

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»
УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

СОГЛАСОВАНО

Директор УНИИМ – филиал

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Е.П. Собина

2024 г.

«ГСИ. Анализаторы серы и азота PROXILAB.
Методика поверки»

МП 57-241-2024

Екатеринбург

2024

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** с.н.с. лаборатории 241 Крашенинина М.П.
- 3 СОГЛАСОВАНА** директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в июле 2024 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы серы и азота PROXILAB (далее – анализаторы) производства Shaanxi Far-Citech Instrument & Equipment Co, Ltd, Китай, производственная площадка: Beijing NordTech Instrument & Meter Co., Ltd., Китай, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка анализаторов должна осуществляться в соответствии с требованиями настоящей методики поверки.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализатора к:

- государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах ГЭТ 176 согласно государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.02.2021 года № 148 с внесением изменений в приложение А к государственной поверочной схеме, утвержденным приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17.05.2021 года № 761.

Передача единицы осуществляется методом прямых измерений содержания общей серы и общего азота в стандартных образцах.

1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение для модели		
	TNS 6600	TN 6600	TS 6600
Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала, %	4	4	4
Предел обнаружения, мкг:			
- общего азота	0,005	0,005	-
- общей серы	0,001	-	0,001

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 г. №2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минтруда России от 15.12.2020 №903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.02.2021 года № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17.05.2021 года № 761 «О внесении изменения в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148»

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

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик: - относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала; - предела обнаружения.	да	да	11.1
	да	да	11.2
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

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

3.3 Проведение поверки в сокращенном объеме не допускается.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C от +15 до +25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе с анализатором.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п. 4. Допускаемая абсолютная погрешность измерений температуры ± 2 °C, относительной влажности $\pm 5,0$ %.	Гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Стандартный образец состава нефтепродуктов с номинальным значением массовой доли азота 10 млн^{-1} , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 3,0$ % при $P=0,95$	Стандартный образец массовой доли азота в нефтепродуктах (Имитатор) (СО МДАН-ПА) ГСО 10318-2013
	Стандартный образец состава нефтепродуктов с номинальным значением массовой доли серы 10 млн^{-1} , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 2,0$ % при $P=0,95$	Стандартный образец массовой доли серы в нефтепродуктах (Имитатор) (СО ССН-ПА) ГСО 10202-2013

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается использовать при поверке другие стандартные образцы, а также утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в руководстве по эксплуатации (далее – РЭ);
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре анализатора выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Анализатор и управляющий компьютер с установленным программным обеспечением средства измерений подготовить к работе в соответствии с РЭ. При необходимости провести градуировку.

9.2 Подготовить стандартные образцы утвержденных типов (далее – ГСО), предусмотренные в качестве средств поверки, в соответствии с инструкциями по применению на ГСО.

9.3 Опробование

Провести контроль условий поверки с помощью гигрометра в соответствии с таблицей 3.

Обеспечить подачу рабочих газов в соответствии с РЭ. Включить автосамплер, основной блок анализатора, компьютер с установленным ПО, загрузить программу. Выполнить проверку на герметичность в соответствии с РЭ.

В окне ПО нажать кнопку «Wake up» («Пробуждение») и дождаться выхода анализатора на рабочий режим. Установку параметров стандартного режима, указанных в РЭ,

проверяют путем проверки индикации температуры, давления и потоков рабочих газов в нижней панели рабочего окна.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) анализатора. Идентификационные данные ПО выводятся на экран персонального компьютера при обращении к подпункту меню ПО («Help» («Помощь») – «About» («О программе...»)). Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение для модели		
	TNS 6600	TN 6600	TS 6600
Идентификационное наименование ПО	SNArO2_1		
Номер версии (идентификационный номер) ПО ¹	1.X.X		
Цифровой идентификатор ПО	-		

¹) X – цифра не относится к метрологически значимой части и принимает значения от 0 до 9.

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала.

11.1.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала провести с применением ГСО по таблице 3 в зависимости от режима измерений анализатора. Для измерений площади пика азота использовать МДАН-ПА(10) ГСО 10318-2013. Для режима измерений площади пика использовать ССН-ПА(10) ГСО 10202-2013.

11.1.2 Перевести анализатор в режим для измерения площади пика азота и серы. Расположить растворы с ГСО в автосамплере анализатора.

11.1.3 Создать метод для измерения жидких проб со следующими параметрами:

- объем инъекции ГСО с массовой долей азота или серы 10 ppm - 40 мкл;
- добавка к пробе - 2,5 мкл;
- скорость инъекции – 0,5 мкл/сек;
- количество прокачек поршнем - 5
- промывка пробой – 5 раз;
- промывка растворителем (изооктан) - 5 раз;
- количество промывок после ввода пробы – 3;
- напряжение на ФЭУ (для серы) – 620 мВ;
- напряжение на ФЭУ (для азота) – 760 мВ.

11.1.4 Провести не менее 5 измерений площади пика каждого определяемого элемента. Результаты измерений выходных сигналов элементов занести в протокол. Значения выходных сигналов элементов используются в дальнейшем при расчете пределов обнаружения.

11.2 Определение пределов обнаружения

11.2.1 Определение пределов обнаружения азота, серы провести с использованием растворителя, **измеряя фоновый сигнал каждого элемента.**

Использовать режим измерений в соответствии с п. 11.1.3.

Провести не менее 5 измерений выходного фонового сигнала азота и серы. Результаты измерений занести в протокол.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Для результатов измерений площади пика элементов, полученных по 11.1, рассчитать среднее арифметическое значение результатов измерений выходного сигнала элемента ($\bar{X}_j$, %) и относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала (S_j , %) по формулам:

$$\bar{X}_j = \frac{\sum_{i=1}^n X_{ij}}{n} \quad (1)$$

$$S_j = \frac{100}{\bar{X}_j} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_{ij} - \bar{X}_j)^2}{n-1}} \quad (2)$$

где X_{ij} – результат i -го измерения выходного сигнала (площади пика) j -го элемента, %;

n – количество измерений выходного сигнала (площади пика) j -го элемента.

Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала для каждого элемента должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.2 Для результатов измерений выходных сигналов, полученных по 11.1, рассчитать чувствительность анализатора к каждому проверяемому элементу (N_{ij} , у.е./мкг) и среднее арифметическое значение чувствительности к каждому элементу ($\bar{N}_j$, у.е./мкг) по формулам:

$$N_{ij} = \frac{Y_{ij}}{m_j} \quad (3)$$

$$\bar{N}_j = \frac{\sum_{i=1}^n N_{ij}}{n} \quad (4)$$

где Y_{ij} – результат i -го измерения выходного сигнала для j -го элемента по п.11.2.1, у.е.;

n – количество измерений выходного сигнала для j -го элемента по п. 11.2.1;

m_j – масса j -го элемента в закалываемом объеме, мкг, которая рассчитывается по формуле:

$$m_j = V_{al} \cdot \rho_j \cdot X_{ГСОj} \cdot 10^{-3} \quad (5)$$

где V_{al} – объем инъекции (в соответствии с п. 11.1.3), мкл;

ρ – плотность для j -го элемента (приведена в паспорте на ГСО), г/см³;

$X_{ГСОj}$ – аттестованное значение в виде массовой доли для j -го элемента (приведено в паспорте на ГСО), млн⁻¹.

12.3 Для результатов измерений, полученных по 11.2, рассчитать среднее арифметическое значение выходного фонового сигнала для каждого элемента ($\bar{Y}_{\phi j}$, у.е.) и среднее квадратическое отклонение полученных значений выходного фонового сигнала ($S_{\phi j}$, у.е.) по формулам:

$$\bar{Y}_{\phi j} = \frac{\sum_{i=1}^n Y_{\phi ij}}{n} \quad (6)$$

$$S_{\phi j} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (Y_{\phi ij} - \bar{Y}_{\phi j})^2}{n-1}} \quad (7)$$

где $Y_{\phi ij}$ – результат i -го измерения выходного фонового сигнала j -го элемента, у.е.;

n – количество измерений выходного фонового сигнала для j -го элемента.

12.4 По полученному по формуле 7 значению среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного фонового сигнала рассчитать предел обнаружения (C_{oj} , мг) каждого проверяемого элемента по формуле

$$C_{oj} = \frac{3 \cdot S_{\phi j}}{\bar{N}_j} \quad (8)$$

Полученные значения пределов обнаружения должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки и пломбирование анализатора не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком.

13.6 По заявлению владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г № 2510, при отрицательных – извещение о непригодности к применению анализатора.

С.н.с. лаб. 241 УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



М.П. Крашенинина