5000
Предел обнаружения серы в жидких пробах (S; NS; N(L)S), $\text{млн}^{-1}$ , не более	0,2
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли серы в жидких пробах (S; NS; N(L)S), %, в поддиапазонах измерений: от 2,0 до 10 $\text{млн}^{-1}$ включ. св. 10 до 1000 $\text{млн}^{-1}$ включ. св. 1000 до 5000 $\text{млн}^{-1}$ включ.	$\pm 20$ $\pm 10$ $\pm 5$
Диапазон измерений массовой концентрации серы в газообразных пробах* (S; NS; N(L)S), $\text{мг}/\text{м}^{3**}$	от 1,0 до 5000
Предел обнаружения серы в газообразных пробах (S; NS; N(L)S), $\text{мг}/\text{м}^3$ , не более	0,2
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации серы в газообразных пробах (S; NS; N(L)S), %, в поддиапазонах измерений: от 1,0 до 10 $\text{мг}/\text{м}^3$ включ. св. 10 до 1000 $\text{мг}/\text{м}^3$ включ. св. 1000 до 5000 $\text{мг}/\text{м}^3$ включ.	$\pm 20$ $\pm 10$ $\pm 5$
Диапазон показаний массовой доли азота (N, NS, N(L), N(L)S), $\text{млн}^{-1}$	от 0,03 до 10000

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой доли азота в жидких пробах, млн <sup>-1</sup> - модификации: N; NS - модификации: N(L); N(L)S	от 0,30 до 5000 от 0,050 до 5000
Предел обнаружения азота в жидких пробах, млн <sup>-1</sup> , не более: - модификации: N; NS - модификации: N(L); N(L)S	0,1 0,025
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли азота в жидких пробах (N, NS, N(L), N(L)S), %, в поддиапазонах измерений: от 0,050 до 0,30 млн <sup>-1</sup> включ. св. 0,30 до 1,0 млн <sup>-1</sup> включ. св. 1,0 до 10 млн <sup>-1</sup> включ. св. 10 до 1000 млн <sup>-1</sup> включ. св. 1000 до 5000 млн <sup>-1</sup>	±60 ±40 ±20 ±10 ±5
* Пробы сжиженного газа в процессе измерений переводятся в газообразное состояние. ** Реализуется на модификациях, оснащенных модулем вода газов.	

8.4.9 При отрицательных результатах поверки проводят настройку и/или повторную калибровку анализатора и повторяют операции поверки для характеристик, которые не соответствуют требованиям таблицы 3. При повторных отрицательных результатах поверку прекращают и оформляют документы по п. 9.3.

## 9 Оформление результатов поверки

9.1 Измерения, проводимые в процессе поверки, оформляются протоколом произвольной формы.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требованиям к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России от 02 июля 2015 г. №1815).

9.3 При отрицательных результатах поверки выдаётся извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требованиям к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России от 02 июля 2015 г. №1815).

Разработчик:

Зам. зав. лаб. 251  
ФГУП «УНИИМ»



Мигаль П.В.