

**Федеральное государственное унитарное предприятие  
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии  
им. Д.И. Менделеева»  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**

**УТВЕРЖДАЮ**  
И.о. директора  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

  
А.Н. Проин  
« 22 » октября 2018 г.  
М.п.



Государственная система обеспечения единства измерений


**АНАЛИЗАТОРЫ СЕРЫ  
РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕЭНЕРГОДИСПЕРСИОННЫЕ  
ЭКРОС-7700**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ  
МП 242-2221-2018**

Зам. руководителя  
научно-исследовательского отдела  
государственных эталонов  
в области физико-химических измерений  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

  
А.В. Колобова

Ст. научный сотрудник  
А.Б. Копыльцова



**г. Санкт-Петербург  
2018 г.**

## ОГЛАВЛЕНИЕ

<b>ВВЕДЕНИЕ</b> .....	3
<b>1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ</b> .....	3
<b>2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ</b> .....	3
<b>3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ</b> .....	4
<b>4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ</b> .....	4
<b>5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ</b> .....	5
<b>6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ</b> .....	5
6.1 Внешний осмотр .....	5
6.2 Опробование.....	5
6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения.....	6
6.4 Определение метрологических характеристик: абсолютной погрешности и повторяемости результатов единичных измерений.....	6
<b>7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ</b> .....	8

## ВВЕДЕНИЕ

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы серы в нефти и нефтепродуктах рентгенофлуоресцентные энергодисперсионные ЭКРОС-7700 (в дальнейшем - анализаторы) и устанавливает методы и средства их первичной поверки до ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками – один год.

## 1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1 – Операции поверки

№	Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			первичная	в процессе эксплуатации
1	Внешний осмотр, проверка комплектности	6.1	Да	Да
2	Опробование	6.2	Да	Да
3	Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.3	Да	Да
4	Определение метрологических характеристик: диапазона измерений, абсолютной погрешности и повторяемости результатов единичных измерений	6.4	Да	Да

1.2 Допускается проводить поверку анализатора на меньшем числе поддиапазонов измерений (рабочем диапазоне) с обязательным указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 Термогигрометр утвержденного типа (диапазон измерений относительной влажности от 10 до 95 %; абсолютная погрешность не более  $\pm 10$  %; диапазон измерений температуры от +10 до +40 °С; абсолютная погрешность не более  $\pm 0,5$  °С).

2.2 Барометр утвержденного типа (диапазон измерений атмосферного давления от 84 до 105 кПа, относительная погрешность не более 3 %).

2.3 Стандартные образцы массовой доли серы в минеральном масле: ГСО 11028-2018, ГСО 11029-2018 или ГСО 8172-2002, ГСО 11032-2018 или ГСО 8175-2002, ГСО 8498-2003, ГСО 8179-2002. Метрологические характеристики СО приведены в таблицах 1 и 2.

Таблица 2 - Метрологические характеристики СО (массовая доля серы, мг/кг)

Номер СО	Наименование СО	Интервал значений массовой доли серы в образце, мг/кг <sup>1)</sup>	Относительная расширенная неопределённость, %
ГСО 11028-2018	СНН01-ЭК	от 2,0 до 10,0	2,5
ГСО 11029-2018	СНН02-50-ЭК	от 20,0 до 100,0	2,5

<sup>1)</sup> Примечание:  $C$  (мг/кг) = 10000  $C$  (%)

Таблица 3 - Метрологические характеристики СО (массовая доля серы, %)

Номер СО	Наименование СО	Интервал значений массовой доли серы в образце, % <sup>1)</sup>	Границы допускаемой значений относительной погрешности аттестованного значения, %	Относительная расширенная неопределённость, %
ГСО 8172-2002	СН-0,01-ЭК	от 0,0090 до 0,0110	±4,0	-
ГСО 11032-2018	СНН-03-0,1-ЭК	от 0,060 до 0,100	±2,0	2,0
ГСО 8175-2002	СН-0,100-ЭК	от 0,090 до 0,110	±2,0	-
ГСО 8498-2003	СН-4,000-ЭК	от 3,600 до 4,400	±2,0	-
ГСО 8179-2002	СН-5,000-ЭК	от 4,500 до 5,600	±2,0	-

<sup>1)</sup>Примечание: С (мг/кг) = 10000 С (%)

2.4 Допускается применение других средств поверки (в том числе - стандартных образцов утвержденного типа)<sup>1)</sup>, обеспечивающих определение метрологических характеристик анализатора с требуемой точностью.

### 3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1 При проведении поверки должны соблюдаться условия, приведенные в таблице 3.

Таблица 4 – Условия поверки

Наименование характеристики	Значение
Температура окружающего воздуха, °С	20 ± 5
Атмосферное давление, кПа	от 84 до 105
Относительная влажность, %	не более 80

3.2 Установка и подготовка анализатора к поверке, включение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с эксплуатационной документацией.

### 4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в эксплуатационных документах на анализатор.

<sup>1)</sup> Информация о стандартных образцах состава утвержденного типа доступна на сайте Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений (<http://fundmetrology.ru>)



## 5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

К проведению измерений по поверке допускаются лица:

- имеющие удостоверение поверителя;
- изучившие эксплуатационную документацию на анализатор ЭКРОС-7700, и настоящую методику поверки;
- для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие в поверке оператора, обслуживающего анализатор, или сервис-инженера (под контролем поверителя).

## 6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

### 6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие анализатора следующим требованиям:

- наличие эксплуатационной документации;
- отсутствие механических повреждений и дефектов покрытия;
- целостность показывающих приборов;
- надписи и обозначения на приборе должны быть чёткими;

### 6.2 Опробование

Включить анализатор и дождаться перехода в рабочий режим. Провести измерения контрольного образца SU-Mo, входящего в комплект анализатора, следуя инструкциям раздела «Порядок работы», «Спектр» документа «Анализатор серы рентгенофлуоресцентный энерго-дисперсионный ЭКРОС-7700. Паспорт. Руководство по эксплуатации» БКРЕ.415312.003ПС (далее - РЭ) анализатора и указаниям на экране индикации.

Анализатор функционирует в штатном режиме, если по окончании измерений на экране отобразится окно «График спектра» (рисунок 1).



Рисунок 1 - Спектр контрольного образца SU-Mo

### 6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

Вывести на экран окно с наименованием и номером версии программного обеспечения, следуя инструкциям раздела «Порядок работы» - «Настройки» Руководства по эксплуатации анализатора (РЭ). Результаты проверок положительные, если наименование ПО – PE7700FW, версия ПО – 1.0.1.0 или выше (рисунок 2).

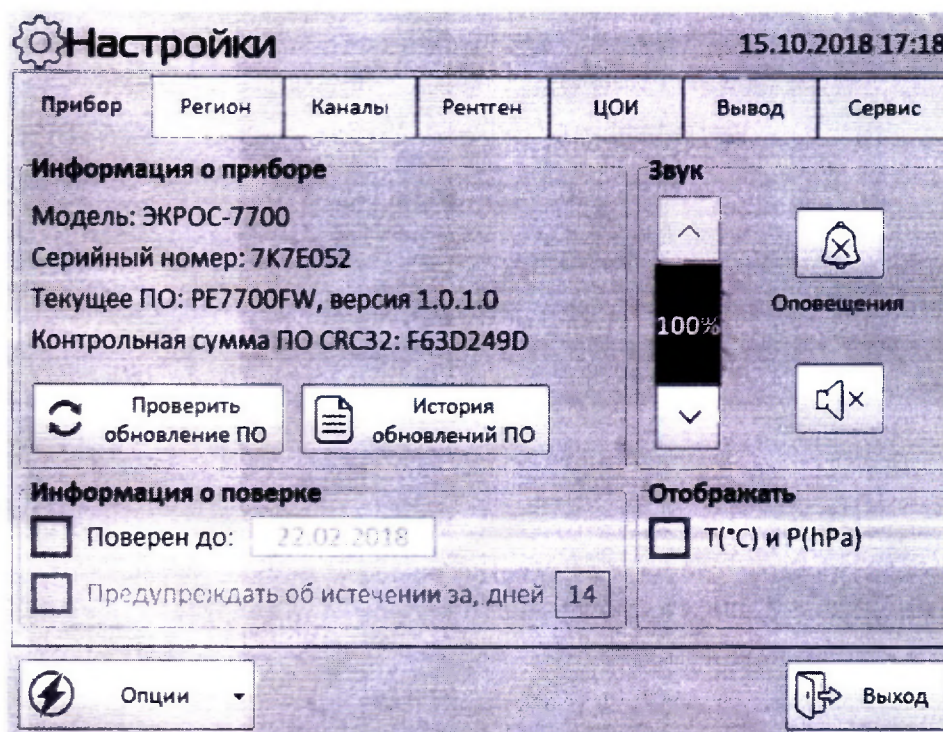


Рисунок 2 - Окно «Настройки» с отображением версии ПО

6.4 Определение метрологических характеристик: абсолютной погрешности и повторяемости результатов единичных измерений.

6.4.1 Определение метрологических характеристик анализатора при первичной поверке проводят по ГСО 11028-2018 (для модификации S3 аттестованные значения массовой доли серы должны быть 3 и 10 мг/кг, для модификации S5 аттестованные значения массовой доли серы должны быть 5 и 10 мг/кг), ГСО 11029-2018 (с аттестованным значением массовой доли серы от 20 до 100 мг/кг) или ГСО 8172-2002, ГСО 11032-2018 или ГСО 8175-2002 (с аттестованным значением массовой доли серы 1000 мг/кг или 0,100 %), ГСО 8498-2003 2002 (с аттестованным значением массовой доли серы 4,0 %) и ГСО 8179-2002 (с аттестованным значением массовой доли серы 5,0 %) <sup>2)</sup>. Определение метрологических характеристик анализатора при периодической поверке допустимо проводить в рабочем диапазоне измерений, используя не менее трёх стандартных образцов, аттестованные значения которых равномерно распределены по диапазону измерений.

6.4.2 Измерения проводят в соответствии с разделом 13 «Порядок работы» (п. 13.8 «Режим «Измерение») РЭ, начиная с наименьшего значения массовой доли серы. Время измерения устанавливают: 300 с для CO с аттестованным значением массовой доли серы не более 1000 мг/кг и 100 с для остальных CO.

Результаты измерений округляют в соответствии с п.4.7 РЭ и фиксируют в протоколе.

Проводят по два измерения каждого CO.

<sup>2)</sup> Аттестованное значение массовой доли серы указывается в паспорте CO.



6.4.3 Рассчитывают значение абсолютной погрешности анализаторов  $\Delta$  для каждого измерения каждого СО по формуле (1) и повторяемости  $r$  результатов измерений для каждого СО по формуле (2).

$$\Delta = C_{атт} - C_{изм}, \quad (1)$$

где  $C_{атт}$  – аттестованное значение массовой доли серы из паспорта СО, мг/кг (%) <sup>3</sup>;  
 $C_{изм}$  – результаты измерений анализатора, мг/кг (%);

$$r = C_1 - C_2, \quad (2)$$

где  $C_1$  – результат первого измерения массовой доли серы в СО, мг/кг (%);

$C_2$  – результат второго измерения массовой доли серы СО, мг/кг (%);

6.4.4 Результаты определения метрологических характеристик анализатора при первичной поверке признаются положительными, если абсолютная погрешность каждого измерения и повторяемость результатов двух измерений для каждого СО не превышают пределов, приведенных в таблице 4.

Таблица 4

Номер СО	Наименование СО	Аттестованное значение массовой доли серы, мг/кг	Предел допускаемой повторяемости, мг/кг	Пределы допускаемой абсолютной погрешности, мг/кг
ГСО 11028-2018	СНН01-ЭК	3,0	1,8	±2,6
ГСО 11028-2018	СНН01-ЭК	5,0	2,5	±3,7
ГСО 11028-2018	СНН01-ЭК	10	4	±6
ГСО 11029-2018	СНН02-50-ЭК	20	3	±6
ГСО 11029-2018	СНН02-50-ЭК	50	5	±11
ГСО 11029-2018 или ГСО 8172-2002	СНН02-50-ЭК или СН-0,01-ЭК	100	9	±17
ГСО 11032-2018 или ГСО 8175-2002	СНН03-0,1-ЭК или СН-0,100-ЭК	1 000	40	±75
ГСО 8498-2003	СН-4,000-ЭК	40 000	400	±800
ГСО 8179-2002	СН-5,000-ЭК	50 000	1400	±1900

6.4.5 Результаты определения метрологических характеристик анализатора при периодической поверке признаются положительными, если абсолютная погрешность каждого измерения и повторяемость результатов двух измерений для каждого СО не превышают пределов, приведенных в таблице 5. Для СО, аттестованные значения массовой доли серы в которых не приведены в таблице 5, абсолютная погрешность и повторяемость результатов двух измерений рассчитываются по формулам, приведенным в Приложении А.

<sup>3</sup>  $C$  (мг/кг) = 10 000 ·  $C$  (%).

Таблица 5

Аттестованное значение массовой доли серы, мг/кг	Предел допускаемой повторяемости, мг/кг	Пределы допускаемой абсолютной погрешности, мг/кг
3,0	1,8	±2,6
5,0	2,5	±3,7
10	4	±6
20	3	±6
50	5	±11
100	9	±17
500	25	±50
600	30	±55
1 000	40	±75
5 000	110	±210
6 000	120	±240
10 000	170	±330
30 000	330	±700
40 000	400	±800
50 000	1400	±1900

## 7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Данные, полученные при проведении поверки анализатора, регистрируются в протоколе поверки. Рекомендуемая форма протокола приведена в приложении Б.

7.2 Анализатор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признается годным. Положительные результаты оформляются свидетельством о его поверке установленной формы.

7.3 На анализатор, признанный негодным к эксплуатации, выписывается извещение о непригодности с указанием причин.

7.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.



## Приложение А

(обязательное)

Расчет пределов абсолютной погрешности и повторяемости результатов двух измерений

Расчет пределов повторяемости  $r$  результатов двух измерений массовой доли серы, мг/кг, проводится по формулам:

Для диапазона массовой доли серы от 3 до 16 мг/кг включ.

$$r = 0,8694 C^{0,6446} \quad (\text{A.1})$$

Для диапазона массовой доли серы св. 16 до 46 000 мг/кг включ.

$$r = 0,4347 C^{0,6446} \quad (\text{A.2})$$

Для диапазона массовой доли серы св. 46 000 до 50 000 мг/кг по формуле (5)

$$r = 1,3041 C^{0,6446} \quad (\text{A.3})$$

где  $C$  – аттестованное значение массовой доли серы  $CO$ , мг/кг.

Расчет пределов абсолютной погрешности  $\Delta$ , мг/кг, результатов измерений массовой доли серы проводится по формулам:

Для диапазона массовой доли серы от 3 до 16 мг/кг включ.

$$\Delta = \pm 1,3041 C^{0,6446} \quad (\text{A.4})$$

Для диапазона массовой доли серы св. 16 до 46 000 мг/кг включ.

$$\Delta = \pm 0,8694 C^{0,6446} \quad (\text{A.5})$$

Для диапазона массовой доли серы св. 46 000 до 50 000 мг/кг

$$\Delta = \pm 1,7388 C^{0,6446} \quad (\text{A.6})$$

Округление рассчитанных значений проводится до того же количества значащих цифр, что и результат измерений массовой доли серы.

## Приложение Б

(рекомендуемое)

Рекомендуемая форма протокола поверки

### ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Анализаторы серы в нефти и нефтепродуктах рентгенофлуоресцентные энергодисперсионные  
ЭКРОС-7700

Заводской номер \_\_\_\_\_

Дата выпуска \_\_\_\_\_

Дата поверки \_\_\_\_\_

Поверка проведена по методике поверки МП 242-2221-2018 «ГСИ. Анализаторы серы в нефти и нефтепродуктах рентгенофлуоресцентные энергодисперсионные ЭКРОС-7700 Методика поверки», утвержденной ФГУП ВНИИМ им. Д.И. Менделеева 28 октября 2018 г.

#### УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

температура окружающего воздуха, °С \_\_\_\_\_

относительная влажность окружающего воздуха, % \_\_\_\_\_

атмосферное давление, кПа \_\_\_\_\_

Результаты опробования

Результаты проверки соответствия программного обеспечения

#### Результаты определения метрологических характеристик

Наименование стандартного образца				
Аттестованное значение массовой доли серы, $C_{атт}$ , мг/кг				
Разница между измеренными и аттестованными значениями ГСО ( $C_{атт} - C_{изм}$ ), мг/кг				
Пределы допускаемой абсолютной погрешности, мг/кг				
Модуль разности между двумя последовательными единичными измерениями массовой доли серы, мг/кг				
Предел повторяемости результатов единичных измерений, мг/кг				

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПОВЕРКИ

Анализатор зав. номер \_\_\_\_\_ признан годным / не годным к эксплуатации.

Поверитель \_\_\_\_\_