

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им.Д.И.Менделеева»
Уральский научно-исследовательский институт метрологии –
филиал Федерального государственного унитарного предприятия
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им.Д.И.Менделеева»
УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»)

СОГЛАСОВАНО

Директор УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

Е.П. Соби́на



07" 04 2025 г.

«ГСИ. Анализаторы Xplorer-X. Методика поверки»

МП 20-251-2025

Екатеринбург

2025

ПРЕДИСЛОВИЕ

1. РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)
2. ИСПОЛНИТЕЛЬ зам. зав. лаб. 251, Вострокнутова Е.В.
3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2025 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения	4
2	Нормативные ссылки.....	4
3	Перечень операций поверки	4
4	Требования к условиям проведения поверки	5
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку.....	5
6	Метрологические и технические требования к средствам поверки	5
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	6
8	Внешний осмотр средства измерений	6
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений.....	7
10	Проверка программного обеспечения средства измерений.....	7
11	Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям.....	7
12	Оформление результатов поверки	8

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы Xplorer-X сер.№ 21183.0001, сер.№ 21183.0002, сер.№ 21183.0003, сер.№ 21183.0004, сер.№ 21183.0005 (далее – анализаторы), изготовленные фирмой «Trace Elemental Instruments», Нидерланды, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализаторов к ГЭТ 208-2024 «Государственному первичному эталону 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» в соответствии с приказом Росстандарта от 10.06.2021 № 988 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания органических и элементоорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах».

1.3 В настоящей методике реализована поверка методом косвенных измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Предел обнаружения хлора, млн^{-1} , не более	0,07
Чувствительность, у.е./мкг, не менее	2000
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала, %	2,0

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;

- Приказ Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

3 Перечень операций поверки

3.1 Для поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций поверки при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям			11
Определение относительного среднего квадратического отклонения (далее – СКО) выходного сигнала и чувствительности	да	да	11.1
Определение предела обнаружения	да	да	11.2

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, поверка прекращается, анализатор бракуется.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +18 до +30
- относительная влажность, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие обучение и аттестованные в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и руководством пользователя (далее – РП) на анализатор.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование, указанное в таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Средство измерений температуры и относительной влажности: диапазон измерений температуры от +18 °С до +30 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,7$ °С, диапазон измерений относительной влажности до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности $\pm 2,5$ %.	Термогигрометр электронный «CENTER» 313, рег. № 22129-09

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 11 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Стандартный образец массовой доли хлорорганических соединений в нефти (имитатор) (СО ХН-ПА), интервал аттестованных значений массовой доли хлорорганических соединений от 0,2 до 200 млн ⁻¹ , границы относительной погрешности аттестованного значения ±1,0% (при P=0,95)	ГСО 10741-2016
	шприц с диапазоном объема дозирования от 10 до 50 мм ³ или от 20 до 100 мм ³ , пределы допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности не более ± 1 %	Шприц Hamilton серии 1700 per. № 63779-16
	изооктан химически чистый марки А по ТУ 2631-082-44493179-02	

Примечание – Допускается использовать при поверке другие типы стандартных образцов и средств измерений утвержденного типа, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.

6.2 Стандартные образцы, применяемые для поверки, должны быть утвержденного типа и иметь действующий паспорт, средства измерений должны быть утвержденного типа и поверены.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в описании типа;
- наличие обозначений и четкость маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре анализатора выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, поверка прекращается, анализатор бракуется.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.2 Подготавливают анализатор в соответствии с РП.

9.3 Средства измерений, используемые при поверке, подготавливают согласно их эксплуатационной документации, стандартные образцы – согласно их паспорту.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) анализатора. Идентификацию наименования и номера версии ПО проводят следующим образом: запускают ПО анализатора, в открывающемся окне отображается наименование и номер версии ПО.

Идентификационное наименование и номер версии ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	TEIS
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	2.х.х.у ¹⁾
Цифровой идентификатор ПО	—

¹⁾ «х», «у» не относятся к метрологически значимой части ПО, «х» может принимать значения от 0 до 99, «у» может принимать любые численные значения.

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

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала и чувствительности

11.1.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала и чувствительности проводят при помощи стандартного образца ГСО 10741-2016.

11.1.2 Отбирают в шприц и вводят образец ГСО 10741-2016, объем вводимого образца должен быть в диапазоне от 30 до 90 мм³, после чего выполняют измерение и фиксируют значение выходного сигнала (в условных единицах площади под графиком сигнала, эквивалентной единице величины мкА·с) в соответствии с эксплуатационной документацией на анализатор не менее 5 раз. Для ввода образца используют шприцы вместимостью 50 или 100 мм³, количество введенного образца определяют по разнице объемов образца в шприце до ввода и остатком после ввода. Для расчетов здесь и далее используются значения площадей без коррекции на величину площади холостого образца.

11.1.3 Рассчитывают относительное СКО выходного сигнала, %, по формуле

$$S_{ri} = \frac{100}{\bar{Y}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (Y_i - \bar{Y})^2}{n-1}}, \quad (1)$$

где n – количество измерений выходного сигнала;

Y_i – i -ый результат измерений выходного сигнала хлора, у.е.;

$\bar{Y}$ – среднее арифметическое значение выходного сигнала, у.е., рассчитанное по формуле

$$\bar{Y} = \frac{\sum_{i=1}^n Y_i}{n}, \quad (2)$$

Чувствительность, у.е./мкг, рассчитывают по формуле

$$N = \frac{1000 \cdot \bar{Y}}{A \cdot V \cdot \rho}, \quad (3)$$

где A – аттестованное значение массовой доли хлорорганических соединений в ГСО 10741-2016, млн⁻¹;

V – объем вводимого образца, мм³;

ρ – плотность стандартного образца, указанная в паспорте¹, г/см³;

1000 – учитывает пересчет выходного сигнала в у.е.

Полученные значения относительного СКО выходного сигнала и чувствительности должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

11.2 Определение предела обнаружения

11.2.1 Для определения предела обнаружения проводят не менее 5 измерений выходного сигнала холостой пробы. В качестве холостой пробы используют изоктан. Объем вводимой холостой пробы должен быть в диапазоне от 30 до 90 мм³.

11.2.2 Предел обнаружения, млн⁻¹, рассчитывают по формуле

$$ПО = \frac{1000 \cdot 3 \cdot S_{\Phi}}{N \cdot V_{\Phi} \cdot \rho_{\Phi}}, \quad (4)$$

где S_{Φ} – СКО фонового сигнала, у.е., рассчитанное по формуле

$$S_{\Phi} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (Y_{\Phi i} - \bar{Y}_{\Phi})^2}{n-1}}, \quad (5)$$

где $Y_{\Phi i}$ – i -ый результат измерений фонового сигнала хлора в изоктане, у.е.;

$\bar{Y}_{\Phi}$ – среднее арифметическое значение фонового сигнала хлора в изоктане, у.е., рассчитанное по формуле

$$\bar{Y}_{\Phi} = \frac{\sum_{i=1}^n Y_{\Phi i}}{n}, \quad (6)$$

n – количество измерений фонового сигнала;

V_{Φ} – объем вводимого изооктана, мм³;

ρ_{Φ} – плотность изооктана, г/см³, равная 0,692 г/см³;

1000 – учитывает перевод единицы величины мм³ в см³.

11.2.3 Полученные значения предела обнаружения должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

В результате анализа характеристик, полученных в результате поверки, делается вывод о пригодности дальнейшего использования средства измерений. Критерием пригодности является соответствие значения относительного СКО выходного сигнала, чувствительности и предела обнаружения установленным нормам (таблица 1 настоящей методики поверки).

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

12.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению.

¹ Если плотность образца в паспорте ГСО не указана, используют значение 0,692 г/см³.

12.3 Нанесение знака поверки на анализаторы не предусмотрено. Пломбирование анализаторов не предусмотрено.

12.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признается непригодным к применению.

12.5 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещение о непригодности к применению средства измерений.

12.6 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком.

Разработчик:

**Зам. зав. лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»**



Е.В. Вострокнутова