

**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»

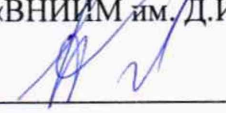
А.Н.Пронин

«22» марта 2022 г




Государственная система обеспечения единства измерений
Анализаторы топлив OptiFuel
Методика поверки
МП 242-2471-2022

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 топлив OptiFuel и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Настоящая методика поверки должна обеспечивать для поверяемого средства измерений прослеживаемость к Государственному первичному эталону (ГПЭ) единицы массы (килограмма) ГЭТ 3-2020, Государственному первичному эталону единицы объема жидкости в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-9} \text{ м}^3$ до $1,0 \text{ м}^3$ ГЭТ 216-2018, Государственному первичному эталону единицы плотности ГЭТ 18-2014.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки:

- прямое измерение поверяемым средством измерений величины, воспроизводимой стандартным образом, приготовленным смешением точных навесок или объемов чистых веществ, или аттестации СО с помощью рабочих эталонов плотности.

Допускается проведение поверки анализатора для меньшего числа измеряемых величин и для меньшего числа поддиапазонов измерений, в соответствии с заявлением владельца анализатора, с обязательным указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

Примечания:

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 Перечень операций поверки средства измерений

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

Таблица 1 – Операции поверки

№	Наименование операции	Обязательность проведения		Номер пункта методики
		первичная	в процессе эксплуатации	
1	Внешний осмотр	Да	Да	7
2	Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	Да	8
3	Проверка программного обеспечения	Да	Да	9
4	Определение метрологических характеристик средства измерений	Да	Да	10
5	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	11
6	Оформление результатов поверки	Да	Да	12

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура, °С
- относительная влажность окружающей среды, %

От +15 до +25;
не более 80;

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 Метрологические характеристики ГСО приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Метрологические характеристики ГСО

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 8.1 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 15 до 25 оС с абсолютной погрешностью не более 1 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 до 90 % с погрешностью не более 5%; Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 80 до 106 кПа, с абсолютной погрешностью не более 1,0 кПа;	Прибор комбинированный Testo 622
п. 8.5 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Указание марки «х.ч.»	Изооктан эталонный, ГОСТ 12433-83 квалификации х.ч., или гептан нормальный эталонный по ГОСТ 25828-83, квалификация хч
п. 10 Определение метрологических характеристик средства измерений	Стандартные образцы (далее СО) состава и свойств бензина по показателям: - массовая или объемная доля бензола в бензине в диапазоне значений от 6,0 до 10,0 % с относительной погрешностью не более 1,0 % и от 0,5 до 9 % с относительной погрешностью не более 1,5 %; - массовая доля метил-трет-бутилового эфира в диапазоне значений от 0,1 до 20 %, с относительной погрешностью не более 4 %; - объемная доля этанола, пропан-2-ола (изопропиловый спирт), метил-трет-бутилового эфира в диапазоне значений	ГСО 10185-2013 СО МОДБ-СХ-XX ГСО 10561-2015 СО МТБЭ-ПА СО ОКБ-ПА

	<p>от 0,0005 до 25 %, с относительной погрешностью не более 2 %;</p> <p>- октановое число по моторному и исследовательским методам в диапазоне значений от 74 до 98 ед. ОЧ и от 75 до 100 ед. ОЧ с относительной погрешностью не более 0,4 %;</p> <p>- цетановое число в диапазоне значений от 45 до 65 ед. ЦЧ и с относительной погрешностью не более 0,4 %;</p> <p>- плотность при 20,00 °С в диапазонах значений: от 683,0 до 697,2 кг/м³ от 710,8 до 730,2 кг/м³ от 772,2 до 787,2 кг/м³ от 857,3 до 874,7 кг/м³ с относительной погрешностью не более 0,05 %;</p> <p>- объемная доля этанола в диапазоне значений от 5,0 до 10,0 % с относительной погрешностью не более 0,5 %;</p> <p>- объемная доля олефинов в диапазоне значений от 5,0 до 11,0 с относительной погрешностью не более 2,0 %;</p> <p>- объемная доля ароматических углеводородов в диапазоне значений от 25,0 до 35,0 % с относительной погрешностью не более 2,5 %;</p> <p>- объемная доля бензола в диапазоне значений от 0,75 до 1,5 с относительной погрешностью не более 0,25 %;</p> <p>- объемная доля метил-трет-бутилового эфира в диапазоне значений от 15,0 до 17,0 % и относительной погрешностью не более 0,5 %;</p> <p>- объемная доля олефинов в диапазоне значений от 5,0 до 10,0 % и относительной погрешностью не более 1,5;</p> <p>- объемная доля ароматических углеводородов в диапазоне значений от 20,0 до 30,0 % и относительной погрешностью не более 1,5;</p> <p>- объемная доля бензола в диапазоне значений от 0,75 до 1,5 % и</p>	<p>ГСО 10218-2013 СО ОЧ-ПА</p> <p>ГСО 10398-2014 СО ЦЧ-ПА</p> <p>ГСО 8579-2004 РЭП 1 ГСО 8579-2004 РЭП 2 ГСО 8579-2004 РЭП 3 ГСО 8579-2004 РЭП 4</p> <p>ГСО 8142-2002</p> <p>ГСО 8143-2002</p>
--	--	--

	<p>относительной погрешностью не более 0,15;</p> <p>- октановое число по моторному методу в диапазоне значений от 90,0 до 98,0 ед. ОЧ и относительной погрешностью не более 1,0 %;</p> <p>- октановое число по исследовательскому методу в диапазоне значений от 82,0 до 92,0 ед. ОЧ и относительной погрешностью не более 1,0 %;</p>	
--	---	--

5.2 Контрольные растворы (КР АСБ-Х), приготовленные на основе ГСО 7141-95 в изооктане эталонном по Приложению Б. Состав и метрологические характеристики КР приведены в таблице 3 Приложения Б.

5.3 Допускается применение других средств поверки и стандартных образцов утвержденного типа, обеспечивающих определение метрологических характеристик анализатора с требуемой точностью.

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.

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:

- проверить соответствие требованиям п. 3.1;
- выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности;
- проверить наличие паспортов и сроки годности СО.

8.2 Установка и подготовка анализатора к работе осуществляется в соответствии с эксплуатационной документацией (ЭД).

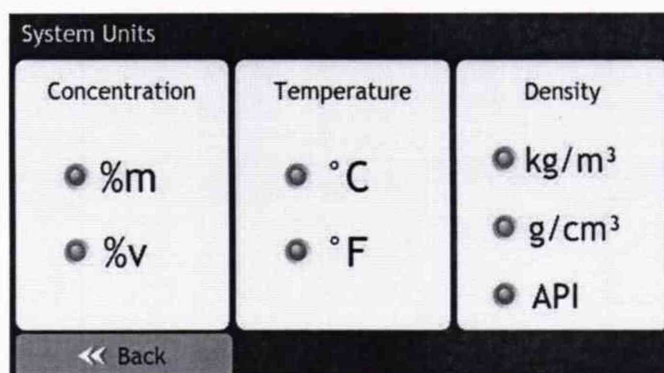


Рисунок 1 - Экран выбора системных единиц измерения показателей

8.5 Осуществляют автоматическую промывку (гексаном, гептаном или другим легким углеводородным растворителем) и осушку ИК-ячейки анализатора согласно рекомендациям п. 3. главы 3 ЭД (рисунок 2). После промывки (чистки) проводится автоматический контроль чистоты ячейки согласно п. 3.4 ЭД.

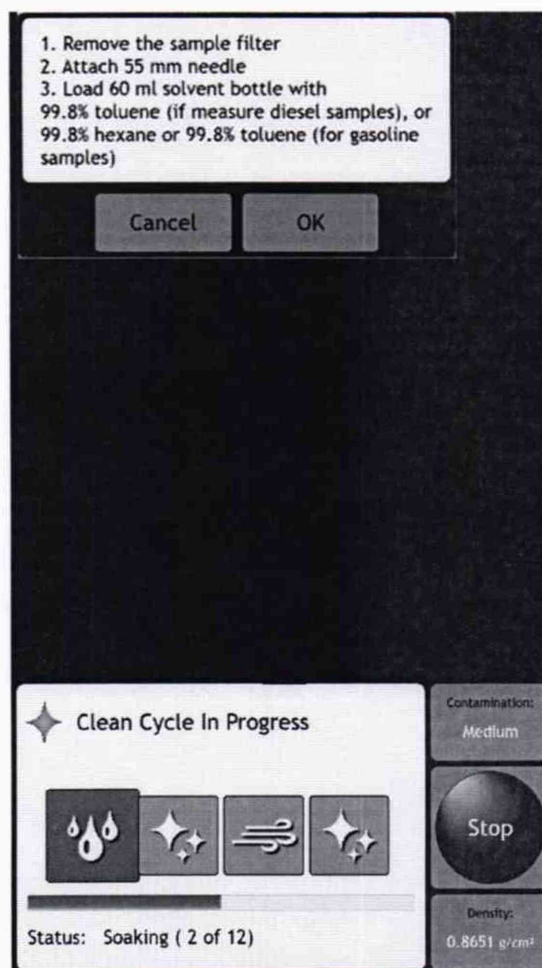


Рисунок 2 - Диалоговое окно анализатора с установками для проведения процедуры чистки ячейки

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Подтверждение соответствия программного обеспечения проводится в соответствии с ЭД анализатора путем проверки соответствия версии ПО, отображаемой на экране анализатора: 1) «OptiFuel Software», идентификационный номер 3.0.02 или выше или 2) Firmware, идентификационный номер 1.3.0 и выше. Результат проверки соответствия ПО считают положительным, если номер версии соответствует указанному в описании типа анализаторов (рисунок 3).

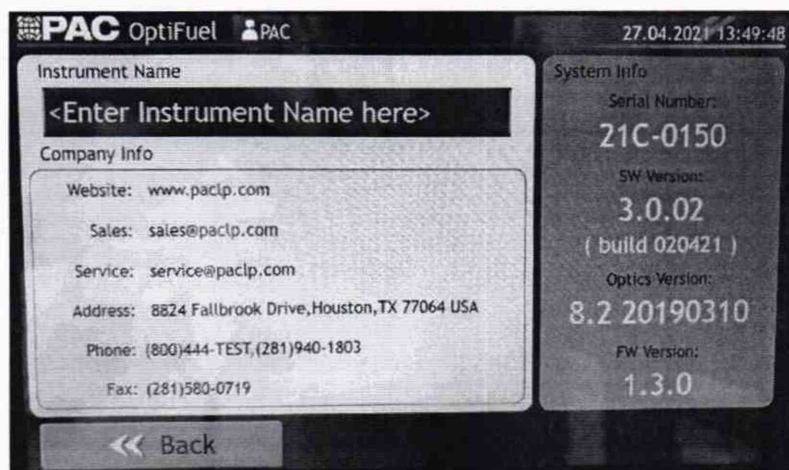


Рисунок 3 - Экран с выведенными версиями ПО

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

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение абсолютной или относительной погрешности анализатора проводят только для показателей, входящих в градуировочную базу данных, по СО, перечисленным в таблице 2.

10.2 Загружают СО в ячейку анализатора в автоматическом режиме согласно п 3.3 главы 3 ЭД (рисунок 4) и запускают цикл измерений.

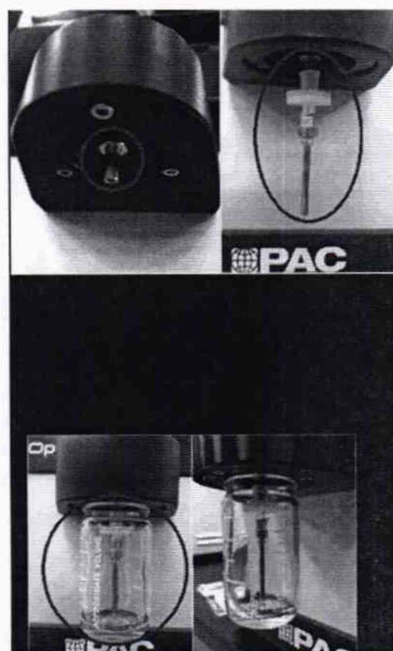


Рисунок 4 - Вид загрузочного устройства, загрузочной иглы и контейнера для пробы, смонтированного в положении загрузки.

Этапы подготовки ячейки, ее загрузки пробой, измерений и расчетов измерения, а также вид ИК-спектров отображается на экране дисплея в виде диалогового окна в разделе меню «Measurement» (Измерение), (рисунок 5).

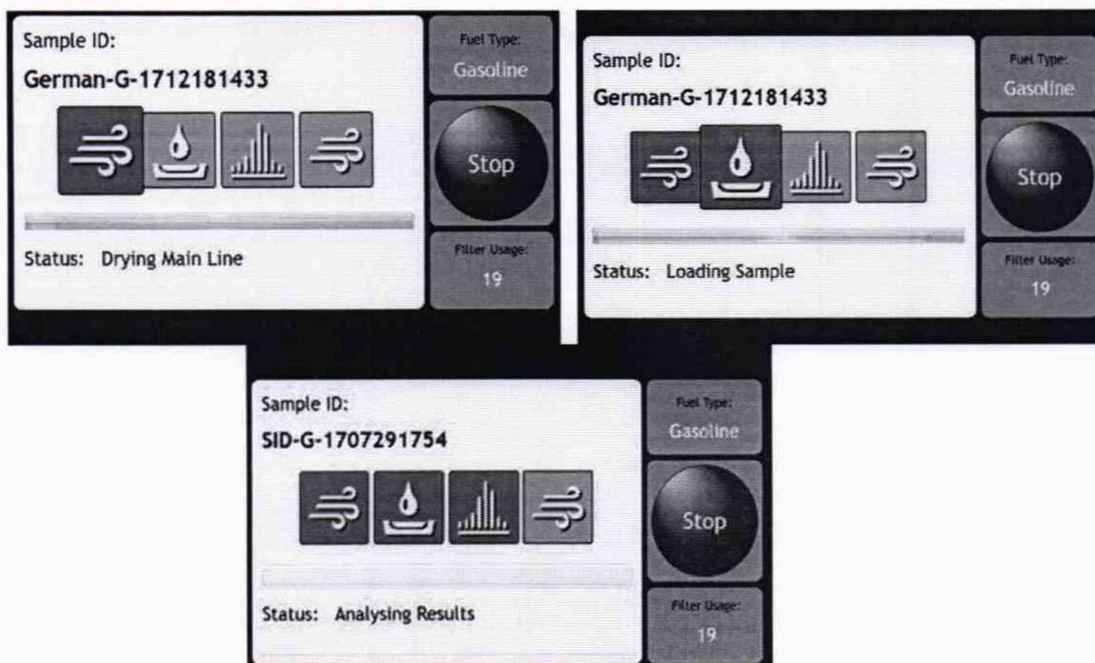


Рисунок 5 - Отражение статуса (активной процедуры подготовки или измерений) на дисплее анализатора.

После окончания измерений и расчетов результаты измерений, перечень проанализированных показателей в заданных единицах и расчетные характеристики отражаются в таблице результатов автоматически (рисунок 6).

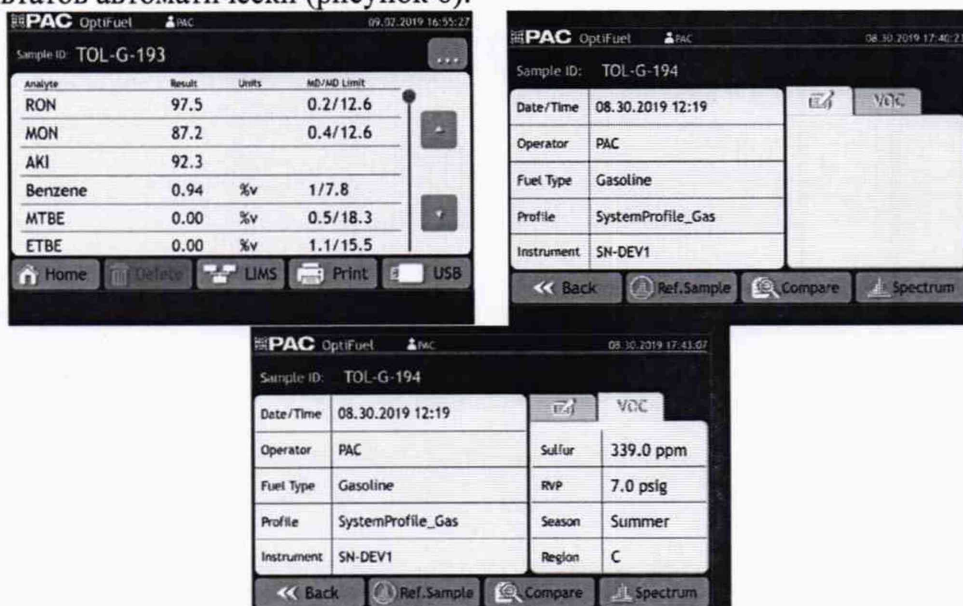


Рисунок 6 - Вид таблицы результатов измерений и расчетов и данных об образце

10.3 Проводят не менее 2 циклов измерений для каждого СО

10.4 Рассчитывают значение абсолютной (Δ) или относительной (δ) погрешности анализатора (в зависимости от показателя в соответствии с таблицей 2) для каждого единичного измерения по формулам (1) или (2):

$$\Delta = |C_{amm} - C_{ik}| \quad (1)$$

$$\delta_i = \frac{|C_{amm} - C_{ik}|}{C_{amm}} * 100$$

где: C_{ik} - i -ый результат измерения k -го показателя;

C_{amm} - действительное значение, указанное в паспорте на СО.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Результат определения абсолютной или относительной погрешности анализатора считается положительным, если полученные значения Δ или δ не превышают нормативов, приведенных в таблице 3.

Таблица 3 – Нормативы погрешности анализатора *)

Наименование характеристики	Значение
Объемная/массовая доля бензола в бензине, %	от 0,1 до 6,0
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений объёмной/массовой доли бензола, %:	
- в поддиапазоне от 0,1 до 0,3 %	± 20
- в поддиапазоне св. 0,3 % до 6,0 %	± 10
Массовая доля оксигенатов в бензинах:	
- метил-третбутиловый эфир (МТБЭ), %	от 0,1 до 14,0
- этанол, %	от 0,1 до 10,0
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли оксигенатов:	
- метил-третбутиловый эфир (МТБЭ), %	± 15
- этанол, %	± 30
Детонационная стойкость (октановое число) бензинов:	
- моторным методом	от 80 до 93
- исследовательским методом	от 89 до 103
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений детонационной стойкости (октанового числа)	$\pm 1,5$
Цетановое число дизельных топлив	от 41 до 66
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений цетанового числа	$\pm 2,0$
Плотность, диапазон измерений, кг/м ³	от 700 до 990
Плотность, диапазон показаний, кг/м ³	от 600 до 1200
Пределы абсолютной погрешности измерений плотности, кг/м ³	$\pm 1,0$

12 Оформление результатов поверки

12.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении А.

12.2 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.

Приложение А. Форма протокола поверки (рекомендуемая)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Анализатор топлив OptiFuel

Заводской номер _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Поверка проводится согласно документу МП 242-2471-2022 «ГСИ. Анализаторы топлив OptiFuel. Методика поверки».

Условия поверки:

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

Средства поверки (таблица):

№ п/п	Номер СО	Аттестованная характеристика	Интервал аттестованных значений	Границы допускаемых значений относительной погрешности при P = 0,95, °С	Границы допускаемых значений абсолютной погрешности при P = 0,95, °С

Результаты поверки (приложение – скриншот таблицы результатов с дисплея анализатора).

Внешний осмотр:

Опробование:

Версия ПО:

Результаты определения метрологических характеристик анализатора:

Поддиапазоны измерений: _____

Таблица 1

№ п/п	Наименование показателя/ аттестованное значение, ед. установленные для показателя	Результаты измерений, ед. установленные для показателя		Абсолютная или относительная погрешность		Пределы допускаемой погрешности
		№1	№2	№1	№2	
1						
2						
...
n						

Погрешность измерения не превышает норматива приведенной погрешности, указанного в описании типа.

Заключение _____

Подпись поверителя _____

Дата _____

Приложение Б. Методика приготовления контрольных растворов бензола

Для приготовления контрольных растворов бензола применяют оборудование и реактивы, указанные в п.2 методики поверки. Используют следующее оборудование, посуду и материалы:

- 1.1. СО состава бензола ГСО 7141-95 или бензол по ГОСТ 5955-75 квалификации х.ч.;
- 1.2. Изоктан эталонный, ГОСТ 12433-83 квалификации х.ч., или гептан нормальный эталонный по ГОСТ 25828-83, квалификация хч.
- 1.3. Пипетки по ГОСТ 29227 2 кл. точности вместимостью 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 см³, исполнение 1;
- 1.4. Колбы мерные с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74 2-ого класса точности вместимостью 100 см³.

1. Приготовление контрольных растворов бензола

Таблица 1

Объем бензола (КР), см ³	Конечный объем контрольного раствора, см ³	Объемная доля бензола, %	Индекс контрольного раствора
Контрольные растворы бензола в изоктане (гептане)			
ГСО 7141-95			
10,0	100	10,0	АСБ-1
5,0	100	5,0	АСБ-2
1,0	100	1,0	АСБ-3
0,5	100	0,5	АСБ-4
Аликвота раствора АСБ-1 2,0	100	0,2	АСБ-5

Приготовленные растворы переносят во флакон из темного стекла с герметичной крышкой. Срок хранения в герметичном флаконе в темном прохладном месте 14 дней.

Погрешность приготовления контрольного раствора по процедуре приготовления рассчитывают по формуле (1).

$$\Delta_c = 1,1 * \sqrt{\left(\frac{\Delta v_1}{v_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta v_2}{v_2}\right)^2 + \left(\frac{\delta}{C}\right)^2 + \left(\frac{\Delta c_a}{c_a}\right)^2} \quad (1)$$

- где: C – объемная доля бензола в контрольном растворе, %;
 v₁ – объем раствора, отмеряемый пипеткой, см³;
 v₂ – вместимость мерной колбы, см³;
 Δv₁ – пределы погрешности используемой пипетки, см³;
 Δv₂ – пределы погрешности используемой мерной колбы, см³;
 δ – пределы погрешности определения примесей в растворителе, %;
 c_a – паспортное значение объемной доли бензола в ГСО, %;
 Δc_a – относительная погрешность аттестованного значения ГСО, %.

Таблица 2.

Характеристики средств измерений, используемые при приготовлении контрольных растворов.

Наименование СИ	НТД на СИ	Значение вместимости	Пределы допускаемой абсолютной погрешности СИ
Колба мерная 2-100-2	ГОСТ 1770	100 см ³	±0,20 см ³
Пипетка 2-1-1	ГОСТ 29169	1 см ³	±0,0030 см ³
Пипетка 2-1-2		2 см ³	±0,0070 см ³
Пипетка 2-1-5		5 см ³	±0,015 см ³
Пипетка 2-1-10		10 см ³	±0,020 см ³

При использовании средств измерений, СО и реактивов, указанных в п.1 настоящего приложения, относительная погрешность приготовления контрольных растворов не превышает значений, приведенных в таблице 3.

Таблица 3.

Относительная погрешность приготовления контрольных растворов

Индекс контрольного раствора	Значение показателя, мг/дм ³	Относительная погрешность, %, не более
Контрольные растворы бензола в изооктане (гептане)		
АСБ-1	5,0	±2,0
АСБ-2	2,0	±2,0
АСБ-3	1,0	±3,0
АСБ-4	0,5	±4,0
АСБ-5	0,2	±3,0