

**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  
Заместитель генерального директора  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»  
\_\_\_\_\_ Е.П. Иризов  
доверенность № 54/2021  
от 24.12.2021



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 твердых 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, утвержденной 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 <sup>1) 2)</sup> , %	±10
<sup>1)</sup> Определены с применением стандартного образца состава раствора нефтепродуктов (углеводородов) в четыреххлористом углероде ГСО 7284-96;	
<sup>2)</sup> 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 °С до +25 °С, относительной влажности от 10 % до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности по каналам: относительной влажности не более $\pm 3$ %, температуры не более $\pm 1,0$ °С	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 <sup>3</sup> ; границы допускаемых значений абсолютной погрешности при $P = 0,95 \pm 0,2$ мг/см <sup>3</sup>	ГСО 7248-96
	Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018	
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 <sup>3</sup> по ГОСТ 29227-91	
	Пипетки с одной меткой вместимостью 20 см <sup>3</sup> , 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 $\pm 1,5e$ (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 настольные DB-150H (рег. № 59810-15 в ФИФ ОЕИ)
* Для измерений объема добавленной в анализатор воды допускается использование мерников вместимостью 10 или 20 дм <sup>3</sup> 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, реактивов, контрольных растворов и вспомогательного оборудования, обеспечивающих соотношение погрешности средств поверки (СО, реактивы, контрольные растворы) и поверяемого анализатора не более 1/2.

5.3 Все средства измерений, должны быть поверены<sup>1</sup>; стандартные образцы – иметь действующие паспорта.

<sup>1</sup> 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  $0,05 \text{ мг/дм}^3$  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  $0,05 \text{ мг/дм}^3$  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  $0,05 \text{ мг/дм}^3$  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  $0,20 \text{ мг/дм}^3$  (для анализаторов с верхней границей диапазона измерений до  $10 \text{ мг/дм}^3$ ) и  $0,50 \text{ мг/дм}^3$  (для анализаторов с верхней границей диапазона измерений св.  $10 \text{ мг/дм}^3$ ).



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 ожидают стабилизации показаний анализатора (не менее 30 минут). Фиксируют результаты измерений. Процедуру повторяют для следующих КС с более высоким содержанием нефтепродуктов.

10.3 По окончании 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/дм<sup>3</sup>). Запускают циркуляцию, направляют пробу на вход системы испарения и ожидают 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/дм<sup>3</sup> показания после промывки не должны превышать 0,5 мг/дм<sup>3</sup>

10.4 Расчёт приведённой приведенной погрешности анализатора

Рассчитывают значение приведенной ( $\delta_{ik}$ ) 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  $\rho_{H_2O}$  - плотность дистиллированной воды при температуре  $(20,0 \pm 2,0)$  °С;  $\rho_{H_2O} = 0,998$  кг/дм<sup>3</sup>. Допустимо дозировать дистиллированную воду с применением мерника вместимостью 10,0 или 20,0 дм<sup>3</sup> с относительной погрешностью не более 0,2 %. Переносят дистиллированную воду в чистый сухой бачок вместимостью 30 дм<sup>3</sup> 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 (КС- $k$ ) определяется по формуле  $C_{КС-k} = \frac{C_{атт} \times v_k}{V_k}$  мг/дм<sup>3</sup>, где  $C_{атт}$  - аттестованное значение массовой концентрации нефтепродуктов в ГСО 7248-96, мг/см<sup>3</sup>,  $v_k$  - объем аликвоты ГСО 7248-96, см<sup>3</sup>;  $V_k$  - объем воды, залитой в бачок, дм<sup>3</sup>;

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 <sup>3</sup>	Значение массовой концентрации нефтепродуктов (углеводородов) в КС, мг/дм <sup>3</sup>	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:

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



где  $u_{\text{ГСО}}$ ;  $u_{\text{пипетки}}$  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<sup>3</sup>, то вместо  $u_{\text{взвешивания}}$  подставляют  $u_{\text{мерника}}$ ;  $\beta = 2$ .

Для всех значений  $u_i = \frac{\delta_i}{\sqrt{3}}$ , где  $\delta_i$  – 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<sup>-1</sup>) или мг/дм<sup>3</sup>

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

Результат проведения поверки:

\_\_\_\_\_

Поверитель:

\_\_\_\_\_