

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Федеральное государственное унитарное предприятие
«Уральский научно-исследовательский институт метрологии»
(ФГУП «УНИИМ»)**

УТВЕРЖДАЮ

**Директор
ФГУП «УНИИМ»**

С.В. Медведевских



10 2018 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА
ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

Анализаторы Xplorer

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 100-251-2018**

**Екатеринбург
2018 г.**

ПРЕДИСЛОВИЕ

1. РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
2. ИСПОЛНИТЕЛЬ зам. зав. лаб. 251 Мигаль П.В.
3. УТВЕРЖДЕНА директором ФГУП «УНИИМ» в 2018 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Область применения	4
2 Нормативные ссылки.....	4
3 Операции поверки	4
4 Средства поверки	4
5 Требования к квалификации поверителя.....	5
6 Требования безопасности	5
7 Условия поверки	5
8 Подготовка к поверке.....	5
9 Проведение поверки	5
9.1 Внешний осмотр	5
9.2 Опробование.....	6
9.3 Проверка метрологических характеристик	6
10 Оформление результатов поверки	7

Государственная система обеспечения единства измерений Анализаторы Xplorer. Методика поверки	МП 100-251-2018
--	-----------------

1 Область применения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы Xplorer (далее – анализаторы), изготовленные Trace Elemental Instruments, Нидерланды.

1.2 Анализаторы подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке.

1.3 Интервал между поверками - 1 год.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- ГОСТ 12.3.019-80 «ССБТ. Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности»;
- Приказ Минтруда России от 24.07.2013 N 328н "Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок";
- Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке».

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	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	9.1	да	да
2 Опробование	9.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	9.3	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка анализатора в соответствии с руководством пользователя (далее – РП). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, анализатор бракуется и выполняются операции по п. 10.2.

4 Средства поверки

4.1 Для проверки метрологических характеристик применяют:

- стандартный образец массовой доли хлорорганических соединений в нефти ГСО 10741-2016 (интервал аттестованных значений массовой доли от 0,3 до 200 мг·л⁻¹,

границы относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 1,0 \%$);

– стандартный образец массовой доли серы в нефтепродуктах ГСО 10202-2013 (интервал аттестованных значений массовой доли от 0,2 до 500 мг⁻¹, границы относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 2,5 \%$);

– стандартный образец массовой доли азота в нефтепродуктах ГСО 10318-2013 (интервал аттестованных значений массовой доли от 0,05 до 10000 мг⁻¹, границы относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 5 \%$).

4.2 Для контроля внешних влияющих факторов применяют средства измерений температуры и относительной влажности окружающей среды с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 7.

4.3 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены, а стандартные образцы (СО) должны иметь действующие паспорта.

4.4 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих проверку метрологических характеристик с требуемой точностью.

5 Требования к квалификации поверителя

5.1 Персонал, осуществляющий поверку анализаторов, должен ознакомиться с настоящей методикой поверки и иметь опыт работы с физико-химическими средствами измерений.

6 Требования безопасности

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования ГОСТ 12.3.019-80, приказа Минтруда России от 24.07.2013 N 328н, а также требования руководства пользователя анализатора.

7 Условия поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С: от 5 до 35;
- относительная влажность, %, не более: 80.

8 Подготовка к поверке

8.1 Перед проведением поверки анализатор готовят к работе и проводят его настройку в соответствии с руководством пользователя. При необходимости проводят калибровку анализатора.

9 Проведение поверки

9.1 Внешний осмотр

9.1.1 Представленный на поверку анализатор должен быть полностью укомплектован для проведения поверки.

9.1.2 При внешнем осмотре установить наличие обозначения и заводского номера, а также отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора.

9.2 Опробование

9.2.1 Опробование происходит в автоматическом режиме при включении анализатора. Об успешном опробовании свидетельствуют зеленые индикаторы в меню «System» программного обеспечения TEIS (далее ПО).

9.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Номер версии ПО выводится на экран ПК при запуске и должен соответствовать требованиям, приведенным в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	TEIS
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	не ниже 1.8
Цифровой идентификатор ПО	-

9.3 Проверка метрологических характеристик

9.3.1 Для определения метрологических характеристик используют стандартные образцы по п. 4.1 в соответствии с таблицей 3.

Таблица 3 – Рекомендуемые СО в зависимости от модификации анализатора

Модификация анализатора	Применяемый стандартный образец
Анализатор Xplorer-X (модификация TX)	ГСО 10741-2016 ХН-ПА(10)
Анализатор Xplorer-X (модификация TS)	ГСО 10202-2013 ССН-ПА(10/УФ)
Анализатор Xplorer-X (модификация TX/TS)	ГСО 10741-2016 ХН-ПА(10); ГСО 10202-2013 ССН-ПА(10/УФ)
Анализатор Xplorer-N	ГСО 10318-2013 МДАН-ПА(10)
Анализатор Xplorer-S	ГСО 10202-2013 ССН-ПА(10/УФ)
Анализатор Xplorer-NS	ГСО 10318-2013 МДАН-ПА(10); ГСО 10202-2013 ССН-ПА(10/УФ)

9.3.2 При поверке необходимо использовать СО с номинальным значением аттестованной характеристики 10 мг/кг (млн^{-1}) или растворы, приготовленные путем разбавления аликвот соответствующих СО холостой пробой или в чистых органических растворителях с минимальным содержанием аналита (гексан, изооктан или др.). Массовую долю определяемого компонента в растворах СО определяют по формуле

$$C = \frac{A \cdot m_n}{m_r}, \quad (1)$$

где A – аттестованное значение массовой доли аналита в стандартном образце, мг/кг;

m_n – масса аликвоты стандартного образца, г;

m_r – масса раствора стандартного образца, г.

9.3.3 Для определения предела обнаружения проводят измерения выходного сигнала в холостой пробе, а для определения чувствительности и относительного СКО – в стандартном образце не менее трех раз ($n \geq 3$).

9.3.4 По результатам измерений рассчитывают среднее значение выходного сигнала для холостой пробы (I_0 , у.е.) и для СО (I_{10} , у.е.), предел обнаружения (lod , мг/кг), чувствительность (R , у.е./мкг), и относительное СКО (σ , %) по формулам:

$$I_0 = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n I_{0,i}, \quad (2)$$

$$I_{10} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n I_{10,i}, \quad (3)$$

$$lod = \frac{3 \cdot C}{I_{10}} \cdot \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^n (I_{0,i} - I_0)^2}, \quad (4)$$

$$R = \frac{1000 \cdot I_{10}}{C \cdot V \cdot \rho}, \quad (5)$$

$$\sigma = \frac{100}{I_{10}} \cdot \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^n (I_{10,i} - I_{10})^2}, \quad (6)$$

где $I_{0,i}$, $I_{10,i}$ – i -е результаты измерений выходного сигнала холостой пробы и стандартного образца соответственно, у.е.;

C – содержание аналита в стандартном образце (или его растворе), который использовался при измерении выходного сигнала I_{10} , мг/кг;

V – объем стандартного образца¹, мм³ (мкл);

ρ – плотность стандартного образца², г/см³.

Полученные значения должны соответствовать данным, представленным в таблице 4.

Таблица 4 – Характеристики анализаторов

Наименование характеристик	Значение для моделей					
	Xplorer-X			Xplorer-N	Xplorer-S	Xplorer-NS
	TX	TS	TX/TS			
Предел обнаружения, мг/кг, не более:						
- хлор	0,07	-	0,07	-	-	-
- сера	-	0,2	0,2	-	0,05	0,05
- азот	-	-	-	0,03	-	0,03
Чувствительность, у.е./мкг, не менее:						
- хлор	2·10 ³	-	2·10 ³	-	-	-
- сера	-	2·10 ³	2·10 ³	-	1·10 ⁶	1·10 ⁶
- азот	-	-	-	1·10 ⁶	-	1·10 ⁶
Предел допускаемого относительно-го СКО выходного сигнала, %	2,0			1,0		

10 Оформление результатов поверки

10.1 Результаты поверки заносят в протокол произвольной формы. При положительных результатах средство измерений признают пригодным к применению и выдают свидетельство о поверке согласно приказу Минпромторга России от 02.07.2015

¹ По умолчанию объем вводимой пробы составляет 100 мм³.


² Принимается равной 0,7 г/см³, если в паспорте стандартного образца сведения о плотности отсутствуют.

№ 1815. Знак поверки наносится на лицевую панель анализатора и на свидетельство о поверке в виде оттиска поверительного клейма.

10.2 При отрицательных результатах поверки выдают извещение о непригодности с указанием причин. Средство измерений к применению не допускают.

Разработчик:

Зам. зав. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ»



П.В. Мигаль