

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

Утверждаю
Директор ФГУП «УНИИМ»



С. В. Медведевских

2018 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
Анализаторы серы общей рентгеноабсорбционные в потоке
нефти/нефтепродуктов при высоком давлении АСП-6ХТ
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 193-241-2017

Екатеринбург

2018

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)**
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Крашенинина М.П.**
- 3 УТВЕРЖДЕНА ФГУП «УНИИМ» в январе 2018 г.**

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	5
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ.....	6
6	УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ	7
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....	7
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	7
	8.1 ВНЕШНИЙ ОСМОТР.....	7
	8.2 ОПРОБОВАНИЕ.....	7
	8.3 ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК.....	8
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	13
	ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	14

**Государственная система обеспечения единства измерений.
Анализаторы серы общей рентгеноабсорбионные в потоке
нефти/нефтепродуктов при высоком давлении АСП-6ХТ
Методика поверки**

МП 193-241-2017

Дата введения в действие: январе 2018 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы серы общей рентгеноабсорбионные в потоке нефти/нефтепродуктов при высоком давлении АСП-6ХТ (далее - анализаторы АСП-6ХТ) производства Общества с ограниченной ответственностью «ЕНХА», Россия и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка анализаторов АСП-6ХТ должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Интервал между поверками – два года.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России N 1815 от 02.07.2015 Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке

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

ГОСТ 8.395-80 Государственная система обеспечения единства измерений. Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования

ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 31610.0-2014 (IEC 60079-0:2011) Взрывоопасные среды. Часть 0. Оборудование. Общие требования

ГОСТ Р 51947-2002 Нефть и нефтепродукты. Определение серы методом энергодисперсионной рентгенофлуоресцентной спектроскопии

ГОСТ IEC 60079-1-2013 Взрывоопасные среды. Часть 1. Оборудование с видом взрывозащиты «взрывонепроницаемые оболочки «d»

СП 2.6.1.2612-10 Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ 99/2010)

СанПиН 2.6.1.2523-09 Нормы радиационной безопасности НРБ-99/2009

3 Операции поверки

3.1 При поверке 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
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3		
3.1 Проверка относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли серы общей	8.3.1	да	да
3.2 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли серы общей	8.3.2	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор АСП-6ХТ бракуется.

3.3 Поверку анализаторов АСП-6ХТ, имеющих несколько поддиапазонов измерений массовой доли серы общей, но используемых на меньшем числе поддиапазонов измерений, допускается проводить на меньшем числе поддиапазонов измерений на основании заявления владельца средства измерений. Соответствующая запись должна быть сделана в свидетельстве о поверке.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- стандартные образцы массовой доли серы в минеральном масле ГСО 8611-2004 (комплект SMO10HL), с аттестованным значением массовой доли серы в диапазоне от 0,1000 до 5,000 % и границами относительной погрешности аттестованного значения $CO \pm 2,0 \%$;
- стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле с индексом SMO 10-0,02 из комплекта SMO 10 ГСО 8610-2004, с аттестованным значением массовой доли 0,0200 % и границами относительной погрешности аттестованного значения $CO \pm 3,0 \%$;
- стандартный образец массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СРФ-1) ГСО 10425-2014 с аттестованным значением массовой доли серы в диапазоне от 0,050 % до 0,070 % и границами допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,004 \%$;
- стандартный образец массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СРФ-4)

ГСО 10428-2014 с аттестованным значением массовой доли серы в диапазоне от 0,900 % до 1,100 % и границами допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,030$ %;

- стандартный образец массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СРФ-6)
ГСО 10430-2014 с аттестованным значением массовой доли серы в диапазоне от 2,700 % до 3,100 % и границами допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,050$ %;

- стандартный образец массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СРФ-7)
ГСО 10431-2014 с аттестованным значением массовой доли серы в диапазоне от 4,200 % до 5,100 % и границами допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,080$ %;

- стандартный образец массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СРФ-8)
ГСО 10432-2014 с аттестованным значением массовой доли серы в диапазоне от 0,085 % до 0,150 % и границами допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,004$ %;

- стандартный образец массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СРФ-9)
ГСО 10433-2014 с аттестованным значением массовой доли серы в диапазоне от 0,150 % до 0,250 % и границами допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,006$ %.

- анализаторы рентгенофлуоресцентные Lab-X 3000/3500/3500S/3500SCL, регистрационный номер в Государственном реестре средств измерений №14921-07 с диапазоном от 0,002 до 5,0 %.

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и диапазоны измерений.

5 Требования безопасности и требования к квалификации поверителей

5.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №328н от 24 июля 2013 г., требования ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.2.003, ГОСТ ИЕС 60079-1, ГОСТ 31610.0 (ИЕС 60079-0:2011).

5.2 При проведении поверки должны быть соблюдены требования радиационной безопасности в соответствии с ОСПОРБ-99/2010 и СанПиН 2.6.1.2523-09 Нормы радиационной безопасности НРБ-99/2009.

5.3 Поверитель перед проведением поверки анализаторов АСП-6ХТ должен ознакомиться с руководством по эксплуатации на анализатор АСП-6ХТ и пройти обучение по технике безопасности на месте проведения поверки.

6 Условия проведения поверки

6.1 При проведении поверки анализатора АСП-6ХТ соблюдают нормальные условия измерений по ГОСТ 8.395:

- температура окружающего воздуха, °С	от 18 до 28
- относительная влажность воздуха, (при $t = 20$ °С), %	от 30 до 80
- атмосферное давление, кПа	от 84,0 до 106,7
- частота питающей сети, Гц	50±1
- напряжение питающей сети, В	220±22

7 Подготовка к поверке

7.1 Анализатор АСП-6ХТ подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее - РЭ).

7.2 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготовить в соответствии с их инструкцией по применению.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений анализатора АСП-6ХТ;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование

8.2.1 Проверить работоспособность органов управления и регулировки анализатора АСП-6ХТ при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

8.2.2 Проверка программного обеспечения

Программное обеспечение с идентификационным наименованием АСП-6ХТ (НМІ) реализовано в пользовательском интерфейсе и проверке не подлежит.

8.2.3 Проверка наличия и соответствия плотномера

Проверяют наличие встроенного в трубопровод плотномера с погрешностью измерений плотности не более $\pm 0,0005$ г/см³. Плотномер должен сопровождаться действующим свидетельством о поверке.

8.3 Проверка метрологических характеристик

Определение характеристик погрешности измерений массовой доли серы общей проводят с использованием стандартных образцов утвержденного типа по п. 8.3.1 или с использованием лабораторного рентгенофлуоресцентного анализатора в качестве компаратора и рабочей пробы нефти по п. 8.3.2.

8.3.1 Поверку анализатора АСП-6ХТ по стандартным образцам (СО) массовой доли серы общей проводят при возможности вывода анализатора АСП-6ХТ из технологической линии контроля потока нефти/нефтепродукта.

Перед заполнением проточной кюветы она промывается растворителем, например, нефразом.

Для поверки требуется не менее 0,5 дм³ стандартного образца одного номинала с аттестованными значениями массовой доли серы общей. Поверку по СО проводят по двум стандартным образцам с аттестованными значениями массовой доли серы общей в диапазонах от 0,02 % до 0,20 % включ. и св. 0,20 % до 6,00 % включ.

Поверку анализатора в j – ой точке диапазона измерений проводят в следующей последовательности.

8.3.1.1 Проверка относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли серы общей

Оператор в одинаковых условиях выполняет не менее 3-х измерений массовой доли серы общей в j -ом СО из комплекта ГСО, указанного в разделе 4.

По результатам измерений массовой доли серы общей в j -ом СО, y_{ji} , %, рассчитывают среднее квадратическое отклонение (СКО) результата измерений по формуле

$$S_j = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_{ji} - \bar{y}_j)^2}{(n-1)}}, \quad (1)$$

где y_{ji} - i -ый результат измерений массовой доли серы общей в j -ом СО, %;

\bar{y}_j - среднее арифметическое значение по n результатам измерений массовой доли серы общей в j -ом СО, %, которое вычисляется по формуле

$$\bar{y}_j = \frac{\sum_{i=1}^n y_{ji}}{n}, \quad (2)$$

n – число измерений массовой доли серы общей в j -ом СО.

Относительное среднее квадратическое отклонение результатов измерений массовой доли серы общей в j -ой точке диапазона рассчитывают, $S_{j\%}$, %, по формуле

$$S_{\eta} = \frac{S_j}{\bar{y}_j} \cdot 100. \quad (3)$$

Полученное значение относительного СКО результатов измерений массовой доли серы общей на анализаторе АСП-6ХТ не должно превышать значений, указанных в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 – Характеристики погрешности измерений массовой доли серы общей на анализаторе АПС-6ХТ

Наименование характеристики	Значение характеристики
Диапазон измерений массовой доли серы общей, %	от 0,02 до 6,0
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли серы общей, %, в диапазоне: - от 0,02 до 0,20 % включ. - св. 0,20 до 6,0 % включ.	2,0 1,0
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли серы общей, %, в диапазоне: - от 0,02 до 0,20 % включ. - св. 0,20 до 6,0 % включ. (при встроенном в трубопровод плотномере)	± 5,0 ± 3,5

8.3.1.2 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли серы общей

Для проверки относительной погрешности измерений массовой доли серы общей используют результаты измерений по п. 8.3.1.1.

Рассчитывают абсолютную погрешность измерений массовой доли серы общей Δ_{ji} , %, для каждого единичного измерения, y_{ji} , %, для j -го СО по формуле

$$\Delta_{ji} = |y_{ji} - y_{COj}|, \quad (4)$$

где y_{COj} – аттестованное значение массовой доли серы в j -ом СО, %;

y_{ji} – результаты единичных измерений массовой доли серы общей в j -ом СО, % (по 8.3.1.1).

В относительной форме погрешность каждого единичного измерения массовой доли серы общей в j -ом стандартном образце (СО), δ_{ji} , %, на поверяемом анализаторе АСП-6ХТ рассчитывают по формуле (5) для стандартных образцов, для которых выполняется условие трехкратного запаса по точности аттестованного значения СО и поверяемого анализатора

$$\delta_{ji} = \frac{\Delta_{ji}}{y_{COj}} \cdot 100. \quad (5)$$

В случае невыполнения условия трехкратного запаса по точности СО относительную погрешность измерений массовой доли серы общей рассчитывают по формуле

$$\delta_{ji} = \frac{2 \cdot \sqrt{\frac{\Delta y_{COj}^2 + (y_{ji} - y_{COj})^2}{3} + \frac{S_j^2}{n}}}{y_{COj}} \cdot 100, \quad (6)$$

где Δy_{COj} - погрешность аттестованного значения для j -го СО, %.

Относительная погрешность единичного измерений массовой доли серы общей для каждого СО на анализаторе АСП-6ХТ не должна превышать значений, указанных в таблице 2.

8.3.2 При отсутствии возможности вывода анализатора АСП-6ХТ из технологической линии контроля потока нефти/нефтепродукта поверку проводят с использованием лабораторного рентгенофлуоресцентного анализатора в качестве компаратора, рабочей пробы нефти/нефтепродукта, с выполнением измерений массовой доли серы общей в пробе по методу сравнения с использованием стандартных образцов, приведенных в разделе 4.

Для этого выполняют следующие операции:

- переводят анализатор АСП-6ХТ из автоматического режима работы в ручной;
- останавливают поток нефти/нефтепродукта, путем закрытия обоих отсекающих клапанов;
- на поверяемом анализаторе АСП-6ХТ проводят два параллельных измерения массовой доли серы общей в нефти/нефтепродукте;
- отбирают пробу нефти/нефтепродукта через ручной осушающий клапан. При этом первые 0,5 дм³ сливаемой нефти/нефтепродукта не отбирают. В качестве рабочей пробы берут вторые 0,5 дм³ нефти/нефтепродукта (пробу нефти/нефтепродукта рекомендуется отбирать в герметично закрываемый сосуд);
- отобранную рабочую пробу нефти/нефтепродукта анализируют на содержание серы общей на лабораторном рентгенофлуоресцентном анализаторе (компараторе), используя метод сравнения со стандартными образцами с известными значениями массовой доли серы. Из комплекта стандартных образцов, указанных в разделе 4, выбирают два стандартных образца с аттестованными значениями массовой доли серы.

На лабораторном анализаторе (компараторе) проводят два параллельных измерения массовой доли серы общей (аналитического сигнала) в выбранных СО состава и два параллельных измерения массовой доли серы общей (аналитического сигнала) в отобранной рабочей пробе.

Массовую долю серы общей в рабочей пробе нефти/нефтепродуктах, $y_{\text{лаб}j}$, проанализированную на лабораторном рентгенофлуоресцентном анализаторе с использованием выбранных СО состава по методу сравнения, рассчитывают по формуле

$$y_{\text{лаб}j} = \frac{y_{\text{CO}j} \cdot C_{\text{лаб}ji}}{C_{\text{CO}ji}}, \quad (7)$$

где $y_{\text{CO}j}$ – массовая доля серы общей в j -ом выбранном СО состава, % (берется из паспорта на СО);

$C_{\text{лаб}ji}$ и $C_{\text{CO}ji}$ – значения аналитического сигнала (массовая доля серы), %, от рабочей пробы нефти и j -го СО состава соответственно в i -м параллельном измерении.

Рассчитывают расхождения между результатами параллельных измерений массовой доли серы общей в рабочей пробе, полученными на анализаторе АСП-6ХТ и с использованием метода сравнения по j -му СО на лабораторном рентгенофлуоресцентном анализаторе по формуле

$$r_j = y_{\text{max}j} - y_{\text{min}j}, \quad (8)$$

где $y_{\text{max}j}$ – максимальное значение массовой доли серы общей в рабочей пробе, полученное по результатам измерений на анализаторе АСП-6ХТ (лабораторном анализаторе с использованием СО), %;

$y_{\text{min}j}$ – минимальное значение массовой доли серы общей в рабочей пробе, полученное по результатам измерений на анализаторе АСП-6ХТ (лабораторном анализаторе с использованием СО), %.

Расхождения между результатами параллельных измерений массовой доли серы общей в рабочей пробе, найденные по формуле (8), по результатам измерений на анализаторе АСП-6ХТ, $rj(\text{п})$, %, и на лабораторном рентгенофлуоресцентном анализаторе, $rj(\text{лаб})$, %, не должны превышать значений, рассчитываемых по формуле раздела 10 ГОСТ Р 51947

$$rj(\text{п}) = 0,02894 \cdot (y_{\text{п}j} + 0,1691), \quad (9)$$

$$rj(\text{лаб}) = 0,02894 \cdot (y_{\text{лаб}j} + 0,1691). \quad (10)$$

По рассчитанному по формуле (8) значению расхождения между результатами параллельных измерений массовой доли серы общей находят значение СКО результата измерений на анализаторе АСП-6ХТ по формуле

$$S_{\text{п}j} = \frac{r_{\text{п}j}}{2,77}, \quad (11)$$

и переводят его в относительную форму по формуле

$$S_{\text{нгр}} = \frac{S_{\text{нж}}}{y_{\text{нж}}} \cdot 100, \quad (12)$$

которое не должно превышать значения относительного СКО, приведенного в таблице 2 для соответствующей точки диапазона измерений.

Рассчитывают среднее арифметическое значение результатов параллельных измерений массовой доли серы общей на анализаторе АСП-6ХТ и обозначают его $y_{\text{нж}}$, и среднее арифметическое значение результатов параллельных измерений массовой доли серы общей с использованием метода сравнения по выбранным СО массовой доли серы общей на лабораторном рентгенофлуоресцентном анализаторе в j -ом СО и обозначают его $y_{\text{лаб}}$.

Оценку абсолютной погрешности результатов измерений массовой доли серы общей, выполняемых на анализаторе АСП-6ХТ в j -ом СО, проводят по формуле

$$\Delta_{\text{нж}} = |y_{\text{нж}} - y_{\text{лаб}}|. \quad (13)$$

Полученные значения $\Delta_{\text{нж}}$ и переводят в относительную форму, $\delta_{\text{нж}}$, %, по формуле (13)

$$\delta_{\text{нж}} = \frac{\Delta_{\text{нж}}}{y_{\text{нж}}} \cdot 100, \quad (14)$$

которые не должны превышать пределов допускаемой относительной погрешности δ_j , приведенных в таблице 2 для соответствующего диапазона измерений.

Если значение $\delta_{\text{нж}} \leq \delta_j$, то поверяемый анализатор АСП-6ХТ признают пригодным к применению.

П р и м е ч а н и е: допускается оценку пригодности к применению поверяемого анализатора АСП-6ХТ проводить по методу сравнения по одному СО, если его аттестованное значение наиболее близко к значению массовой доли серы общей в рабочей пробе.

8.3.3. На основании заявления владельца средства измерения, использующего СИ в ограниченном диапазоне измерений, в свидетельстве о поверке указывают его конкретное значение проверенного поддиапазона измерений массовой доли серы общей или интервал значений массовой доли серы общей, охваченный двумя СО массовой доли серы, используемыми при поверке по методу сравнения с учетом их границ погрешности аттестованного значения.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения А.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815. Знак поверки наносится на лицевую панель анализатора АСП-6ХТ в соответствии с рисунком 1, приведенным в Описании типа.

9.3 При отрицательных результатах поверки анализатор АСП-6ХТ признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство о поверке, гасят клеймо и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815.

Разработчик:

И. о. зам. зав. лаб. 241 ФГУП «УНИИМ»



М.П. Крашенинина

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(рекомендуемое)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализатор серы общей рентгеноабсорбионный в потоке нефти/нефтепродуктов при высоком давлении АСП-6ХТ, модель _____, зав № _____

Документ на поверку: МП 193-241-2017 «ГСИ. Анализаторы серы общей рентгеноабсорбионный в потоке нефти/нефтепродуктов при высоком давлении АСП-6ХТ. Методика поверки».

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °С _____
- относительная влажность воздуха, % _____
- атмосферное давление, кПа _____
- частота питающей сети, Гц _____
- напряжение питающей сети, В _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица А.1 – Результаты проверки относительного СКО результатов измерений массовой доли серы общей

Но-мер ГСО	№	Результаты измерения массовой доли серы общей, %	Среднее арифметическое измеренное значение массовой доли серы общей, %	СКО результатов измерений массовой доли серы общей, %	Относительное СКО результатов измерений массовой доли серы общей, %	Нормируемые значения отн. СКО результатов измерений массовой доли серы общей, %
	1					
	2					
	3					

Таблица А.2 – Результаты проверки относительной погрешности результатов измерений массовой доли серы общей

Номер ГСО	Значение массовой доли серы в ГСО, %	Среднее арифметическое измеренное значение массовой доли серы общей, %	Относительная погрешность результатов измерений массовой доли серы общей, %	Нормируемые значения относительной погрешности результатов измерений массовой доли серы общей, %

Таблица А.3 – Результаты проверки диапазонов измерений массовой доли серы общей

Полученные значения диапазона измерений, %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г, № _____

Поверитель _____

подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____