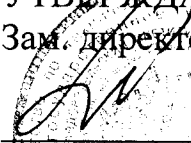


**Федеральное государственное унитарное предприятие
«УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИИ»
(ФГУП «УНИИМ»)**

УТВЕРЖДАЮ
Зам. директора ФГУП «УНИИМ»


В.В.Казанцев

"08" марта 2010 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА
ИЗМЕРЕНИЙ**

АНАЛИЗАТОРЫ ТОПЛИВ АВТОМАТИЧЕСКИЕ EraSpec

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 92-224-2010

н.р.46717-11

Екатеринбург
2010

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский НИИ метрологии»

ИСПОЛНИТЕЛИ Ю.А.Казанцев; П.В.Мигаль

УТВЕРЖДЕНА ФГУП «УНИИМ» 09 марта 2011 г.

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы топлив автоматические типа "EraSpec" (модификации: EraSpec G, EraSpec D, EraSpec GD) (далее - анализаторы) производства фирмы «Eralytics GmbH» (Австрия) и устанавливает методику первичной и периодической поверки.

Интервал между поверками - 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки анализаторов выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 Операции поверки

Наименование операций	Номер пункта рекомендации	Обязательность проведения	
		при первичной поверке	при периодической поверке
Внешний осмотр	5.1	да	да
Опробование	5.2	да	да
Определение относительного СКО случайной составляющей погрешности.	5.3	да	да
Определение относительной погрешности результатов измерений.	5.4	да	да

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- пипетки по ГОСТ 29227 (1-2-1-0,5; 1-2-1-10; 1-2-1-25);
- цилиндр мерный с пришлифованной пробкой по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см³;
- бензол квалификации ХЧ по ГОСТ 9572-93 с массовой долей основного вещества не менее 99,9 %;
- метилтретбутиловый эфир (МТБЭ) марки А по ТУ 38.103704-90 с массовой долей основного вещества не менее 98,0 %;
- о-ксилол квалификации ХЧ по ТУ 2631-088-44493179-03 с массовой долей основного вещества не менее 99,5 %;
- гептан квалификации ХЧ по ТУ 2631-023-44493179-98 с массовой долей основного вещества не менее 99,0 %.

2.2 Допускается применение других средств поверки, удовлетворяющих по точности требованиям настоящей методики.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 При проведении поверки соблюдают: требования ГОСТ 12.3.019, "Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей" (утверждены приказом Минэнерго РФ от 13.01.2003 №6), требования безопасности при работе с легковоспламеняющимися и токсичными жидкостями в соответствии с ГОСТ 12.1.044-89.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

4.1 На периодическую поверку анализатор предъявляют со свидетельством о предыдущей поверке.

4.2 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха: $(15 - 40)^{\circ}\text{C}$;
- относительная влажность: не более 80 %;
- напряжение питающей сети переменного тока: $(198 - 242)\text{ В}$;
- частота переменного тока питающей сети: $(47 - 63)\text{ Гц}$.

4.3 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

- анализаторы готовят к работе в соответствии с руководством по эксплуатации;
- проводят градуировку анализатора (при необходимости).

5 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ И ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

5.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности анализатора (без запасных частей), указанной в руководстве по эксплуатации;
- чистоту и отсутствие следов коррозии;
- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора;
- наличие на анализаторе обозначения, заводского номера, товарного знака фирмы-изготовителя, обозначений переключателей, гнезд, зажимов.

5.2 Опробование

5.2.1 Проверяют исправность и работоспособность анализатора.

5.2.3 Проверяют техническое состояние по параметрам, предусмотренным руководством по эксплуатации.

5.3 Определение относительного СКО случайной составляющей погрешности.

5.3.1 При определении СКО используют средства поверки по п. 2.1.

5.3.2 Выполняют не менее шести измерений объемной доли определяемого компонента каждой аттестованной смеси.

5.3.3 Вычисляют среднее арифметическое значение ($\bar{X}$) и относительное СКО (S_0) и по формулам:

$$\bar{X} = \frac{\sum X_i}{n}, \quad (1)$$

$$S_0 = \frac{1}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum (\bar{X} - X_i)^2}{n-1}} * 100 \%, \quad (2)$$

где X_i – результат i -го измерения объемной доли определяемого компонента, %;

n – количество измерений.

5.3.4 Выполняют операции по пунктам 5.3.2 - 5.3.3:

- на EraSpec G проводят измерения объемной доли бензола и МТБЭ в аттестованных смесях (АС) приготовленных в соответствии с прил. А;

- на EraSpec D - АС о-ксилола;

- на EraSpec GD - АС бензола, МТБЭ и о-ксилола.

5.3.5 Относительное СКО не должно превышать значения 3,0 %.

5.4 Определение относительной погрешности результатов измерений.

5.4.1 При определении относительной погрешности используют результаты измерений, полученные при определении СКО по 5.3.

5.4.2 Вычисляют относительную погрешность измерений (δ_0) по формуле:

$$\delta_0 = \frac{|\bar{O}_i - \tilde{N}_i|}{\tilde{N}_i} * 100 \%, \quad (3)$$

где $\tilde{N}_i$ – аттестованное значение определяемого компонента, %.

5.4.3 Относительная погрешность не должна превышать значения 10 %.

Если условия по 5.3.5 и 5.4.3 не выполняются, то готовят новые АС и проводят повторные измерения. Полученные результаты являются окончательными для принятия решения о результатах поверки.

6 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

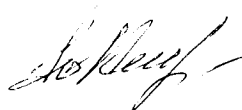
6.1 Результаты поверки заносят в протокол произвольной формы, который хранят в организации, проводившей поверку.

6.2 При положительных результатах анализатор признают пригодным к применению и на него выдают свидетельство о поверке установленной формы согласно ПР 50.2.006.

6.3 При отрицательных результатах поверки аннулируют свидетельство, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с ПР 50.2.006. Анализатор к применению не допускают.

Разработчики:

Старший инженер
ФГУП «УНИИМ»



Ю.А.Казанцев

Инженер 2 категории
ФГУП «УНИИМ»



П.В.Мигаль

МЕТОДИКА
приготовления аттестованных смесей (АС)
метилтретбутилового эфира (МТБЭ), бензола и о-ксилола в гептане

А.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления смесей, аттестованных на содержание МТБЭ, бензола и о-ксилола в гептане, предназначенных для контроля метрологических характеристик анализаторов топлив автоматических «EraSpec» при проведении первичной и периодических проверок.

Примечание: вместо АС о-ксилола по настоящей методике можно приготовить смесь, аттестованную на содержание другого ароматического углеводорода (кроме бензола), заменив аттестуемый компонент на другой.

А.2 Метрологические характеристики

Относительные погрешности аттестованных значений объемных долей МТБЭ, бензола и о-ксилола не должны превышать 3,3 %.

Таблица А.1 Метрологические характеристики АС

Аттестуемые характеристики	Обозначение	Аттестованное значение, %	Абсолютная погрешность АС, см ³	Относительная погрешность АС, %
Объемная доля бензола	АСБ 1	0,2	0,01	3,2
	АСБ 2	10	0,09	0,9
	АСБ 3	20	0,20	1,0
Объемная доля МТБЭ	АСМ 1	0,5	0,01	1,5
	АСМ 2	12,0	0,11	0,9
	АСМ 3	20	0,20	1,0
Объемная доля о-ксилола	АСК 1	0,5	0,01	1,9
	АСК 2	30,0	0,30	1,0
	АСК 3	60	0,96	1,6

А.3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы:

- пипетки по ГОСТ 29227 (1-2-1-0,5; 1-2-1-10; 1-2-1-25);
- цилиндр мерный с пришлифованной пробкой по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см³;
- бензол квалификации ХЧ по ГОСТ 9572-93 с массовой долей основного вещества не менее 99,9 %;
- метилтретбутиловый эфир (МТБЭ) марки А по ТУ38.103704-90 с массовой долей основного вещества не менее 98,0 %;
- о-ксилол квалификации ХЧ по ТУ 2631-088-44493179-03 с массовой долей основного вещества не менее 99,5 %;
- гептан квалификации ХЧ по ТУ 2631-023-44493179-98 (допускается использование толуола хч) с массовой долей основного вещества не менее 99,0 % (используется в качестве растворителя).

Допускается применение другого оборудования и реактивов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

А.4 Процедура приготовления

Для приготовления АС в мерный цилиндр наливают рассчитанное количество гептана (см. табл. А.2 – А.4) и закрывают его пробкой. Затем пипеткой отбирают рассчитанное количество второго компонента (бензола, МТБЭ или о-ксилола), приливают в тот же цилиндр и перемешивают.

А.4.1 АСБ № 1, 2, 3 готовят смешиванием бензола и гептана. Для приготовления АСБ 1 используют пипетку вместимостью 0,5 см³ (1-2-1-0,5), для АСБ 2 – 10 см³ (1-2-1-10), для АСБ 3 – 25 см³ (1-2-1-25).

Таблица А.2 Примерные расчетные значения объемов бензола и гептана в АСБ

АС	Объемная доля бензола, %	Объем бензола, см ³	Объем гептана, см ³
АСБ 1	0,2	0,16	79,84
АСБ 2	10	8,0	72,0
АСБ 3	20	16,02	63,98

А.4.2 АСМ № 1, 2, 3 готовят смешиванием МТБЭ и гептана. Для приготовления АСМ 1 используют пипетку вместимостью 0,5 см³ (1-2-1-0,5), для АСМ 2 – 10 см³ (1-2-1-10), для АСМ 3 – 25 см³ (1-2-1-25).

Таблица А.3 Примерные расчетные значения объемов МТБЭ и гептана в АСМ

АС	Объемная доля МТБЭ, %	Объем МТБЭ, см ³	Объем гептана, см ³
АСМ 1	0,5	0,41	79,59
АСМ 2	12	9,80	70,20
АСМ 3	20	16,33	63,67

А.4.3 АСК № 1, 2, 3 готовят смешиванием ксилола и гептана. Для приготовления АСК 1 используют пипетку вместимостью 0,5 см³ (1-2-1-0,5), для АСК 2 – 25 см³ (1-2-1-25), для АСК 3 – 25 см³ (1-2-1-25).

Таблица А.4 Примерные расчетные значения объемов о-ксилола и гептана в АСК

АС	Объемная доля о-ксилола, %	Объем о-ксилола, см ³	Объем гептана, см ³
АСК 1	0,5	0,40	79,60
АСК 2	30	24,12	55,88
АСК 3	60	48,24	31,76

А.5 Расчёт метрологических характеристик

А.5.1 Расчет аттестованного значения

Аттестованное значение объемной доли бензола, МТБЭ или ксилола (X_i) рассчитывают по формуле:

$$X_i = \frac{V_i \cdot \mu_i}{V_i + V_r}, \quad (\text{А.1})$$

где μ_i — объемная доля основного вещества в бензоле (МТБЭ, о-ксилоле), %;

V_i — объем бензола (МТБЭ, о-ксилола) в смеси, см³;

V_r — объем гептана, см³.

А.5.2 Расчет погрешности аттестованного значения

Погрешность аттестованного значения объемной доли МТБЭ, бензола или о-ксилола в гептане (табл. А.1) рассчитывают по формуле:

$$\Delta X_i = \sqrt{\left(\frac{\mu_i \cdot V_r}{(V_r + V_i)^2} * \Delta V_i\right)^2 + \left(\frac{V_i}{V_r + V_i} \Delta \mu_i\right)^2 + \left(\frac{V_i * \mu_i}{(V_r + V_i)^2} * \Delta V_r\right)^2} \quad (\text{А.2})$$

где $\Delta \mu_i$ - погрешность установления содержания основного вещества в бензоле (МТБЭ, о-ксилоле), %;

ΔV - погрешность мерной посуды, см³;

V_i - объем основного вещества, см³;

V_r - объем растворителя, см³.

А.6 Требования безопасности

Операторы должны быть проинструктированы о мерах предосторожности при работе с МТБЭ, бензолом, о-ксилолом и гептаном и соблюдать требования охраны труда при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.4.019. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004.

А.7 Требования к квалификации оператора

Аттестованные смеси должен готовить инженер или лаборант со средним специальным образованием, имеющим навыки работы в аналитической лаборатории.

А.8 Требования к маркировке

На склянку с аттестованной смесью должна быть наклеена этикетка с указанием объемной доли соответствующего компонента в смеси, погрешности ее установления, времени приготовления.

А.9 Условия хранения

Аттестованные смеси хранят в стеклянной посуде с притертой пробкой в холодильнике при температуре не выше 15 °С не более 24 часов с момента приготовления.