

**УТВЕРЖДАЮ**

Руководитель ГЦИ СИ ФГУП

«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Н.И. Ханов

«22» апреля 2014 г.



Анализаторы общей серы и хлоридов поточные 6020 АХР

## **МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

МП 242-1732-2014

Руководитель отдела  
ГЦИ СИ «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

Л.А.Конопелько

Ст. научный сотрудник  
ГЦИ СИ «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»  
А.Б. Копыльцова

Санкт-Петербург

2014

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы общей серы и хлоридов поточные 6020 АХР (далее «анализаторы») и устанавливает методы и средства их первичной поверки, поверки после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками - 1 год.

## 1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции (Таблица 1):

Таблица 1

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			в процессе эксплуатации	после ремонта
1.	Подготовка к поверке.	5	Да	Да
2.	Внешний осмотр, проверка комплектности.	6.1	Да	Да
3.	Опробование	6.2	Да	Да
4.	Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.3	Да	Да
5.	Определение метрологических характеристик:	6.4	Да	Да

## 2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

- 2.1. ГСО 9391-2009 ...9396-2009 государственные стандартные образцы микропримесей серы в нефтепродуктах;
- 2.2. ГСО 9038-2009, 9039-2009 государственные стандартные образцы массовой доли серы в нефтепродуктах;
- 2.3. ГСО 7142-95 государственный стандартный образец состава хлорбензола;
- 2.4. ГСО 8861, 8862-2007 государственные стандартные образцы хлорорганических соединений в нафте.

Метрологические характеристики ГСО приведены в Таблицах 2, 3, 4 и 5.

Таблица 2

№ стандартного образца	Индекс СО	Интервал значений массовой доли серы в образце, млн (ppm)	Границы относительной погрешности ( $\pm\delta$ ), % (P=0,95)
10202-2013	CCH-ПА (2)	2,0-2,5	$\pm 2,5$
	CCH-ПА (5)	4,5-5,5	$\pm 2,5$
	CCH-ПА (10)	9-11	$\pm 2,5$
	CCH-ПА (20)	18-22	$\pm 2,5$
	CCH-ПА (30)	27-33	$\pm 2,5$
	CCH-ПА (40)	36-44	$\pm 2,5$
	CCH-ПА (50)	45-55	$\pm 2,5$
	CCH-ПА (100)	95-105	$\pm 2,5$
	CCH-ПА (200)	195-205	$\pm 2,5$
	CCH-ПА (350)	345-355	$\pm 2,5$
	CCH-ПА (500)	495-500	$\pm 2,5$

Таблица 3

№ стандартного образца	Индекс СО	Интервал значений массовой доли серы в образце, %	Границы относительной погрешности ( $\pm\delta$ ), % (P=0,95)
ГСО 9038-2008	СН-ВНИИМ-1	0,90 – 1,10	$\pm 2,5$
ГСО 9039-2008	СН-ВНИИМ-1,8	1,70 – 1,90	$\pm 2,5$

Таблица 4

№ стандартного образца	Аттестованная характеристика	Аттестованное значение (интервал аттестованных значений)	Границы допускаемых значений относительной погрешности, при P = 0,95, %
ГСО 7142-95	Массовая доля основного вещества (хлорбензола), %	99,30-99,99	$\pm 0,2$

Таблица 5

№ стандартного образца	Индекс СО	Интервал значений массовой доли органического хлора в образце, мкг/г (ppm)	Границы относительной погрешности ( $\pm\delta$ ), % (P=0,95)
ГСО 8861-2007	ХО-13-ЭК	12,0 – 14,2	$\pm 6,0$
ГСО 8862-2007	ХО-130-ЭК	120 – 140	$\pm 1,5$

2.2. Изооктан эталонный по ГОСТ 12433-83 или Изооктан без хлора и серы (БХС) «химически чистый», ТУ 2631-082-44493179-02 с изм. 1

2.3. Контрольные растворы хлоридов на основе ГСО состава хлорбензола (ГСО 7142-99) готовят в соответствии с Приложением 2.

2.4. Допускается применение других средств поверки с характеристиками не хуже указанных, допущенных к применению в установленном порядке.

### 3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Требования безопасности изложены в Руководстве по эксплуатации на анализаторы.

### 4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °C от 15 до 25
- атмосферное давление, кПа от 96 до 104
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80

### 5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Подготовка анализатора к работе осуществляется в соответствии с РЭ. Очистить анализатор и подводящие линии от остатков предыдущих проб, отключить датчик от байпасной линии, промыть и просушить проточную ячейку. Перед измерением i-м контрольным раствором, подлежащим измерению.

5.2. Для подготовки анализатора включить питание прибора и прогреть его в течение 30 мин.

## 6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

### 6.1. Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра проверяют:

- отсутствие механических повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора;
- исправность органов управления;
- четкость всех надписей на кнопках управления;
- наличие эксплуатационной документации;
- соответствие прибора комплектности, приведенной в Руководстве по эксплуатации;
- наличие на приборе обозначения и заводского номера и соответствие маркировки прибора технической документации.

Анализатор считается выдержавшим поверку, если он соответствует всем требованиям, перечисленным в п.6.1.

### 6.2. Опробование.

Опробование проводится в автоматическом режиме. Анализатор считается прошедшим опробование, если после включения питания анализатор проходит все внутренние тесты и на дисплее появляется окно с главным меню программы управления. После включения, подготовки прогрева и тестирования прибор автоматически переходит в режим ожидания.

6.3. Подтверждение соответствия программного обеспечения проводится визуально при включении системы: в процессе автотестирования на индикаторе должен отобразиться номер версии ПО (рисунок 1 – строка «Code Version»).

Результат проверки соответствия программного обеспечения считают положительным, если номер версии, отображающейся при включении системы, не ниже 3.703.



Рисунок 1.

6.4. Определение относительной погрешности анализатора производится путем измерения массовой доли серы в СО из таблиц 2 и 3, массовой доли хлоридов в ГСО из таблицы 5 и контрольных растворах 1Cl – 7Cl (Приложение 2) и сравнением результатов измерений с действительными значениями. Контрольные растворы готовят в соответствии с Приложением 2 к настоящей методике. При поверке должно быть использовано не менее трех СО или контрольных растворов, значение показателя в которых должно соответствовать началу, середине и концу диапазона измерений анализатора. Диапазон, в котором проводится поверка, может составлять часть максимального диапазона измерений, указанного в технической документации анализатора<sup>1</sup>

#### 6.4.2. Порядок проведения поверки.

6.4.2.1. Устанавливают следующие параметры измерения:

- ▲ COUNTING TIME – 300 с;
- ▲ TREND COUNTING TIME — 15 с;

СО или контрольные растворы последовательно вводят в анализатор через порт забора пробы с помощью встроенных перистальтических насосов согласно РЭ.

6.4.2.2. Запускают процесс измерения согласно РЭ анализатора, начиная со СО или КР с самой низкой массовой долей вещества. В качестве идентификатора образца задают наименования контрольных растворов и/или стандартных образцов, используемых в процедуре поверки.

6.4.2.3. Проводят измерение и считывают результаты измерения массовой доли серы или хлора.

6.4.2.4. Проводят по 2 измерения для каждого СО или КР и вычисляют относительную погрешность анализатора для каждого измерения по формуле:

$$\delta_i = \frac{|C_{\text{наст}} - C_i|}{C_{\text{наст}}} \times 100\% \quad (1)$$

где:  $C_i$  - i-ый результат измерения массовой доли компонента;

$C_{\text{наст}}$  - действительное значение показателя, рассчитанное по Приложению 2 или указанное в паспорте на СО.

6.4.2.5. За значение относительной погрешности принимается максимальное значение, полученное в п.6.4.2.4. Анализатор считается выдержавшим поверку, если относительная погрешность не превышает значений, указанных в Таблице 6.

Таблица 6

Диапазон измерений массовой доли компонента, %	Пределы допускаемой относительной погрешности, %
в диапазоне от 0,0002 до 0,0006 %,	± 45
в диапазоне св. 0,0006 до 0,0025 %,	± 25
в диапазоне св. 0,0025 до 0,006 %	± 15
в диапазоне св. 0,006 до 2,2%	± 6

## 7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Положительные результаты поверки оформляются записью в формуляре и выпиской свидетельства о поверке.

7.2. В случае отрицательных результатов выписывается извещение о непригодности с указанием конкретных результатов поверки.

<sup>1</sup> Должен быть утвержден Руководителем предприятия, на котором эксплуатируется анализатор.

Приложение № 1  
Обязательное

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Наименование: анализатор общей серы и хлоридов поточные 6020 АХР  
Зав. Номер \_\_\_\_\_  
Дата выпуска \_\_\_\_\_  
Представлен

Проверка проводится согласно документу МП 242-1732-2014 «Анализатор общей серы и хлоридов поточные 6020 АХР. Методика поверки», утвержденной ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в апреле 2014 г.

Условия поверки:

- температура окружающего воздуха,  $^{\circ}\text{C}$
- атмосферное давление, кПа
- относительная влажность, %

Средства поверки:

Результат определения относительной погрешности анализатора

Таблица 1

№ п/п	Номер и на- именование ГСО	Аттестованное значение ГСО	Норматив отно- сительной по- грешности, %	Результат единич- ного измерения, %		Погрешность, %	
				№1	№2	№1	№2
1							

Погрешность измерения не превышает норматива.

Заключение \_\_\_\_\_

Подпись поверителя

Дата \_\_\_\_\_

Приложение № 2  
Обязательное

**Методика приготовления контрольных растворов хлора**

Для приготовления контрольных растворов хлора применяют оборудование и реактивы, указанные в п.2 методики поверки. Используют следующие оборудование, посуду и материалы:

-Весы аналитические, специального класса точности, с пределом взвешивания 210 г, погрешность взвешивания  $\pm 0.0001$  г.

-Колбы мерные вместимостью 2-100-2, 2-20-2, 2-500-2 по ГОСТ 1770-74.

-Пипетки 2-ого класса точности по ГОСТ 29228-91, ГОСТ 29169-91.

-Термометр ртутный по ГОСТ 28298-90.

Приготовление контрольных растворов проводят при температуре  $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ .

Для приготовления контрольных растворов на основе ГСО состава хлорбензола (ГСО 7142-99) и растворителя - изооктана химически чистого (БХС).

Приготовление раствора 0Cl с массовой долей хлоридов 1,000 %: навеску ГСО ( $m_{\text{ГСО}}$ )  $3,8 \pm 0,01$  г растворяют в колбе с притертой пробкой примерно в  $50 \text{ см}^3$  изооктана и доводят массу раствора до 200,00 г. Для приготовления контрольных растворов 1Cl - 7Cl этот раствор разбавляют изооктаном в соответствии с Таблицей 1.

Таблица 1

Количество реагента или ГСО	Конечный объем контрольного раствора, $\text{см}^3$	Значение массовой доли хлора, %	Индекс контрольного раствора
Контрольные растворы общего органического углерода			
Навеска хлорбензола $3,8 \pm 0,01$ г		1,000	0Cl
Аликвота раствора 0Cl $125 \text{ см}^3$	500	0,250	1Cl
Аликвота раствора 0Cl $50 \text{ см}^3$	500	0,100	2Cl
Аликвота раствора 0Cl $25 \text{ см}^3$	500	0,050	3Cl
Аликвота раствора 1Cl $50 \text{ см}^3$	500	0,025	4Cl
Аликвота раствора 2Cl $50 \text{ см}^3$	500	0,010	5Cl
Аликвота раствора 3Cl $50 \text{ см}^3$	500	0,005	6Cl
Аликвота раствора 5Cl $50 \text{ см}^3$	500	0,0010	7Cl

Приготовленные растворы переносят во флакон из темного стекла с герметичной крышкой. Срок хранения в герметичном флаконе в темном прохладном месте 1 месяц.

Погрешность действительного значения концентрации контрольного раствора по процедуре приготовления рассчитывают по формуле (3) для растворов по пп.2.1. – 2.3. и по формуле (4) для растворов по п. 2.5.

$$\Delta_C = 1,1 * \sqrt{\left(\frac{\Delta m}{m_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{m_2}\right)^2 + \left(\frac{\delta}{C}\right)^2 + \left(\frac{\Delta c_a}{c_a}\right)^2} \quad (3)$$

где: С-концентрация контрольного раствора, %;

$m$  – масса навески сахара или объем аликвоты раствора ГСО, г ( $\text{см}^3$ );

$v$  – объем раствора, см<sup>3</sup>;

$\Delta_m$  – погрешность весов, г;

$\Delta_v$  – погрешность мерной посуды, см<sup>3</sup>;

$\delta$  – предел обнаружения примесей при контроле чистоты растворителя, %;

$c_a$  – аттестованное значение концентрации компонента в сахарозе или ГСО 2960-84, %;

$\Delta_{Ca}$  – относительная погрешность аттестованного значения контрольного раствора, %.

$$\Delta_C = 1,1 * \sqrt{\left(\frac{\Delta v_1}{v_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta v_2}{v_2}\right)^2 + \left(\frac{\delta}{C}\right)^2 + \left(\frac{\Delta c_a}{c_a}\right)^2} \quad (4)$$

где: С-концентрация контрольного раствора, %;

$v_1$  – объем раствора, отмеряемый пипеткой, см<sup>3</sup>;

$v_2$  – объем мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$\Delta v_1$  – предел погрешности используемой пипетки, см<sup>3</sup>;

$\Delta v_2$  – предел погрешности используемой мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$\delta$  – предел обнаружения примесей при контроле чистоты растворителя, %;

$c_a$  – аттестованное значение концентрации компонента в ГСО, %;

$\Delta_{Ca}$  – относительная погрешность аттестованного значения ГСО, %.

Таблица 3.

Характеристики средств измерений, используемые при приготовлении поверочных растворов.

Наименование СИ	НТД на СИ	Измеряемая величина	Значение измеряемой величины	Предел допускаемой абсолютной погрешности СИ
Весы лабораторные	ГОСТ 24104	Масса	До 210 г	±0,00001 г
Колба мерная 2-500-2	ГОСТ 1770	Объем	500 см <sup>3</sup>	±0,50 см <sup>3</sup>
Колба мерная 2-250-2			250 см <sup>3</sup>	±0,30 см <sup>3</sup>
Колба мерная 2-200-2			200 см <sup>3</sup>	±0,25 см <sup>3</sup>
Колба мерная 2-100-2			100 см <sup>3</sup>	±0,20 см <sup>3</sup>
Колба мерная 2-50-2			50 см <sup>3</sup>	±0,12 см <sup>3</sup>
Пипетка 2-1-1	ГОСТ 29169	Объем	1 см <sup>3</sup>	±0,0030 см <sup>3</sup>
Пипетка 2-1-2			2 см <sup>3</sup>	±0,0070 см <sup>3</sup>
Пипетка 2-1-5			5 см <sup>3</sup>	±0,015 см <sup>3</sup>
Пипетка 2-1-10			10 см <sup>3</sup>	±0,020 см <sup>3</sup>
Цилиндры мерные исполнения 1, вместимостью 50,0 см <sup>3</sup> 100,0 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1770	Объем	50 100	± 0,5 % ± 0,5 %

При использовании средств измерения, ГСО и реагентов, указанных в п. I настоящего приложения, относительная погрешность контрольных растворов, приготовленных по данной методике, не превышает 3%.