

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

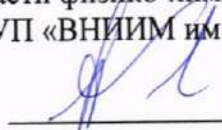
Итого Директора
18205 Е.П. 2024 г.
Е.П. № 4/2025
от 30 декабря 2024


Государственная система обеспечения единства измерений

Анализатор MATRIX-F II

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 242-2601-2024

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


А.В. Колобова


Ст. научный сотрудник
А.Б. Копыльцова

Санкт-Петербург
2024 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на анализатор MATRIX-F II (далее - анализатор), производства Bruker Optics GmbH & Co. KG, Германия, и устанавливает методы первичной поверки до ввода в эксплуатацию, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Настоящая методика поверки обеспечивает прослеживаемость к Государственному первичному эталону (ГПЭ) 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 ГЭТ 208-2024 в соответствии с Государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 10.06.2021 № 988.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки:

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

Примечания:

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

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – 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 СИ	да	да	7
Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.1
Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.2
Проверка программного обеспечения СИ	да	да	9

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия анализатора метрологическим требованиям	да	да	10

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

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К работе с анализатором и 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. Для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие операторов, обслуживающих анализатор (под контролем поверителя).

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
8 Подготовка к поверке и опробование 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 $\pm 1,0$ °C	Прибор комбинированный Testo 622 (рег. № 53505-13 в ФИФ ОЕИ)
10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям	Стандартный образец состава и свойств бензина автомобильного с диапазоном аттестованных значений октанового числа по исследовательскому методу от 70 до 120; максимальным допускаемым значением абсолютной расширенной неопределенности (абсолютной погрешности) аттестованного значения октанового числа по исследовательскому методу 0,3	ГСО 9495-2009

Номер пункта методики поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Стандартный образец состава бензола с диапазоном аттестованных значений массовой доли бензола от 99,90 % до 99,98 % включ. и допускаемым значением расширенной неопределенности аттестованного значения $0,8 \cdot (100-w) \%$ при $k=2$, $P=0,95$	ГСО 11988-2022
Вспомогательное оборудование и средства		
10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям	Пипетки по ГОСТ 29227-91, 2 кл. точности, вместимостью 1,0; 5,0; 10,0 см ³	
	Изооктан эталонный по ГОСТ 12433-83	
	Колбы мерные с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74 2-го класса точности вместимостью 100 см ³	

5.2 Допускается применение не перечисленных в таблице 2:

- средств измерений с метрологическими характеристиками, обеспечивающими необходимую точность;

- стандартных образцов, реактивов, контрольных смесей на основе СО 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 поверены¹⁾; стандартные образцы – иметь действующие паспорта.

6 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

6.2 Концентрации вредных компонентов в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

6.3 Должны выполняться требования охраны труда для защиты персонала от поражения электрическим током согласно классу I ГОСТ 12.2.007.0-75.

6.4 Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в эксплуатационной документации (ЭД) на анализатор.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие анализатора следующим требованиям:

- соответствие комплектности (при первичной поверке) и маркировки требованиям эксплуатационной документации;

- отсутствие механических повреждений, влияющих на работоспособность;

- исправность органов управления;

- отсутствие сообщений об ошибках.

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

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

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Контроль условий поверки

8.1.1 Перед проведением поверки необходимо выполнить следующие подготовительные работы:

- 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 анализатор к работе в соответствии с РЭ;
- подготовить СО и контрольные смеси (далее – КС) в соответствии с Приложением 1;
- подготовить анализатор к работе в соответствии с ЭД;
- при проведении поверки на месте эксплуатации анализатора процедура поверки проводится в режиме отключения анализатора от технологического потока;
- очистить датчик анализатора от загрязнений в соответствии с ЭД;
- допускается проведение поверки в условиях лаборатории, при условии отсоединения анализатора от линий технологических потоков, транспортировки в лабораторное помещение, очистки от остатков пробы или загрязнений, промывки изоктаном и осушки струей воздуха;
- выдержать анализатор при температуре поверки не менее 2 ч.

8.1.2 КС готовят на основе ГСО 11988-2022 согласно рекомендациям Приложения 1 (обязательное).

8.2 Опробование

8.2.1 При опробовании проверяют работоспособность анализатора.

Проверка работоспособности анализатора производится автоматически при включении согласно РЭ.

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

- анализатор успешно завершает самотестирование;
- в соответствии с РЭ на мониторе ПК выводятся сообщения о готовности;
- отсутствуют сообщения об ошибках и неисправностях.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

- проводят визуальную оценку идентификационных данных ПО анализатора (номер версии автономного ПО «OPUS»). Номер версии автономного ПО «OPUS» анализатора выводится на экран по запросу пользователя, для этого необходимо зайти в меню «Справка» и выбрать пункт «О программе»;

- сравнивают полученные данные с идентификационными данными, установленными при проведении испытаний в целях утверждения типа (см. Описание типа анализаторов) и представленными в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные ПО	Значение	
	firmware	OPUS
Идентификационное наименование		
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.400 005	8.X *
Контрольная сумма	-	-

* Номер версии записывается в виде 8.X, где «8» является метрологически значимым, а «X» (число от 0 до 99) описывает модификации, которые не влияют на МХ СИ (интерфейс, устранение незначительных программных ошибок и т.п.).

9.2 Результат подтверждения соответствия ПО анализатора считают положительным, если идентификационные данные (номер версии ПО) соответствуют указанным в таблице 3.

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

10.1 Определение абсолютной погрешности измерений октанового числа исследовательским методом в СО

Определение абсолютной погрешности измерений октанового числа (ОЧ) исследовательским методом проводится по СО бензина автомобильного. Для проведения поверки должно быть использовано не менее двух СО с разными аттестованными значениями ОЧ. Заполняют ячейку анализатора пробой СО и проводят по два измерения для одной пробы СО в соответствии с РЭ, результат округляют до одного знака после запятой.

Рассчитывают значение абсолютной (Δ) погрешности для каждого единичного измерения октанового числа исследовательским методом по формуле

$$\Delta = C_i - C_{amm}, \quad (1)$$

где C_i - i -й результат измерения;

C_{amm} - действительное значение, указанное в паспорте СО.

10.2 Определение относительной погрешности измерений объемной доли бензола

Определение относительной погрешности измерений объемной доли бензола выполняется с использованием КС на основе ГСО 11988-2022, приготовленных в соответствии с рекомендациями Приложения 1, или СО бензина автомобильного. Заполняют ячейку анализатора пробой и проводят по два измерения для одной пробы в соответствии с РЭ.

Рассчитывают значение относительной (δ) погрешности для каждого единичного измерения объемной доли бензола в k -ой КС по формуле

$$\delta = \frac{C_{ik} - C_{amm}}{C_{amm}} \times 100, \quad (2)$$

где C_{ik} - i -ый результат измерения объемной доли бензола в k -ой КС, %;

C_{amm} - расчетное значение объемной доли бензола в k -ой КС, %.

10.3 Результат определения метрологических характеристик анализатора считается положительным, если значения, полученные по п. 10, соответствуют таблице 4.

Таблица 4 – Метрологические требования анализатора

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений октанового числа по исследовательскому методу	$\pm 1,5$
Пределы допускаемой относительной погрешности анализатора при измерении объемной доли бензола, %	± 10

11 Оформление результатов поверки

11.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в Приложении 2.

11.2 Анализатор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признают годным к применению, вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по

обеспечению единства измерений, по требованию владельца анализатора или лица, представившего СИ на поверку, выдают свидетельство о поверке установленной формы.

При отрицательных результатах анализатор не допускают к применению, вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца анализатора или лица, представившего СИ на поверку, 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)

Приготовление контрольных смесей бензола в изооктане

Для приготовления контрольных смесей (КС) бензола используют следующее оборудование, посуду и материалы:

- ГСО 11988-2022, стандартный образец состава бензола;
- Изооктан эталонный по ГОСТ 12433-83;
- Пипетки по ГОСТ 29227 2 кл. точности вместимостью 1,0; 5,0; 10,0 см³, исполнение 1;
- Колбы мерные с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74 2-го класса точности вместимостью 100 см³.

Готовят основной раствор ГСО 11988-2022 в изооктане. Для этого в мерную колбу вместимостью 100 см³ пипеткой номинальной вместимости 10 см³ дозируют 10 см³ ГСО 11988-2022 и доливают до метки колбы изооктаном эталонным по ГОСТ 12433-83. Объёмная доля бензола в получившемся растворе составляет 10 % с относительной расширенной неопределённостью ($k=2$) 1,2 %

Для приготовления k -ой КС в колбы мерные вместимостью 100 см³ пипетками номинальной вместимости 1, 5 и 10 см³ дозируют основной раствор в соответствии с таблицей 1 и доводят до метки изооктаном эталонным по ГОСТ 12433-83.

Таблица 1

№ КС	Объём основного раствора, см ³	Расчетное значение объёмной доли бензола, %	Расширенная относительная неопределенность U_k приготовления k -ой контрольной смеси при $P = 0,95$ и $k=2$, %
1	10	1,0	1,6
2	5	0,5	1,6
3	1	0,1	1,6

Стандартная относительная неопределенность приготовления k -ой контрольной смеси рассчитывается по формуле

$$u_k = \sqrt{u_p^2 + u_{\text{колб}}^2 + u_{\text{СО}}^2}, \%$$

где u_p ; $u_{\text{колб}}$ и $u_{\text{СО}}$ – относительные стандартные неопределенности аттестованного значения показателя в СО, пипетки и мерной колбы

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

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № _____

Анализатор MATRIX-F II, заводской № _____

Документ на поверку: МП 242-2601-2024 «ГСИ. Анализатор MATRIX-F II. Методика поверки»

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

температура _____ °С,

относительная влажность окружающего воздуха _____ %.

Результаты внешнего осмотра

Результаты опробования

Результаты проверки ПО

Определение метрологических характеристик

Таблица 1 - Результаты определения абсолютной погрешности измерения октанового числа исследовательским методом

№ СО	Аттестованное значение октанового числа в СО	Результат измерений	Абсолютная погрешность измерений Δ	Соответствие требованиям Да (+), Нет (-)
1	ОЧи			
2	ОЧи			

Таблица 2 - Результаты определения относительной погрешности измерений объемной доли бензола в контрольных смесях/СО

№ КС	Расчётное значение объемной доли бензола в контрольной смеси, %	Результат измерений, %	Относительная погрешность δ , %	Соответствие требованиям Да (+), Нет (-)
1				
2				

Результат проведения поверки:

Поверитель:
