

**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»**

**СОГЛАСОВАНО**

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



**Е.П. Собина**

**Мигаль П.В.**  
доверенность № 2

**«21» июня 2021 г.**

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА  
ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Анализаторы серы в нефти рентгено-абсорбционные поточные  
СПЕКТРОСКАН IS-T**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ  
МП 67-251-2020**

**Екатеринбург  
2021 г.**

## 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 зам. зав. лаб. 251, к.т.н., Мигаль П.В.
3. СОГЛАСОВАНА и.о. директора УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» в 2021 г.

## СОДЕРЖАНИЕ

|  |    |
|--|----|
| 1 Область применения .....   | 4  |
| 2 Нормативные ссылки .....   | 4  |
| 3 Перечень операций поверки .....  | 4  |
| 4 Требования к условиям проведения поверки .....   | 5  |
| 5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку .....  | 5  |
| 6 Метрологические и технические требования к средствам поверки .....                               | 5  |
| 7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....                         | 7  |
| 8 Внешний осмотр средства измерений .....  | 7  |
| 9 Подготовка к поверке и опробование средства поверки .....  | 8  |
| 10 Проверка программного обеспечения средства измерений .....                                      | 9  |
| 11 Определение метрологических характеристик средства измерений .....                              | 9  |
| 12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям .....                 | 13 |
| 13 Оформление результатов поверки .....  | 14 |
| Приложение А Промывка проточной кюветы, заливка стандартного образца .....                         | 16 |
| Приложение Б Измерение плотности СО массовой доли серы, используемых для поверки анализатора ..... | 18 |

|   |                |
|---|----------------|
| Государственная система обеспечения единства измерений.<br>Анализаторы серы в нефти рентгено-абсорбционные поточные<br>СПЕКТРОСКАН IS-T. Методика поверки | МП 67-251-2020 |
|---|----------------|

Дата введения в действие «21» июня 2021 г.

## 1 Область применения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы серы в нефти рентгено-абсорбционные поточные СПЕКТРОСКАН IS-T (далее – анализаторы), изготовленные ООО «НПО «СПЕКТРОН», (Россия, г. Санкт-Петербург) и устанавливает методы 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 3-2020 «Государственному первичному эталону единицы массы (килограмма)» согласно государственной поверочной схемы для средств измерений массы, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2818 от 29.12.2018 г.

1.3 Интервал между поверками - 2 года.

## 2 Нормативные ссылки

- ГОСТ 12.2.007.0–75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;
- ГОСТ 3900-85 Нефть и нефтепродукты. Методы определения плотности;
- ГОСТ 5789-78 Реактивы. Толуол. Технические условия;
- ГОСТ Р 51640-2000 Тара стеклянная для товаров бытовой химии. Технические условия;
- ГОСТ Р 51968-2002 Термосы бытовые с сосудами из стекла. Общие технические условия;
- Приказ Министерства труда и социальной защиты РФ от 15.12.2020 N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;
- Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

## 3 Перечень операций поверки

3.1 При проведении поверки выполняются операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

| Наименование операции  | Номер пункта методики поверки | Проведение операции при |                       |
|--|-------------------------------|-------------------------|-----------------------|
|  |                               | первичной поверке       | периодической поверке |
| 1 Внешний осмотр   | 8                             | да                      | да                    |
| 2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений        | 8.1                           | да                      | да                    |
| 3 Проверка программного обеспечения                            | 10                            | да                      | да                    |
| 4 Определение метрологических характеристик средства измерений | 11                            | да                      | да                    |

3.2 Проверку метрологических характеристик проводят либо с выводом анализатора из технологической линии (п. 11.1), либо без вывода из технологической линии (п. 11.2).

3.3 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций (п. 4 таблицы 1), проводится настройка и градуировка анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, анализатор бракуется и выполняются операции по п. 13.

3.4 На основании письменного заявления владельца анализатора допускается проводить первичную и периодическую поверку на меньшем числе поддиапазонов. Данную информацию приводят в свидетельстве о поверке.

#### 4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С: от +15 до +30

#### 5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, имеющие опыт работы с промышленными анализаторами нефти и нефтепродуктов, имеющие опыт работы по измерению плотности нефти и нефтепродуктов, изучившие Руководство по эксплуатации анализатора и настоящую методику.

5.2 Допускается проведение отдельных операций поверки по п. 8–10 силами специалистов сервисной службы производителя под руководством поверителя.

#### 6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки анализатора с выводом из технологической линии применяют оборудование согласно таблицам 2 и 3.

Таблица 2 – Основные средства поверки при выводе из технологической линии

| Наименование  | Метрологические и технические требования   |
|---|--|
| Стандартный образец массовой доли серы ГСО 11441-2019 | Интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли серы св. 10 до 1000 вкл. млн <sup>-1</sup> , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 2,0$ % при $P=0,95$ |
| Стандартный образец массовой доли серы ГСО 11442-2019 | Интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли серы св. 0,10 до 1,00 вкл. %, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 2,0$ % при $P=0,95$                |
| Стандартный образец массовой доли серы ГСО 11443-2019 | Интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли серы св. 1,0 до 6,0 вкл. %, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 2,0$ % при $P=0,95$                  |

Таблица 3 – Вспомогательные средства поверки при выводе из технологической линии

| № п/п | Наименование  | Метрологические и технические требования   |
|-------|---|--|
| 1     | Термометры стеклянные для испытания нефтепродуктов ТН-3                           | Диапазон измерений температуры от 0 до плюс 60 °С, цена деления шкалы 0,5 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры ±1 °С (регистрационный номер СИ в Федеральном информационном фонде № 301-04)  |
| 2     | Ареометры стеклянные АН, АНТ-1  | Ареометры стеклянные АН: диапазоны измерений плотности нефти и нефтепродуктов от 650 до 1070 кг/м <sup>3</sup> ; цена деления шкалы 0,5 кг/м <sup>3</sup> ; пределы допускаемой абсолютной погрешности ±0,5 кг/м <sup>3</sup> ;<br>Ареометры стеклянные АНТ-1: диапазоны измерений плотности нефти и нефтепродуктов от 650 до 1070 кг/м <sup>3</sup> , цена деления шкалы 0,5 кг/м <sup>3</sup> ; пределы допускаемой абсолютной погрешности ±0,5 кг/м <sup>3</sup> (регистрационный номер СИ в Федеральном информационном фонде № 69568-17) |
| 3     | Цилиндр для ареометров  | 1 50/415 по ГОСТ 18481<br>(1 45/520 по ГОСТ 18481)   |
| 4     | Жидкость для промывки кюветы (5 дм <sup>3</sup> )                                 | Нефрас-С2-80/120 (Бензин «Калоша») ТУ 38.401-67-108-92 или Толуол ГОСТ 5789  |
| 5     | Приспособление для заливки промывочной жидкости и образцов ГСО в проточную кювету | РА17.720.000   |
| 6     | Термостат жидкостной циркуляционный, суховоздушный или твердотельный              | Диапазон регулирования температуры от +10 до +50°С, нестабильность поддержания установленной температуры ±0,1 °С, неоднородность температурного поля в рабочем объеме термостата ±0,1 °С   |
| 7     | Термос, (750-1000) см <sup>3</sup>  | ГОСТ Р 51968   |

6.2 При проведении поверки анализатора без вывода из технологической линии применяют оборудование согласно таблицам 4 и 5.

Таблица 4 – Основные средства поверки без вывода из технологической линии

| Наименование  | Метрологические и технические требования  |
|---|---|
| Стандартный образец массовой доли серы ГСО 11441-2019 | Интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли серы св. 10 до 1000 вкл. млн <sup>-1</sup> , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ±2,0 % при P=0,95 |
| Стандартный образец массовой доли серы ГСО 11442-2019 | Интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли серы св. 0,10 до 1,00 вкл. %, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ±2,0 % при P=0,95                |
| Стандартный образец массовой доли серы ГСО 11443-2019 | Интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли серы св. 1,0 до 6,0 вкл. %, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ±2,0 % при P=0,95                  |

Таблица 5 – Вспомогательные средства поверки без вывода из технологической линии

| Наименование  | Метрологические и технические требования  |
|---|---|
| Анализатор<br>рентгенофлуоресцентный<br>энергодисперсионный серы<br>в нефти и нефтепродуктах<br>«СПЕКТРОСКАН S» | <p>Диапазон измерений массовой доли серы (С):</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- исполнение СПЕКТРОСКАН S: от 0,0020 до 5 %; пределы допускаемой основной абсолютной погрешности при измерении массовой доли серы в диапазоне от 0,0007 до 0,01 % <math>\pm(0,0003+0,023C+32C^2)</math> %; в диапазоне св.0,01 до 5 % <math>\pm(0,046C+0,0032)</math> %;</li> <li>- исполнение СПЕКТРОСКАН SL: от 0,0007 до 5 %; пределы допускаемой основной абсолютной погрешности при измерении массовой доли серы в диапазоне от 0,0007 до 0,01 % <math>\pm(0,0003+0,023C+32C^2)</math> %; в диапазоне св.0,01 до 5 % <math>\pm(0,046C+0,0032)</math> %;</li> </ul> <p>(регистрационный номер СИ в Федеральном информационном фонде № 26465-05)</p> |
| Стеклоанальная бутылка  | БТ-4-1000 по ГОСТ Р 51640 вместимостью 1 дм <sup>3</sup>  |

6.3 Средства измерений, применяемые при поверке, должны иметь действующее свидетельство о поверке, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт. При применении в качестве эталонов средств измерений не утвержденных типов, они должны быть аттестованы в качестве эталонов.

6.4 Необходимый объем каждого СО для проведения поверки с выводом из технологической линии не более 0,5 дм<sup>3</sup>. Допускается использование СО любой фасовки при условии принадлежности их к одной партии. При проведении поверки без вывода из технологической линии, необходимый объем СО для проведения поверки не более 50 см<sup>3</sup>.

6.5 Допускается применение других средств поверки, допущенных к применению в Российской Федерации в установленном порядке и обеспечивающих определение метрологических характеристик анализатора с требуемой точностью.

## 7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0 и требования безопасности, содержащиеся в Руководстве по эксплуатации анализаторов (см. п. «Требования безопасности»).

## 8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие анализатора следующим требованиям:

- наличие эксплуатационной документации;
- соответствие комплектности анализатора паспорту (см. п. «Комплектность» паспорта);
- соответствие заводского номера анализатора паспортным данным;
- отсутствие механических повреждений, нарушающих целостность оборудования, и значимых дефектов покрытия узлов анализатора;
- чёткость надписей и обозначений на анализаторе.

8.2 Анализатор считается выдержавшими внешний осмотр, если выполнены перечисленные выше требования.

## 9 Подготовка к поверке и опробование средства поверки

9.1 Подготовка анализатора к поверке, заземление, включение анализатора, запуск измерений осуществляется в соответствии с Руководством по эксплуатации (см. п. «Подготовка анализатора к работе»).

9.2 Перед проведением поверки анализатор должен быть прогрет и работать в режиме непрерывных измерений не менее 16 часов.

### 9.3 Опробование

9.3.1 При опробовании должна быть выполнена проверка общего функционирования анализатора:

- проверить световую индикацию на лицевой панели анализатора (должна гореть лампа «Питание», а при запуске измерений – лампа «Рентген»);
- проверить отсутствие сообщений о предупреждениях и отказах (рисунок 1);
- проверить работоспособность Панели оператора и всех внутренних узлов (в главном окне меню напротив наименования всех узлов и параметров должны стоять зеленые галочки, рисунок 1);

| ИЗМЕРЕН |                | Главное меню |      | СПЕКТРОСКАН IS-T |             | 11.06.2019<br>11:22:45 |        | ОПЕРАТИВНОЕ<br>МЕНЮ |
|---------|----------------|--------------|------|------------------|-------------|------------------------|--------|---------------------|
|         |                | Статус       |      | Режим            |             | Зав. №:                | 140071 |                     |
| ✓       | Отсеч. узлы:   | Открыты      |      | Авто             |             | Версия ПО:             | 1.75   |                     |
| ✓       | ВИП - 2кВ:     | Готов        |      | 822 В            |             | Версия ПО панели:      | 1.45   |                     |
| ✓       | Дискрим.:      | Готов        |      |                  |             | Параметры              |        |                     |
| ✓       | Излучатель:    | Готов        |      | 27.0 кВ          | Продукт:    | OIL1                   |        |                     |
|         |                |              |      | 40 мкА           | Экспозиция: | 100 с                  |        |                     |
|         | Температура    |              |      | Т                |             | Предупреждение: 0      |        |                     |
| ✓       | оболочка:      | -15 ...      | 19.3 | ... 45           |             | Отказ: 0               |        |                     |
| ✓       | внутр. воздух: | -15 ...      | 25.4 | ... 42           |             |                        |        |                     |
| ✓       | кювета:        | -10 ...      | 23.1 | ... 45           |             |                        |        |                     |
| ✓       | трубка:        | -15 ...      | 26.0 | ... 45           |             |                        |        |                     |
| ✓       | излучатель:    | -15 ...      | 34.7 | ... 50           |             |                        |        |                     |
| ✓       | Вентилятор 1:  | 0000         |      | об./мин          |             |                        |        |                     |
| ✓       | Вентилятор 2:  | 0000         |      | об./мин          |             |                        |        |                     |

Рисунок 1 - Вид окна «Главного меню» при положительном результате проверки работоспособности

- при наличии автоматических отсечных узлов опробовать их открытие/закрытие в ручном режиме управления (см. Руководство по эксплуатации, п. «Управление отсечными узлами»), узлы должны открываться и закрываться согласно положению переключателей;

*Примечания:*

1 Перед закрытием отсечных узлов линия с продуктом на байпасе анализатора должна быть приоткрыта.

2 При наличии ручных отсечных узлов опробовать их открытие и закрытие вручную.

- проверить работоспособность 4-х кнопок панели управления (см. Руководство по эксплуатации, п. «Меню интерфейса пользователя»). Окна меню панели оператора должны меняться согласно функциональному назначению, указанному на панели оператора.

*Примечания:*

1 Каждое нажатие кнопок управления “1”, “2”, “3” и “4” на блоке измерительном необходимо производить с удержанием их в нажатом состоянии не менее 0,25 с.

2 Не допускается остановка измерений поверяемого анализатора во время проведения поверки.



## 10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проверить версию ПО панели оператора и встроенного ПО (рисунок 1). Версия ПО должна соответствовать описанию типа.

10.2 Идентификационное наименование и номер версии ПО должны соответствовать указанному в таблице 6.

Таблица 6 – Идентификационные данные ПО

| Идентификационные данные (признаки)       | Значение      |                     |
|---|---------------|---------------------|
|   | Встроенное ПО | ПО панели оператора |
| Идентификационное наименование ПО         | -             | -                   |
| Номер версии (идентификационный номер) ПО | не ниже 1.75  | не ниже 1.45        |
| Цифровой идентификатор                    | -             | -                   |

## 11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение метрологических характеристик анализатора с выводом из технологической линии

11.1.1 Поверку проводят с использованием комплекта для поверки, указанного в п. 6.1.

11.1.2 Поверку проводят не менее чем по двум стандартным образцам массовой доли серы (далее – СО) согласно таблице 2 настоящей методики поверки в поверяемом поддиапазоне измерений так, чтобы аттестованные значения массовой доли серы в СО находились на верхней и нижней границе поверяемого поддиапазона измерений.

11.1.3 При проведении поверки во всем диапазоне измерений анализатора, поверку проводят по двум СО с аттестованными значениями массовой доли серы, соответствующими верхней и нижней границам диапазона измерений и отличающимися от них не более чем на 30%.

11.1.4 Закрывать внешние краны, отсекающие анализатор от гидравлической сети на входе и на выходе (внешние краны не входят в состав анализатора, а принадлежат гидравлической обвязке блок-бокса, в котором установлен анализатор).

11.1.5 Зайти в пункт меню «Сервис» -> «Поверка» (рисунок 2).

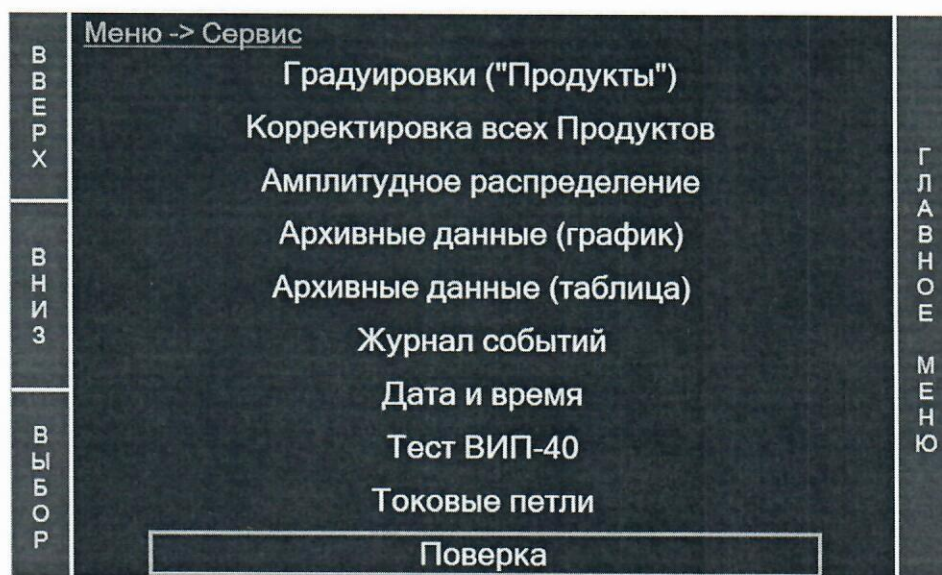


Рисунок 2- Вид окна «Сервис»

11.1.6 Откроется окно «Настройки поверки» (рисунок 3).

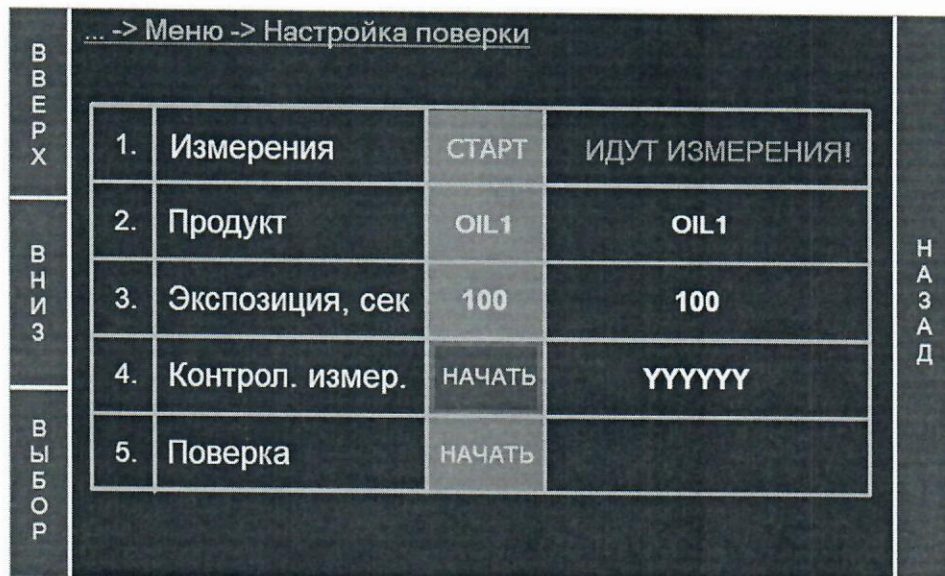


Рисунок 3 - Вид окна «Настройки поверки»

- 11.1.7 Используя функции контекстно зависимых кнопок, последовательно:
- выбрать заводскую калибровку “OIL1”, (рисунок 3);
  - установить экспозицию 100 секунд;
  - нажать на кнопку «Контрольное измерение - НАЧАТЬ». Откроется окно «Промывка кюветы» (рисунок 4);

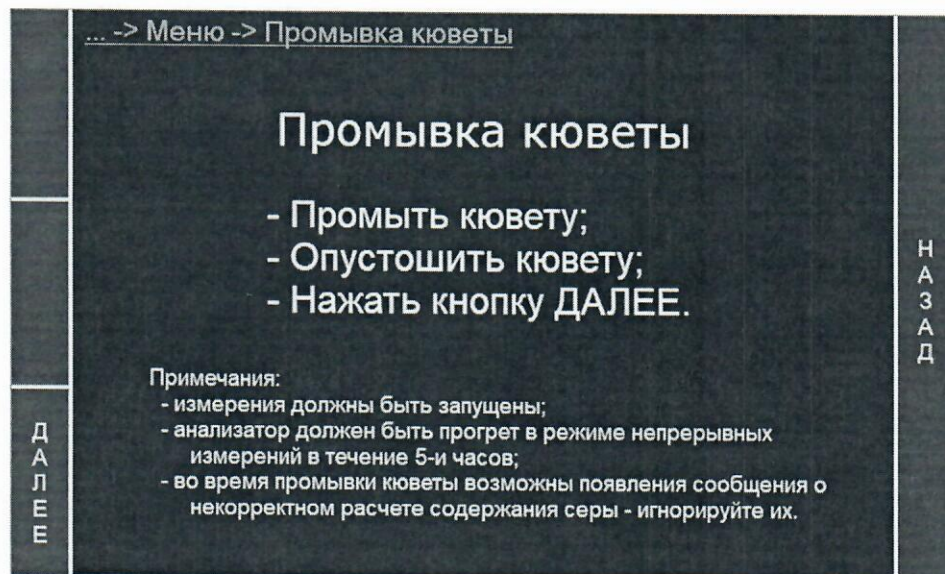


Рисунок 4 - Вид окна «Промывка кюветы»

- через дренажные краны (рисунок А.1) промыть кювету многократной заливкой в нее и сливом чистой промывочной жидкости (процедура промывки кюветы и заливки в нее образца описана в Приложении А);
- слить из анализатора промывочную жидкость через дренажный кран №3;
- нажать кнопку «ДАЛЕЕ» (рисунок 4);
- откроется окно «Контрольное измерение» на пустой кювете (рисунок 5);

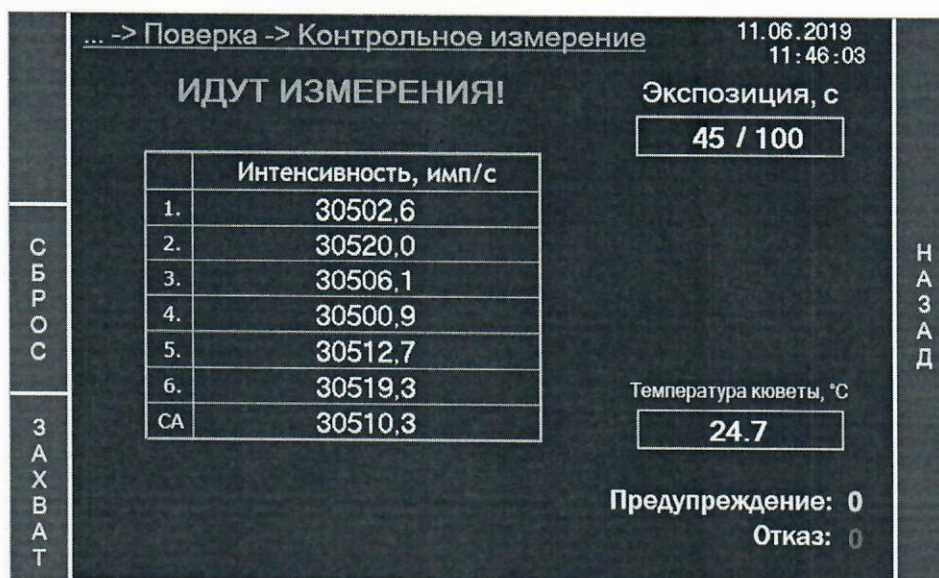


Рисунок 5 - Вид окна «Контрольное измерение»

– дождаться заполнения таблицы в окне измерений (рисунок 5) и нажать кнопку «ЗАХВАТ». На панели оператора отобразится окно «Настройки поверки» (рисунок 3).

*Примечание - Контрольное измерение на пустой кювете производится для компенсации долговременного дрейфа интенсивности рентгеновской трубки за весь предыдущий период работы анализатора.*

11.1.8 В окне «Настройки поверки» (рисунок 3) нажать на кнопку «Поверка - НАЧАТЬ». Откроется окно «Ввод параметров СО» (рисунок 6);

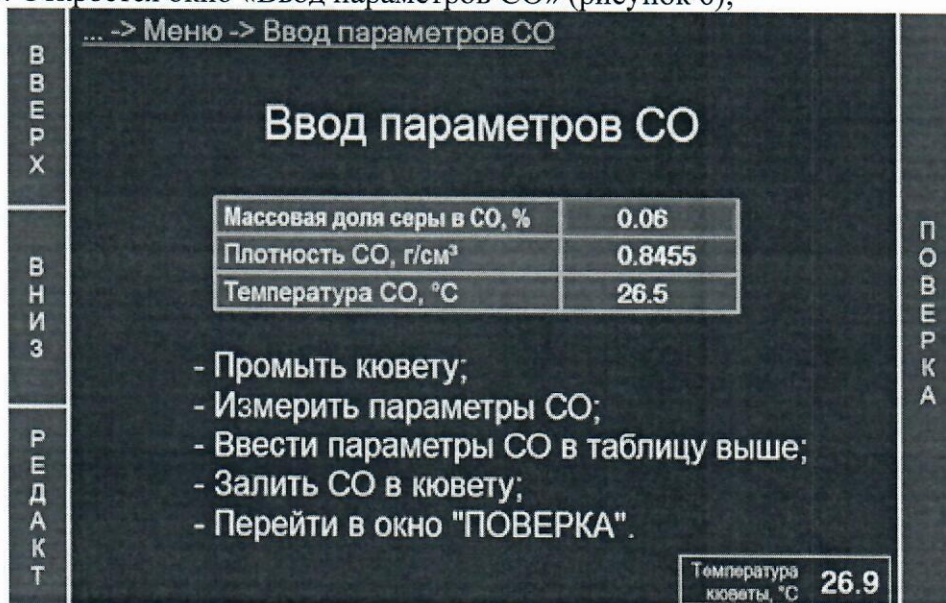


Рисунок 6 - Вид окна «Ввод параметров СО»

– ввести в таблицу окна «Ввод параметров СО» характеристики СО: массовую долю серы, плотность и температуру, при которой измерялась его плотность (полученные по приложению Б);

*Примечания:*

1 Ввод в окно паспортного значения массовой доли серы СО носит исключительно информационный характер и служит только для визуальной идентификации используемого в данный момент стандартного образца.

2 Для измерений плотности стандартных образцов (таблица 2) в лаборатории и измерений, проводимых с помощью лабораторного анализатора (таблица 5), должно

быть оборудовано рабочее место поверителя с подводом электрического питания и рабочим столом, площадь которого позволяет использовать основные и вспомогательные средства поверки согласно условиям их эксплуатации.

- если в кювете присутствуют остатки СО от предыдущей заливки, промыть ее многократной заливкой в нее чистой промывочной жидкости (см. приложение А). Просушить кран для заливки промывочной жидкости от ее остатков;
- залить СО в кювету (см. приложение А);
- нажать на кнопку «ПОВЕРКА». Откроется окно «Поверка» (рисунок 7);

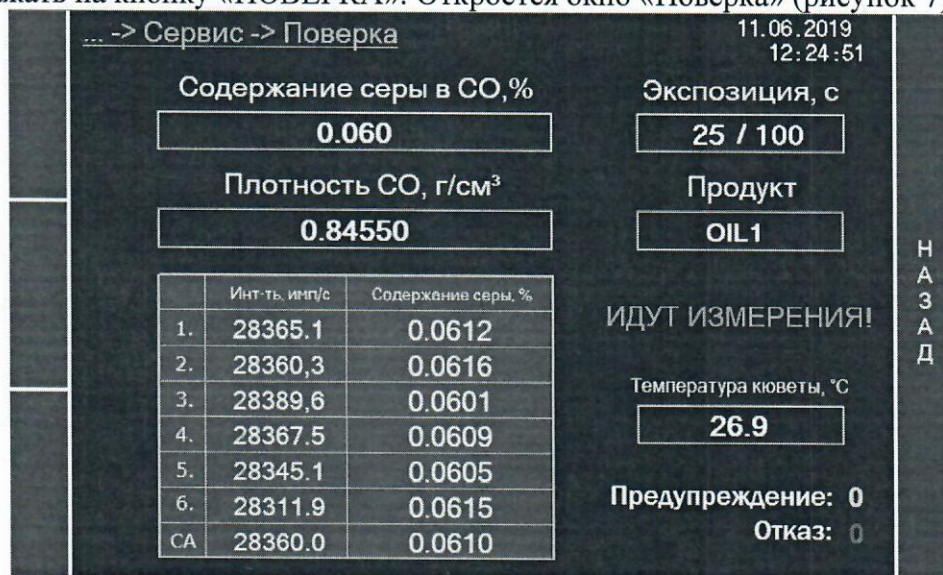


Рисунок 7 - Вид окна «Поверка»

- выждать паузу, достаточную для завершения не менее 7-ми измерений;
- зафиксировать результаты 6-ти последних последовательных измерений массовой доли серы в анализируемом СО ( $C_{ji}^{CO}$ , %), отображаемых в таблице окна «Поверка»;
- выйти из окна «Поверка», нажав кнопку «Назад» (рисунок 7);
- слить из кюветы СО через дренажный кран.

11.1.9 Последовательно провести измерения массовой доли серы во всех СО, используемых для поверки, повторяя операции по п.11.1.8.

11.2 Определение метрологических характеристик анализатора без вывода из технологической линии

11.2.1 Поверку проводят методом сравнения, с использованием комплекта для поверки, указанного в п. 6.2.

11.2.2 Для проведения поверки без вывода анализатора из технологической линии на поверяемом анализаторе последовательно:

- установить экспозицию измерения 100 с;
- перейти в окно меню «Измерения» (см. рисунок 8);
- провести шесть последовательных измерений массовой доли серы в потоке анализируемой среды ( $C_{Pi}^P$ , %), согласно эксплуатационной документации анализатора, и зафиксировать результаты измерений;
- перекрыть внешние краны, отсекающие анализатор от гидравлической сети, на входе и на выходе;
- отобрать пробу анализируемой среды через дренажный кран №2 или №3 (приложение А). При этом первые 0,5 дм<sup>3</sup> сливаемой пробы не отбирают. В качестве рабочей пробы, в чистую сухую стеклянную бутылку, отобрать последующие 0,5 дм<sup>3</sup> анализируемой среды.

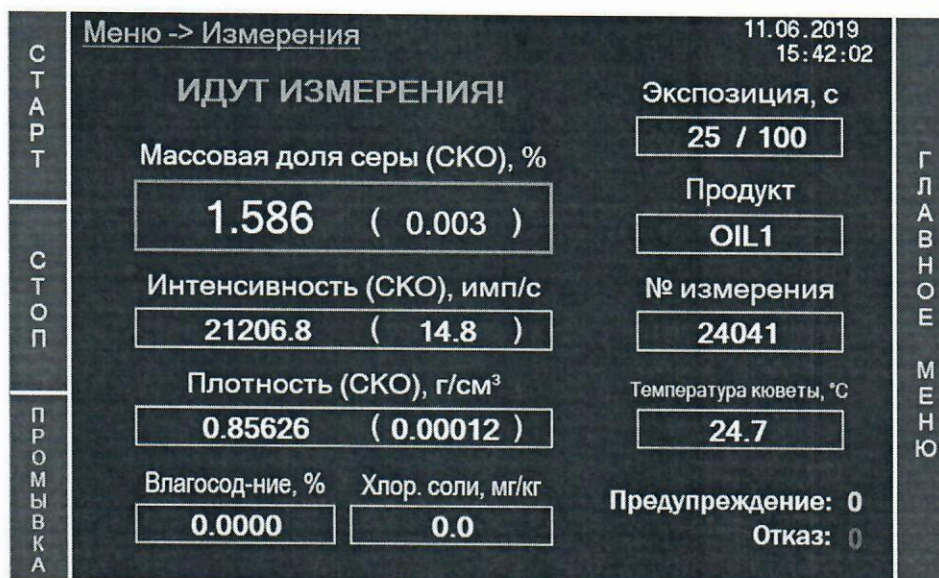


Рисунок 8 - Вид окна «Измерения»

11.2.3 На лабораторном рентгенофлуоресцентном анализаторе серы (таблица 5) в отобранной пробе анализируемой среды измерить массовую долю серы, используя метод сравнения со стандартными образцами. Для этого последовательно:

- из комплекта СО (таблица 4), выбрать два СО с аттестованными значениями массовой доли серы, максимально близкими к результатам измерения массовой доли серы в пробе анализируемой среды на поверяемом анализаторе, так, чтобы этот результат находился между аттестованными значениями массовой доли серы в этих СО;

- измерить интенсивность аналитического сигнала с вычитанием фона на линии серы в двух выбранных СО ( $I_{ij}^{CO}$ , имп/с) и пробе анализируемой среды ( $I_i^{PP}$ , имп/с) на лабораторном рентгенофлуоресцентном анализаторе серы;

- измерения каждого СО и отобранной пробы выполнить два раза, каждый раз заново заполняя кювету.

11.2.4 Допускается проводить поверку анализатора без вывода из технологической линии с одним СО (таблица 4), если его аттестованное значение менее 3,2 % и отличается от массовой доли серы в анализируемой среде не более чем на 0,2 %.

## 12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 По результатам измерений, полученным по п. 11.1, рассчитать значения абсолютной погрешности измерений массовой доли серы  $\Delta_{ij}$  по формуле (1)

$$\Delta_{ij} = C_{ji}^{CO} - C_j^{CO}, \quad (1)$$

где  $C_j^{CO}$  – аттестованное значение массовой доли  $j$ -го СО, %;  $C_{ji}^{CO}$  – результаты  $i$ -ти последовательных измерений массовой доли серы в анализируемом  $j$ -том СО, %.

12.1.1 Значения абсолютной погрешности измерений массовой доли серы  $\Delta_{ij}$  должны находиться в пределах, указанных в таблице 8.

12.2 По результатам измерений, полученным по п. 11.2, усреднить полученные значения интенсивностей ( $\bar{I}^{PP}$ , имп/с) и ( $\bar{I}_1^{CO}$  и  $\bar{I}_2^{CO}$ , имп/с) и рассчитать значение массовой доли серы в отобранной пробе анализируемой среды ( $C_{PP}^{LAB}$ , %):

$$\bar{I}^{PP} = (I_1^{PP} + I_2^{PP})/2, \quad (2)$$

$$\bar{I}_j^{\text{CO}} = (I_{j1}^{\text{CO}} + I_{j2}^{\text{CO}})/2, \quad (3)$$

$$C_{\text{ПР}}^{\text{ЛАБ}} = \frac{C_1^{\text{CO}} \cdot C_2^{\text{CO}} \cdot (\bar{I}_1^{\text{CO}} - \bar{I}_2^{\text{CO}}) \cdot \bar{I}^{\text{ПР}}}{C_1^{\text{CO}} \cdot \bar{I}_2^{\text{CO}} \cdot (\bar{I}_1^{\text{CO}} - \bar{I}^{\text{ПР}}) - C_2^{\text{CO}} \cdot \bar{I}_1^{\text{CO}} \cdot (\bar{I}_2^{\text{CO}} - \bar{I}^{\text{ПР}})}, \quad (4)$$

где  $\bar{I}^{\text{ПР}}$  – средняя интенсивность аналитического сигнала на линии серы за вычетом фона по измерениям пробы анализируемой среды, имп/с;

$\bar{I}_1^{\text{CO}}$  и  $\bar{I}_2^{\text{CO}}$  – средняя измеренная интенсивность аналитического сигнала на линии серы за вычетом фона 1-го и 2-го СО соответственно, имп/с;

$C_1^{\text{CO}}$  и  $C_2^{\text{CO}}$  – аттестованное значение массовой доли серы 1-го и 2-го СО соответственно, %.

12.2.1 В случае проведения поверки анализатора без вывода из технологической линии с одним СО (п. 11.2.4) значение массовой доли серы в анализируемой среде ( $C_{\text{ПР}}^{\text{ЛАБ}}$ , %) рассчитывают по формуле (5)

$$C_{\text{ПР}}^{\text{ЛАБ}} = C^{\text{CO}} \cdot \frac{\bar{I}^{\text{ПР}}}{\bar{I}^{\text{CO}}}, \quad (5)$$

где  $C^{\text{CO}}$  – аттестованное значение массовой доли серы в СО, %,  $\bar{I}^{\text{CO}}$  – средняя измеренная интенсивность аналитического сигнала на линии серы за вычетом фона СО, имп/с.

12.2.2 По результатам измерений рассчитать значения абсолютной погрешности измерений массовой доли серы по формуле

$$\Delta_i = C_{\text{ПР}i}^{\text{П}} - C_{\text{ПР}}^{\text{ЛАБ}}. \quad (6)$$

12.2.3 Значения абсолютной погрешности измерений массовой доли серы должны находиться в пределах, указанных в таблице 8. При этом за диапазон измерений принимают поддиапазон, в котором проведена поверка, согласно таблице 8.

Таблица 8– Метрологические характеристики анализаторов

| Наименование характеристики   | Значение  |
|---|---|
| Диапазон измерений массовой доли серы, %  | от 0,020 до 6,00  |
| Пределы допускаемой абсолютной погрешности, %, в поддиапазонах измерений:<br>от 0,020 до 0,60 % включ.<br>св. 0,60 до 6,00 % включ. | $\pm(0,014 \cdot C_S + 0,012)$<br>$\pm 0,034 \cdot C_S^*$ |
| * $C_S$ – результат измерения массовой доли серы, за время экспозиции 100 с, %  |   |

### 13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы.

13.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 или действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений. Предусмотрено нанесение знака поверки на лицевую поверхность блока измерительного средства измерений или в паспорт.

13.3 При отрицательных результатах поверки анализатор к применению не допускают и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 или действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми 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».

Разработчик:  
Ведущий инженер лаб. 251



Мигаль П.В.

## Приложение А

### Промывка проточной кюветы, заливка стандартного образца

**Внимание!** Перед промывкой проточной кюветы анализатор должен быть отключен от внешней гидравлической сети с помощью внешних отсекающих кранов, входящих в состав внешней гидравлической обвязки анализатора.

А.1 Общие требования:

- Промывка кюветы и заливка СО должны производиться при открытом на Панели оператора окне «Промывка кюветы»;
- Заливка жидкости в проточную кювету осуществляется по схеме сообщающихся сосудов (оба нижних дренажных крана №2 и №3 и верхний дренажный кран №1 должны быть открыты, см. Рисунок А.1);
- Промывка кюветы от анализируемой среды осуществляется последовательной заливкой в неё чистой промывочной жидкости не менее 4-х раз. Каждый раз необходимо заливать чистую промывочную жидкость;
- Промывка после анализа СО осуществляется последовательной заливкой в неё чистой промывочной жидкости не менее 2-х раз. Каждый раз необходимо заливать чистую промывочную жидкость;
- Уровень заливки промывочной жидкости или стандартных образцов должен быть выше нижнего края измерительного блока не менее чем на 250 мм (см. рисунок А.1);
- Заливка промывочной жидкости или стандартных образцов в измерительную кювету осуществляется с помощью приспособления для заливки жидкости в кювету РА17.720.000 (см. рисунок А.1). Прозрачную трубку приспособления для заливки необходимо закрепить на самоклеящиеся площадки и стяжки, входящие в комплект устройства.

А.2 Для промывки кюветы необходимо последовательно:

- закрыть краны отсечных узлов анализатора (см. Руководство по эксплуатации, п. «Управление отсечными узлами»);
- с помощью приспособления РА17.720.000 залить в кювету через дренажный кран №2 промывочную жидкость (см. рисунок А.1) (дренажный кран №1 должен быть открыт);
- выждать паузу не менее 3-х минут;
- открыть краны отсечных узлов анализатора (см. Руководство по эксплуатации, п. «Управление отсечными узлами») и слить жидкость через дренажный кран №3 (см. рисунок А.1);
- выждать паузу не менее 3-х минут для слива остатков промывочной жидкости через дренажный кран №3;
- закрыть краны отсечных узлов анализатора (см. Руководство по эксплуатации, п. «Управление отсечными узлами»);
- повторить промывку требуемое количество раз.

Примечание – Дренажные краны №1, №2 и №3 в процессе заливки/слива жидкости должны быть постоянно открыты.

А.3 Для заливки стандартного образца необходимо последовательно:

- выждать паузу не менее 3-х минут для слива остатков промывочной жидкости через дренажный кран №3;
- закрыть краны отсечных узлов анализатора (см. Руководство по эксплуатации, п. «Управление отсечными узлами»);
- с помощью приспособления РА17.720.000 залить в кювету через дренажный кран №2 материал ГСО (см. рисунок А.1) (дренажный кран №1 должен быть открыт);
- после проведения измерений слить стандартный образец через дренажный кран №3, открыв краны отсечных узлов анализатора (см. Руководство по эксплуатации, п. «Управление отсечными узлами») (см. рисунок А.1);



- закрыть краны отсечных узлов анализатора (см. Руководство по эксплуатации, п. «Управление отсечными узлами»).

Примечания:

1 Дренажные краны №1, №2 и №3 в процессе заливки/слива жидкости должны быть постоянно открыты;

2 Во избежание заражения СО промывочной жидкостью после промывки кюветы и перед заливкой нового СО в кювету рекомендуется открутить штуцер устройства для заливки СО (входящего в комплект ЗИП) от дренажного крана №2, через который заливается СО, и просушить штуцер и кран от остатков промывочной жидкости. Также рекомендуется с помощью спринцовки, входящей в комплект ЗИП, продуть кран, через который заливается СО.

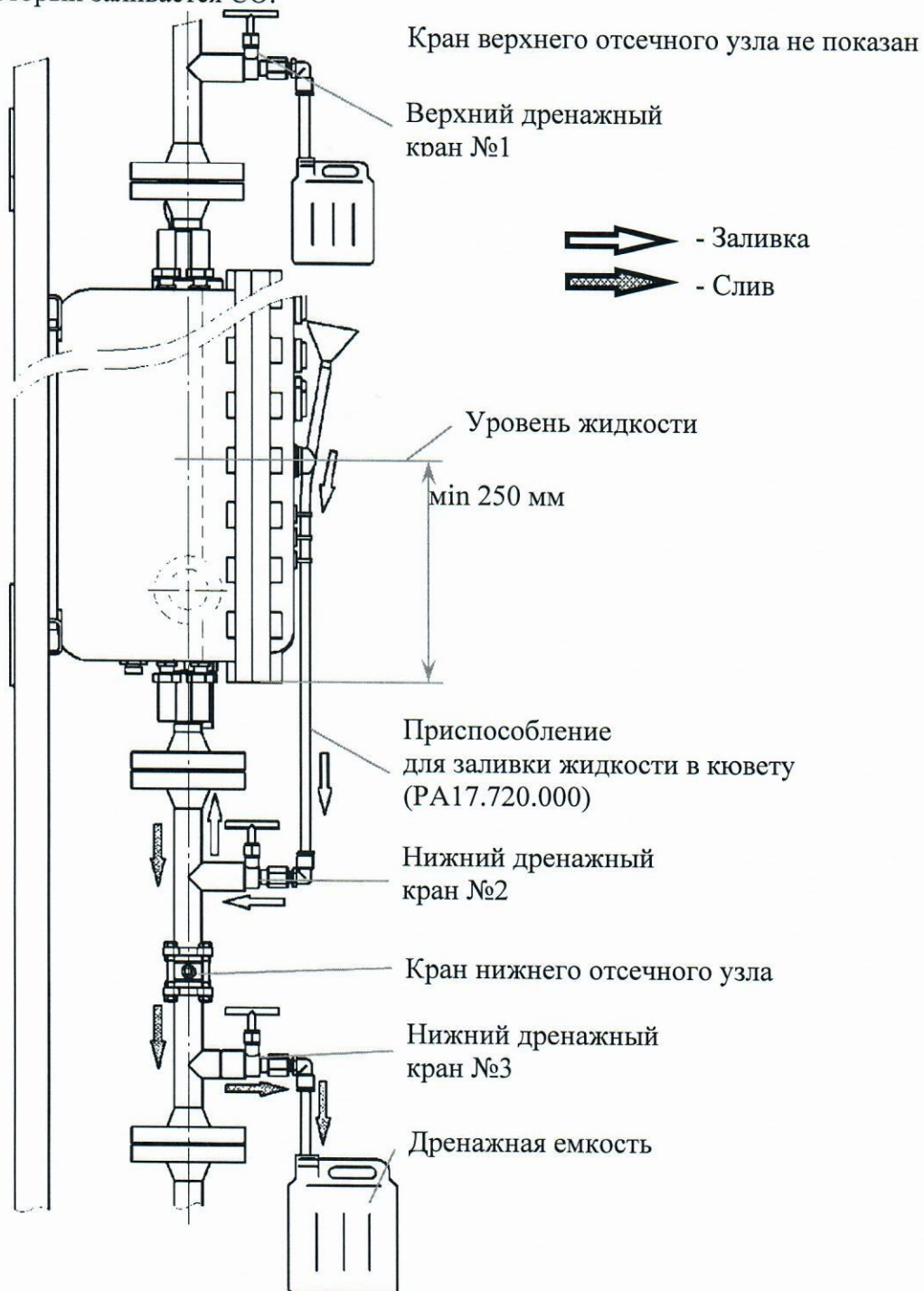


Рисунок А.1 – Схема заливки жидкости в кювету

**Приложение Б****Измерение плотности СО массовой доли серы, используемых для поверки анализатора**

Б.1 Измерение плотности СО при помощи ареометра.

Набор ареометров и цилиндров для ареометров, а также предварительно маркированные термосы в открытом состоянии, выдержать при температуре лаборатории не менее 30 минут.

Получить с пульта оператора (или панели оператора анализатора) температуру измерительной проточной кюветы Ткюв после её промывки (см. Приложение А) и установить эту температуру в качестве температурной уставки термостата.

Налить в цилиндр 500 см<sup>3</sup> СО, установить цилиндр с СО и открытый термос в термостат и включить термостатирование.

Опустить в цилиндр термометр. Термометр закрепить в штативе или установить так, чтобы столбик термометрической жидкости оказался на (5 – 10) мм выше уровня СО.

Опустить в цилиндр стеклянную палочку для перемешивания. В процессе термостатирования цилиндра, перед контролем температуры СО по показаниям термометра, стеклянной палочкой выполнить 3 – 4 движения от дна цилиндра до уровня СО и обратно, для выравнивания температуры СО по всему объему цилиндра. При достижении температуры СО величины Ткюв ± 0,5 °С вынуть палочку из цилиндра.

Опустить ареометр в цилиндр и выдержать в цилиндре с СО не менее 10 минут для стабилизации температуры СО и тела ареометра. Температура СО должна находиться в пределах Ткюв ± 0,5 °С.

Провести измерение плотности в соответствии с ГОСТ 3900-85 Нефть и нефтепродукты. Методы определения плотности (п. 1.4.4). Показания ареометра отсчитывать, согласно черт. 2а ГОСТ 3900-85, по нижнему краю мениска. При этом поправка на мениск не вводится.

Зафиксировать значение плотности СО (г/см<sup>3</sup>) и температуру, при которой она измерена.

СО перелить из цилиндра в термос, находящийся при температуре Ткюв ± 0,5 °С, и герметично закрыть.

Повторить процедуру подготовки для всех СО, используемых для поверки.

Б.2 Измерение плотности СО при помощи автоматических плотномеров.

Используют плотномеры с погрешностью измерения плотности не хуже ±0,0005 г/см<sup>3</sup>.

Установить в программном обеспечении плотномера температуру проточной кюветы Ткюв после промывки, полученную с пульта оператора (или с панели оператора анализатора, см. Руководство по эксплуатации, п. «Главное меню»).

Провести измерение плотности в соответствии с эксплуатационной документацией плотномера, при заданной температуре Ткюв ± 0,5 °С. Зафиксировать значение плотности СО (г/см<sup>3</sup>) и температуру, при которой она измерена.

Провести термостатирование цилиндров с СО, аналогично Б.1, до температуры проточной кюветы Ткюв ± 0,5 °С.

Перелить СО в предварительно маркированный термос, находящийся при температуре Ткюв ± 0,5 °С, и герметично закрыть его.

Повторить процедуру подготовки для всех СО, используемых для поверки.

Б.3 Герметично закрытые термосы с СО должны быть доставлены к месту поверки, для проведения поверки, не позднее чем через 2 часа после заполнения термосов.

Б.4 Для каждого СО, подготовленного для поверки, должны быть зафиксированы три характеристики: массовая доля серы по паспорту, его плотность и температура, при которой измерялась плотность.

Примечание - Допускается проводить измерение плотности СО в непосредственной близости с анализатором (без использования термосов) при контроле температуры СО, соответствующем классу опасности помещения.