

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



СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.Н. Пронин

2024 г.

Государственная система обеспечения единства измерений
Анализаторы АСТЕК 4021

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 242-2562-2023**

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

Т.Б. Соколов

Ст. научный сотрудник
А.Б. Копыльцова

Санкт-Петербург
2024 г.

1. Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы АСТЕК 4021 производства ООО «АСТ СОФТ», г. Москва, (далее анализаторы) и устанавливает методы их первичной и периодической поверки.

Настоящая методика поверки обеспечивает прослеживаемость к следующим Государственным первичным эталонам:

- ГЭТ 208-2019 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии с применением стандартных образцов посредством Государственной поверочной схемы, утвержденной приказом Росстандарта от 10.06.2021 № 988;

- ГЭТ 3-2020 Государственный первичный эталон единицы массы – килограмма с применением средств измерений посредством Государственной поверочной схемы, утверждённой приказом Росстандарта от 04.07.2022 года № 1622.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки:

- прямое измерение поверяемым средством измерений величины, воспроизводимой мерой или стандартным образцом.

В результате поверки должны быть подтверждены следующие метрологические требования, приведенные в таблице 1

Таблица 1 – Метрологические требования

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой приведенной погрешности анализатора ¹⁾ ²⁾ , %	±10

¹⁾ Определены с применением стандартного образца состава раствора нефтепродуктов (углеводородов) в четыреххлористом углероде ГСО 7284-96;

²⁾ Нормирующим значением является верхняя граница диапазона измерений.

Примечание:

При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

2 Перечень операций поверки средства измерений

При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	7

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Контроль условий поверки (при подготовке к поверке опробовании средства измерений)	да	да	8.1
Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.2
Проверка программного обеспечения	да	да	9
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям	да	да	10

Если при проведении одной из операций получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +15 до +25;
 - относительная влажность воздуха, % не более 80;

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются поверители, ознакомленные с руководством по эксплуатации поверяемого анализатора (далее – РЭ), инструкцией по применению стандартных образцов (далее – СО) и прошедшие инструктаж по технике безопасности.

4.2 Для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие операторов, обслуживающих анализатор (под контролем поверителя).

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 Метрологические и технические требования к средствам поверки представлены в таблице 3

Таблица 3 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
8.1 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Средства измерений параметров окружающей среды: диапазон измерений температуры от +15 °C до +25 °C, относительной влажности от 10 % до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности по каналам: относительной влажности не более ±3 %, температуры не более ±1,0 °C	Прибор комбинированный Testo 622 (рег. № 53505-13 в ФИФ ОЕИ)
10 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Стандартные образцы состава нефтепродуктов («углеводородов») в четырёххлористом углероде с массовой концентрацией нефтепродуктов 50 мг/см ³ ; границы допускаемых значений абсолютной погрешности при Р = 0,95 ±0,2 мг/см ³ Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018	ГСО 7248-96
Вспомогательное оборудование и средства		
10 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям*	Пипетки градуированные, прямые с делениями, не ниже 2 класса точности, вместимостью 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 см ³ по ГОСТ 29227-91 Пипетки с одной меткой вместимостью 20 см ³ , не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29169-91 Средства измерений массы: максимальная нагрузка не менее 30,0 кг, с действительной ценой деления d не более 50 г, и пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±1,5e (где e – поверочный интервал в соответствии с Описанием типа) или пределом допускаемой абсолютной погрешности не более 20 г для нагрузки 20,0 кг	Весы электронные напольные DB-150Н (рег. № 59810-15 в ФИФ ОЕИ)
* Для измерений объема добавленной в анализатор воды допускается использование мерников вместимостью 10 или 20 дм ³ с пределом относительной погрешности измерения объема не выше 0,2 %		

5.2 Допускается применение не перечисленных в таблице 3:

- средств измерений с метрологическими характеристиками, соответствующими метрологическим требованиям таблицы 3;
- стандартных образцов, реагентов, контрольных растворов и вспомогательного оборудования, обеспечивающих соотношение погрешности средств поверки (СО, реагенты, контрольные растворы) и поверяемого анализатора не более 1/2.

5.3 Все средства измерений, должны быть поверены¹; стандартные образцы – иметь действующие паспорта.

¹ Сведения о результатах поверки средств измерений доступны в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

6 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

Должны быть соблюдены следующие требования:

- требования безопасности по ГОСТ 12.3.019;
- требования безопасности, изложенные в эксплуатационной документации.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие анализаторов следующим требованиям:

- соответствие комплектности (при первичной поверке) и маркировки требованиям эксплуатационной документации;
- отсутствие механических повреждений, влияющих на работоспособность;
- исправность органов управления.

7.2 Анализатор считают выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует указанным выше требованиям.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений, контроль условий поверки

8.1 Контроль условий поверки:

- проверить соответствие требованиям п. 3.1;
- выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности;
- проверить наличие паспортов и сроки годности СО, подготовить СО в соответствии с РЭ;
- подготовить контрольные смеси в соответствии с Приложением 1;
- подготовить анализаторы к работе в соответствии с ЭД;
- при проведении поверки на месте эксплуатации анализатора отсоединить ячейку от линии технологического потока, очистить ячейку анализатора от загрязнений, дренировать остатки пробы, продуть сжатым воздухом и промыть чистой водой с содержанием углеводородов не более 0,05 мг/дм³ в течение не менее 1 часа;
 - допускается проведение поверки в условиях лаборатории, при условии отсоединения анализатора от линий технологических потоков, транспортировки в лабораторное помещение, для этого требуется очистить ячейку анализатора от загрязнений, дренировать остатки пробы, продуть сжатым воздухом и промыть дистиллированной водой или чистой водой с содержанием углеводородов не более 0,05 мг/дм³ в течение не менее 1 часа;
 - убедиться в том, что емкость пластиковая и емкость стеклянная из градуировочного комплекта АСТЕК-4021-ГК чистые и сухие и подсоединить градуировочный комплект к анализатору в соответствии с РЭ;
 - выдержать анализаторы при температуре поверки не менее 2 ч.

8.2 Опробование:

8.2.1 При опробовании проверяют работоспособность анализатора.

Проверка работоспособности анализатора производится автоматически при включении электрического питания согласно эксплуатационной документации.

Запустить анализатор, используя в качестве «холостой» пробы дистиллированную воду или чистую воду с содержанием углеводородов не более 0,05 мг/дм³ и убедиться в стабильности его показаний на «холостой» пробе.

8.2.2 Результаты опробования считают положительными, если по окончании времени прогрева:

- на дисплее выводятся сообщения о готовности в соответствии с РЭ;
- отсутствует сигнализация об ошибках и неисправностях.
- показания анализатора на «холостой» пробе стабильны и не превышают 0,20 мг/дм³ (для анализаторов с верхней границей диапазона измерений до 10 мг/дм³) и 0,50 мг/дм³ (для анализаторов с верхней границей диапазона измерений св. 10 мг/дм³).

Допускается совмещать опробование с определением метрологических характеристик.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

- проводят визуальную оценку идентификационных данных ПО анализатора. Номер версии ПО отображается при включении анализатора;

- сравнивают полученные данные с идентификационными данными, установленными при проведении испытаний в целях утверждения типа (см. Описание типа анализаторов) и в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные ПО	Значение
Идентификационное наименование	Astek_4021.hex
Номер версии (идентификационный номер) ПО *	Astek_4021.X.Y
Цифровой идентификатор	-

Примечание - Номер версии записывается в виде Astek_4021.X.Y, где Astek_4021 указывает на метрологически значимую часть, а X и Y описывают модификации, которые не влияют на МХ СИ (интерфейс, устранение незначительных программных ошибок и т.п.);

9.2 Результат подтверждения соответствия ПО анализаторов считают положительным, если идентификационные данные ПО соответствуют указанным в таблице 4.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Для проведения поверки используются не менее двух КС в соответствии с Приложением 1. Значение массовой концентрации нефтепродуктов в КС выбирают таким образом, чтобы они примерно соответствовали началу, середине и концу диапазона измерений поверяемого анализатора (диапазон измерений конкретного анализатора указан в паспорте);

10.2 Заполняют емкость пластиковую из градуировочного комплекта АСТЕК-4012-ГК КС с наименьшим содержанием нефтепродуктов. Запускают циркуляцию КС, направляют КС на вход системы испарения и дожидаются стабилизации показаний анализатора (не менее 30 минут). Фиксируют результаты измерений. Процедуру повторяют для следующих КС с более высоким содержанием нефтепродуктов.

10.3 По окончанию измерений всех КС промывают систему; для этого заполняют емкость пластиковую из градуировочного комплекта АСТЕК-4012-ГК дистиллированной водой (или чистой водой с содержанием углеводородов не более 0,05 мг/дм³). Запускают циркуляцию, направляют пробу на вход системы испарения и дожидаются стабилизации показаний анализатора (не менее 30 минут). Фиксируют показания анализатора. Показания анализатора должны быть стабильны и не превышать 50 % значения допускаемой приведенной погрешности анализатора. Например, для анализатора с диапазоном от 0 до 50 мг/дм³ показания после промывки не должны превышать 0,5 мг/дм³.

10.4 Расчёт приведённой приведенной погрешности анализатора

Рассчитывают значение приведенной (δ_{ik}) погрешности для каждого измерения в k-ой КС по формуле

$$\delta_{ik} = \frac{C_{ik} - C_{расч}}{C_{норм}} \times 100\% \quad (1)$$

где: C_{ik} - i-ый результат измерения k-ой КС;

$C_{расч}$ - действительное (расчетное) значение по таблице 1 Приложения 1 для k-ой КС;

$C_{норм}$ - нормирующее значение, равное верхнему пределу диапазона измерений (приведено в паспорте конкретного экземпляра анализатора).

10.5 Критерием подтверждения соответствия анализатора метрологическим требованиям является:

- соответствие диапазона измерений указанному в паспорте поверяемого анализатора;
- соответствие погрешности измерений массовой концентрации нефтепродуктов в каждой i-ой смеси значению, указанному в таблице 1 настоящей методики поверки.

Результаты поверки признают положительными, а анализатор – пригодным к применению в случае положительных результатов по всем п.п. настоящей методики поверки.

11 Оформление результатов поверки

11.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки в произвольной форме.

11.2 Анализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению и оформляют результаты поверки в соответствии с действующим законодательством.

При отрицательных результатах анализаторы не допускают к применению, вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца анализатора выдают извещение о непригодности установленной формы, с указанием причин непригодности.

Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (при его оформлении) или в паспорт анализатора.

Приготовление контрольных смесей (КС)

1. Заполняют пластиковые контейнеры дистиллированной водой и с помощью весов доводят массу дистиллированной воды до $(20,000 \pm 0,001)$ кг. Точную массу воды (m_k), внесенной в бачок, определяют по разности масс полных и пустых пластиковых контейнеров. Объем воды, залитой в бачок, определяют по формуле: $V_k = [m_k / \rho_{H_2O}]$, где ρ_{H_2O} - плотность дистиллированной воды при температуре $(20,0 \pm 2,0)^\circ C$; $\rho_{H_2O} = 0,998$ кг/дм³. Допустимо дозировать дистиллированную воду с применением мерника вместимостью 10,0 или 20,0 дм³ с относительной погрешностью не более 0,2 %. Переносят дистиллированную воду в чистый сухой бачок вместимостью 30 дм³ из градуировочного комплекта анализатора АСТЕК-4021-ГК;

2. Содержимое всех (требуемое количество ампул СО определяется верхней границей диапазона измерений конкретного анализатора) ампул ГСО 7248-96 переносят в стеклянный контейнер, из которого в дальнейшем отбирают пипеткой аликвоты для приготовления контрольных смесей КС;

3. Контрольные смеси готовятся с использованием градуировочного комплекта АСТЕК-4021-ГК по процедуре, описанной в Приложении 2 к РЭ;

4. Массовая концентрация нефтепродуктов (углеводородов) в k -ой КС ($KC-k$) определяется по формуле $C_{KC-k} = \frac{C_{att} \times v_k}{V_k}$ мг/дм³, где C_{att} - аттестованное значение массовой концентрации нефтепродуктов в ГСО 7248-96, мг/см³, v_k - объем аликвоты ГСО 7248-96, см³; V_k - объем воды, залитой в бачок, дм³;

5. В таблице 1 указаны аликвоты ГСО 7248-96 для получения контрольных смесей КС с заданной массовой концентрацией.

Таблица 1 - Состав контрольных смесей

№ п/п	Объем ГСО 7248-96, взятый на разбавление в бачок, v_k , см ³	Значение массовой концентрации нефтепродуктов (углеводородов) в КС, мг/дм ³	Расширенная относительная неопределенность U_k приготовления КС при $P = 0,95$ и $k=2$, %
1	40,0	100,0	2,0
2	20,0	50,0	
3	4,0	10,0	
4	2,0	5,0	
5	1,0	2,5	

Стандартная относительная неопределенность приготовления КС- k рассчитывается как алгебраическая сумма вкладов неопределенности аттестации СО, и неопределенностей, вносимых дозированием СО и дистиллированной воды:

$$u_1 = \sqrt{u_{CO}^2 + u_{пипетки}^2 + \beta \times u_{взвешивания}^2} = 0,9 \% \approx 1 \% ,$$

где u_{CO} ; $u_{\text{пипетки}}$ и $u_{\text{взвешивания}}$ - относительные стандартные неопределенности аттестованного значения показателя в ГСО, пипетки и весов; $\beta = 1$.

Если для приготовления КС дважды используется мерник вместимостью 10 дм^3 , то вместо $u_{\text{взвешивания}}$ подставляют $u_{\text{мерника}}$; $\beta = 2$.

Для всех значений $u_i = \frac{\delta_i}{\sqrt{3}}$, где δ_i – предел относительной погрешности ГСО, пипетки или колбы (распределение равномерное).

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализатор АСТЕК 4021 _____, зав. № _____
Документ на поверку: МП 242-2562-2023 «ГСИ. Анализаторы АСТЕК 4021. Методика поверки»

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

температура, °C _____,
относительная влажность окружающего воздуха _____ %.

Результаты внешнего осмотра

Результаты опробования

Результаты проверки ПО

Определение метрологических характеристик

Результаты поверки анализатора в диапазоне мг/кг (млн⁻¹) или мг/дм³

№	Значение показателя в КС	Полученное значение	Приведенная погрешность измерений, %
1			
2			
3			

Результат проведения поверки:

Поверитель:
