

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

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ

С.В. Медведевских

" 12 2019 г.



ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы серы и азота ElemeNtS

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 95-251-2019

Екатеринбург

2019

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)**
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Собина Е.П.**
- 3 УТВЕРЖДЕНА директором ФГУП «УНИИМ» в декабре 2019 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 ПОВЕРИТЕЛЯ	6
6	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ.....	6
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	7
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	7
8.1	ВНЕШНИЙ ОСМОТР	7
8.2	ОПРОБОВАНИЕ	7
8.3	ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК.....	7
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	9
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	10

Дата введения в действие: декабрь 2019 г.

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы серы и азота ElemeNtS производства фирмы «Analytical Controls by PAC», Нидерланды (далее - анализаторы) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

Интервал между поверками - один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России № 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 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 2222-95 Метanol технический. Технические условия

ГОСТ 5962-2013 Спирт этиловый ректифицированный из пищевого сырья. Технические условия

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 при	
		первой поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик:	8.3		
3.1 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли серы	8.3.1	да	да
3.3 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли азота	8.3.2	да	да
3.4 Проверка диапазонов измерений массовой доли серы и массовой доли азота	8.3.3	да	да

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

3.3 Допускается на основании письменного заявления владельца анализатора проведение поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений или для меньшего числа измеряемых величин (для модификации ElemeNtS NS) с обязательным указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- стандартный образец содержания микропримесей серы в нефтепродуктах

(ССН-ВНИИМ-5) ГСО 9391-2009 с аттестованным значением массовой доли серы в диапазоне от 0,00045 до 0,00055 % и границами допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО при $P=0,95 \pm 4,0 \%$;

- стандартный образец содержания микропримесей серы в нефтепродуктах

(ССН-ВНИИМ-10) ГСО 9392-2009 с аттестованным значением массовой доли серы в диапазоне от 0,0009 до 0,0011 % и границами допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО при $P=0,95 \pm 3,0 \%$;

- стандартный образец содержания микропримесей серы в нефтепродуктах

(ССН-ВНИИМ-50) ГСО 9396-2009 с аттестованным значением массовой доли серы в диапазоне от 0,0045 до 0,0055 % и границами допускаемых значений относительной погрешности

аттестованного значения СО при $P=0,95 \pm 3,0\%$;

- стандартные образцы массовой доли серы в нефтепродуктах (имитаторы)

ГСО 10202-2013 (комплект СО ССН-ПА), с аттестованными значениями массовой доли серы в диапазоне от 2 до 500 ppm и границами относительной погрешности аттестованного значения СО при $P=0,95 \pm 2,5\%$;

– 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 СО при $P=095 \pm 0,004 \%$;

- стандартные образцы массовой доли азота в нефтепродуктах (имитатор)

ГСО 10318-2013 комплект (СО МДАН-ПА) с аттестованными значениями массовой доли азота от 0.05 до 10000 ppm и границами относительной погрешности аттестованного значения СО при $P=0.95$ не более $\pm 5\%$.

4.2 Для контроля внешних влияющих факторов применяют средства измерений температуры и относительной влажности окружающей среды с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 6.

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

4.4 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающие требуемую точность и пределы измерений.

5 Требования безопасности и требования к квалификации поверителя

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.

5.2 Поверитель перед проведением поверки анализаторов должен ознакомиться с руководством по эксплуатации на анализатор и пройти обучение по охране труда на месте проведения поверки.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C от 15 до 35

- относительная влажность воздуха, (при $t = 20^{\circ}\text{C}$), % не более 60

6.2 Анализаторы устанавливаются вдали от источников электромагнитных полей.

7 Подготовка к поверке

7.1 Анализаторы подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

7.2 Стандартные образцы подготовить в соответствии с инструкциями по эксплуатации.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений анализаторов;
- чистоту анализаторов, отсутствие следов коррозии, подтеков химических реагентов;
- соответствие комплектности указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование

8.2.1 Проверить работоспособность органов управления и регулировки анализаторов при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО анализаторов. Номер версии ПО идентифицируется при включении анализатора путем вывода на экран номера версии. Номер версии ПО должен быть не ниже приведенной в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	PAC IRIS ElemeNtS
Номер версии ПО	не ниже 2.2.0.X
Цифровой идентификатор ПО	-

8.3 Проверка метрологических характеристик

8.3.1 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли серы

8.3.1.1 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли серы с использованием стандартных образцов утвержденных типов

Для проверки относительной погрешности измерений массовой доли серы использовать стандартные образцы (далее - ГСО) по пункт 4.1 с аттестованными значениями массовой доли серы.

Провести измерения массовой доли серы одного или двух ГСО в каждом поддиапазоне, воспроизводящих значения в начале и конце поддиапазона измерений. Измерения повторить не менее трех раз ($n \geq 3$) для каждого выбранного ГСО.

Относительную погрешность измерений массовой доли серы δ_{Sj} для каждого ГСО рассчитать по формуле

$$\delta_{Sj} = \frac{\omega_{Sj} - \omega_j^A}{\omega_j^A} \cdot 100, \quad (1)$$

где ω_{Sj} - i -ое измеренное значение массовой доли серы для j -го ГСО, %;

ω_j^A - аттестованное значение массовой доли серы j -го ГСО, %.

Полученные значения относительных погрешностей измерений массовой доли серы должны соответствовать требованиям таблицы 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение для модификации		
	ElemeNtS N	ElemeNtS S	ElemeNtS NS
Диапазон измерений массовых долей азота, %	от 0,000005 до 1,0		
Диапазон измерений массовых долей серы, %	от 0,0002 до 1,0		
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли серы, %. в поддиапазонах измерений			
- от 0,0002 до 0,001 % включ.	-	±20	±20
- св. 0,001 до 0,05 % включ.	-	±10	±10
- св. 0,05 до 1 %	-	±8	±8
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли азота, %. в поддиапазонах измерений			
- от 0,000005 до 0,0002 % включ.	±30	-	±30
- св. 0,0002 до 0,001 % включ.	±20	-	±20
- св. 0,001 до 0,05 % включ.	±15	-	±15
- св. 0,05 до 1 %	±10	-	±10

8.3.2 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли азота

8.3.2.1 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли азота с использованием стандартных образцов утвержденных типов

Для проверки относительной погрешности измерений массовой доли азота использовать стандартные образцы (далее - ГСО) по пункту 4.1 с аттестованными значениями массовой доли азота.

Провести измерения массовой доли азота одного или двух ГСО в каждом поддиапазоне, воспроизводящих значения в начале и конце поддиапазона измерений. Измерения повторить не менее трех раз ($n \geq 3$) для каждого выбранного ГСО.

Относительную погрешность измерений массовой доли азота δ_{Nj} для каждого значения ГСО рассчитать по формуле

$$\delta_{Nj} = \frac{\omega_{Nj} - \omega_j^A}{\omega_j^A} \cdot 100, \quad (2)$$

где ω_{Nj} - i-ое измеренное значение массовой доли азота для j-го ГСО, %;

ω_j^A - аттестованное значение массовой доли азота j-го ГСО, %.

Полученные значения относительных погрешностей измерений массовой доли азота должны соответствовать требованиям таблицы 3.

8.3.3 Проверка диапазона измерений массовой доли серы и массовой доли азота

Проверку диапазона измерений массовой доли серы и массовой доли азота провести одновременно с проверкой относительной погрешности по п. 8.3.1-8.3.2 (Провести измерения массовой доли серы и массовой доли азота в каждом поддиапазоне измерений). Диапазон измерений массовой доли серы и массовой доли азота должен удовлетворять требованиям таблицы 3.

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 свидетельство о поверке.

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

Разработчик

И.о. зав. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ»

 Е.П. Собина

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализаторы серы и азота ElemeNtS _____, зав № _____

Документ на поверку: МП 95-251-2019 «ГСИ. Анализаторы серы и азота ElemeNtS.

Методика поверки».

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

температура _____ °С и относительная влажность окружающего воздуха _____ %.

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица А.1 - Результаты проверки относительной погрешности измерений массовой доли серы

№ п/п	Значение массовой доли серы, воспроизведенное ГСО, %	Значение массовой доли серы, измеренное анализатором, %	Относительная погрешность измерений массовой доли серы, %	Соответствует требованиям Да (+) / Нет (-)
1				
2				
3				
1				
2				
3				
1				
2				
3				

Таблица А.2 – Результаты проверки относительной погрешности измерений массовой доли азота

№ п/п	Значение массовой доли азота, воспроизведенное ГСО, %	Значение массовой доли азота, измеренное анализатором, %	Относительная погрешность измерений массовой доли азота, %	Соответствует требованиям Да (+) / Нет (-)
1				
2				
3				
1				
2				
3				
1				
2				
3				

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

Показатель	Полученные значения диапазона измерений, %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
Массовая доля серы		
Массовая доля азота		

Результат проведения поверки: _____

Поверитель _____

Дата _____

Организация, проводившая поверку _____