

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

**И.о. директора УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**

Е.П. Собина

2021 г.



ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

АНАЛИЗАТОРЫ ЭЛЕМЕНТНЫЕ

СПЕКТРОСКАН МЕТА

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 125-251-2020

г. Екатеринбург

2021

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 и.о. зам. зав. лаб. 251 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» к.т.н. Мигаль П.В.: заведующий лабораторией методик ООО «НПО «СПЕКТРОН» Григорьев А.В.
- 3 СОГЛАСОВАНА и.о. директора УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в 2021 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения	4
2	Нормативные ссылки	4
3	Перечень операции поверки	5
4	Требования к условиям проведения поверки	6
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	10

Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы элементные СПЕКТРОСКАН МЕТА Методика поверки	МП 125-251-2020
---	------------------------

Дата введения в действие: 20 04 2021 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на анализаторы элементные СПЕКТРОСКАН МЕТА (далее - анализаторы), производства Общества с ограниченной ответственностью «Научно-производственное объединение «СПЕКТРОН», Россия, и устанавливает методы и средства 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 154-2019 «Государственному первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 14.12.2018 г. № 2664 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах»;

- к ГЭТ 3-2008 «Государственному первичному эталону единицы массы (килограмму)» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 29.12.2018 г. №2818 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»;

- к ГЭТ 176-2019 «Государственный первичный эталон 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 февраля 2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах».

1.3 Интервал между поверками – 1 год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- Приказ Минпромторга России от 30.07.2020 № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»;

- Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений»;

- Приказ Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

- Приказ Росстандарта от 29.12.2018 №2818 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»;

- Приказ Росстандарта от 14.12.2018 г. № 2664 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах»;

- Приказ Росстандарта от 19 февраля 2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»;

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

3 Перечень 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	8	+	+
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	9	+	+
Проверка программного обеспечения средства измерений	10	+	+
Определение метрологических характеристик средства измерений:	11	+	+
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	12	+	+
Оформление результатов поверки	13	+	+

3.2 В зависимости от модификации анализатора, выбирают соответствующие стандартные образцы (далее – СО) для поверки: при наличии в составе анализатора устройства ввода жидких проб (цифровой индекс -01 в обозначении модификации анализатора) используют жидкие СО по п.6; при наличии в составе анализатора устройства ввода газообразных проб (цифровой индекс -02 в обозначении модификации анализатора и модификация –S-20729) используют СО газовых смесей по п. 6.; при наличии в составе анализатора устройства ввода жидких проб и устройства ввода газообразных проб (цифровой индекс -03 в обозначении модификации анализатора) используют жидкие СО и СО газовых смесей по п. 6.

3.3 На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение первичной (периодической) поверки отдельных блоков из состава анализатора.

3.4 На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки для меньшего числа величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений (поверка в сокращенном объеме).

3.5 При отрицательных результатах поверки проводят настройку и/или повторную калибровку анализатора и повторяют операции поверки для характеристик, которые не соответствуют требованиям таблицы 4. При повторных отрицательных результатах поверку прекращают и оформляют документы по п. 13.3 настоящей методики поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

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

Таблица 2 – Условия поверки

Параметр	Значение
Температура окружающего воздуха, °С	от +10 до +35
Относительная влажность, %, не более	80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 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.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки согласно таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Наименование	Метрологические и технические требования
ГСО 10318-2013 стандартные образцы массовой доли азота в нефтепродуктах (имитатор) (СО МДАН-ПА)	Интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли азота от 0,05 до 10000 млн ⁻¹ и границы допускаемых значений относительной погрешности ± 5 % при P=0,95
ГСО 11441-2019 стандартные образцы массовой доли серы в минеральном масле	Интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли серы св. 10 до 1000 млн ⁻¹ вкл., границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 2 % при P=0,95
ГСО 11442-2019 стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле	Интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли серы св. 0,10 до 1,00 % вкл., границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 2 % при P=0,95
ГСО 11440-2019 стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле	Интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли серы св. 2 до 10 млн ⁻¹ вкл., границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 2,5$ % при P=0,95
ГСО 11439-2019 стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле	Интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли серы от 0,9 до 1,9 млн ⁻¹ , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 6 % при P=0,95
ГСО 10537-2014 стандартные образцы состава искусственной газовой смеси на основе серосодержащих соединений (СС-М-1)	Интервал допускаемых аттестованных значений молярной доли сероводорода в метане от $5 \cdot 10^{-5}$ до 1 % и границами допускаемых значений относительной погрешности от $\pm 1,5$ % до ± 5 % при P=0,95
термогигрометр	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п.4

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны иметь действующее свидетельство о поверке, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность передачи единицы массовой доли поверяемому анализатору.

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 N 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;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- отсутствие механических повреждений корпуса, крепления органов управления и чёткости маркировки;
- состояние лакокрасочных покрытий.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре анализатора выявлены повреждения или дефекты способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

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

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

9.3 Подготовить стандартные образцы по п. 6 согласно их документации. Стандартные образцы выбираются в зависимости от поверяемого поддиапазона измерений анализатора таким образом, чтобы аттестованные значения СО соответствовали началу и концу поверяемого поддиапазона измерений.

9.4 При опробовании необходимо:

- осуществить подачу газов в анализатор, проверить анализатор на отсутствие утечек в газовой линии (см. раздел «Проверка герметичности газовой системы анализатора» РЭ);
- запустить пользовательскую программу и прогреть анализатор в соответствии с разделом «Прогрев прибора» РЭ.

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

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проверка текущей версии программного обеспечения (далее - ПО) производится согласно разделу «Идентификация ПО» РЭ.

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

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 В программе «ПО СПЕКТРОСКАН МЕТА» выбирают раздел «Поверка» в соответствии с РЭ. В режиме «Поверка» происходит автоматическая настройка рабочих параметров анализатора (расход газов, чувствительность детектора и других).

11.2 Выбирают элемент: азот или сера, и тип анализируемых образцов: жидкость или газ. Вводят в ПО сведения об используемых СО (тип, аттестованное значение).

11.3 Выбирают для каждого СО калибровку, в которой будут выполняться измерения.

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

11.5 При помощи устройства ввода (см. раздел «Порядок выполнения измерений» РЭ) проводят по три измерения содержания элемента в каждом СО в зависимости от поверяемых блоков измерений и поддиапазонов измерений.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 После измерений содержания элементов в холостых пробах, ПО анализатора рассчитывает и выводит на экран компьютера предел обнаружения по формуле

$$\text{ПДО}_i = 3 \cdot \frac{\sigma_{\text{хол}i}}{\eta_i}, \quad (1)$$

где $\sigma_{\text{хол}i}$ – среднее квадратичное отклонение измерений сигнала холостой пробы (без ввода образца), рассчитанное ПО анализатора для i -го блока измерений, у.е., по формуле

$$\sigma_{\text{хол}i} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^5 (I_{ij} - \bar{I}_i)^2}{4}}, \quad (2)$$

I_{ij} - j -ый результат сигнала холостой пробы i -го блока измерений, у.е.;

\bar{I}_i - среднее арифметическое значение сигнала холостой пробы i -го блока измерений, у.е., рассчитанное по формуле

$$\bar{I}_i = \frac{\sum_{j=1}^5 I_{ij}}{5}, \quad (3)$$

η_i – чувствительность по калибровке, соответствующей нижней части диапазона измерений, рассчитанная ПО анализатора для i -го блока измерений, у.е./млн⁻¹ или у.е./мг/м³ по формуле

$$\eta_i = \frac{\bar{I}_{COi}}{C_i}, \quad (4)$$

где \bar{I}_{COi} – среднее арифметическое значение интенсивности сигнала i -го блока измерений для выбранного элемента в СО, у.е.;

C_i – массовая доля или массовая концентрация элемента в стандартном образце, млн⁻¹ (мг/м³).

Расчет чувствительности i -го блока измерений анализатора проводится с использованием СО с аттестованным значением, соответствующим верхней границе нижней части диапазона измерений.

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

$$\delta_i = \frac{C_i - C_{аттi}}{C_{аттi}} \cdot 100, \quad (5)$$

где C_i – среднее арифметическое результатов измерений содержания элемента в i -ом СО, млн⁻¹ (мг/м³);

$C_{аттi}$ – аттестованное значение содержания элемента i -го СО, млн⁻¹ (мг/м³).

Пересчет аттестованного значения СО из единиц массовой доли, выраженной в %, в единицы массовой доли, выраженные в млн⁻¹ (мг/кг), производят по формуле

$$C_{аттi} = w_{аттi} \cdot 10000, \quad (6)$$

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

Значение массовой концентрации серы в СО, выраженные в мг/м³, вычисляют по формуле

$$C_S' = \frac{N_{H_2S} \cdot M_S \cdot 10}{0,0240094}, \quad (7)$$

где N_{H_2S} – аттестованное значение молярной доли H_2S в ГСО 10537-2014, %;

M_S – молярная масса серы, 32,065 г/моль;

0,0240094 – молярный объем природного газа (коэффициент сжимаемости взят по метану) при стандартных условиях, м³/моль.

Значение массовой концентрации серы в СО газовой смеси C_S , мг/м³, вычисляют по формуле

$$C_S = C_{H_2S} \cdot \frac{M_S}{M_{H_2S}}, \quad (8)$$

где C_{H_2S} – аттестованное значение массовой концентрации сероводорода в СО, мг/м³;

M_{H_2S} – молярная масса сероводорода, 34,1 г/моль;

M_S – молярная масса серы, 32,065 г/моль.

12.3 Результаты поверки считают положительными, если метрологические характеристики соответствуют значениям, указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значение
Диапазон показаний массовой доли серы в жидких пробах (S; NS; N(L)S), млн ⁻¹	от 0,03 до 20000
Диапазон измерений массовой доли серы в жидких пробах (S; NS; N(L)S), млн ⁻¹	от 1,0 до 10000
Предел обнаружения серы в жидких пробах (S; NS; N(L)S), млн ⁻¹	0,1
Пределы допускаемой относительной погрешности при измерении массовой доли серы в жидких пробах (S; NS; N(L)S), %, в поддиапазонах измерений: от 1,0 до 10 млн ⁻¹ включ. св. 10 до 1000 млн ⁻¹ включ. св. 1000 до 10000 млн ⁻¹ включ.	±15 ±10 ±5

Наименование характеристики	Значение
Диапазон показаний массовой концентрации серы в газообразных пробах (S; NS; N(L)S; S-20729), мг/м ³ *	от 0,03 до 20000
Диапазон измерений массовой концентрации серы в газообразных пробах (S; NS; N(L)S; S-20729), мг/м ³ *	от 1,0 до 10000
Предел обнаружения серы в газообразных пробах (S; NS; N(L)S; S-20729), мг/м ³	0,1
Пределы допускаемой относительной погрешности при измерении массовой концентрации серы в газообразных пробах (S; NS; N(L)S; S-20729), %, в поддиапазонах измерений: от 1,0 до 10 мг/м ³ включ. св. 10 до 1000 мг/м ³ включ. св. 1000 до 10000 мг/м ³ включ.	±15 ±10 ±5
Диапазон показаний массовой доли азота в жидких пробах (N, NS, N(L), N(L)S), млн ⁻¹	от 0,03 до 20000
Диапазон измерений массовой доли азота в жидких пробах, млн ⁻¹ - модификации: N; NS - модификации: N(L); N(L)S	от 0,3 до 10000 от 0,050 до 10000
Предел обнаружения азота в жидких пробах, млн ⁻¹ : - модификации: N; NS - модификации: N(L); N(L)S	0,1 0,025
Пределы допускаемой относительной погрешности анализатора при измерении массовой доли азота в жидких пробах (N, NS, N(L), N(L)S), %, в поддиапазонах измерений: от 0,050 до 0,30 млн ⁻¹ включ. св. 0,30 до 1,0 млн ⁻¹ включ. св. 1,0 до 10 млн ⁻¹ включ. св. 10 до 1000 млн ⁻¹ включ. св. 1000 до 10000 млн ⁻¹ включ.	±45 ±30 ±20 ±10 ±5
* Реализуется на модификациях, оснащенных устройством ввода газообразных проб.	

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки произвольной формы.

13.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 30.07.2020 № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», или в соответствии с порядком, действующим на момент проведения поверки, или действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений. Знак поверки наносят на свидетельство о поверке.

13.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 30.07.2020 № 2510 или действующими на момент проведения поверки нормативными актами в области обеспечения единства измерений.

13.4 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от

28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений».

Разработчики:

Заведующий лабораторией методик
ООО «НПО «СПЕКТРОН»



Григорьев А.В.

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



Мигаль П.В.