

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

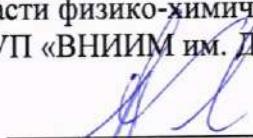


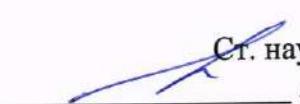
Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы моторных топлив MATRIX-F II

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 242-2614-2025

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
2025 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы моторных топлив MATRIX-F II (далее - анализаторы), производства Bruker Optics GmbH & Co. KG, Германия, и устанавливает методы первичной и периодической поверки.

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:

1) 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) Методикой поверки предусмотрена возможность проведения периодической поверки обоих анализаторов для меньшего числа оптоволоконных датчиков, для меньшего числа измеряемых величин (для анализатора зав. № 120186) в соответствии с заявкой владельца анализаторов или лица, представившего СИ на поверку, с обязательной передачей сведений об объеме проведенной поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

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

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Проверка программного обеспечения СИ	да	да	9
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 анализаторами 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 ±1,0 °C	Прибор комбинированный Testo 622 (рег. № 53505-13 в ФИФ ОЕИ)
10 Определение метрологических характеристик и подтверждение	Стандартный образец состава и свойств бензина автомобильного с диапазоном аттестованных значений октанового числа по исследовательскому методу от 90 до 102; максимальным допускаемым значением	ГСО 9495-2009

Номер пункта методики поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
соответствия СИ метрологическим требованиям	абсолютной расширенной неопределенности аттестованного значения октанового числа по исследовательскому методу 0,3 при $k=2$, $P=0,95$	
	Стандартный образец состава и свойств топлива дизельного с диапазоном аттестованных значений цетанового числа от 40 до 60; максимальным допускаемым значением абсолютной расширенной неопределенности аттестованного значения цетанового числа 1,0 при $k=2$, $P=0,95$	ГСО 9493-2009
	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		
Пипетки по ГОСТ 29227-91, 2 кл. точности, вместимостью 1,0; 5,0; 10,0 cm^3		
Изооктан эталонный по ГОСТ 12433-83		
Колбы мерные с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74 2-го класса точности вместимостью 100 cm^3		

5.2 Допускается применение не перечисленных в таблице 2:

- средств измерений с метрологическими характеристиками, обеспечивающими необходимую точность;
- стандартных образцов, реагентов, контрольных смесей на основе СО 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.

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 внешнего вида анализатора описанию типа;
- соответствие комплектности (при первичной поверке) и маркировки требованиям

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

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.

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 анализаторы к работе в соответствии с РЭ;
- подготовить СО и контрольные смеси (далее – КС) в соответствии с Приложением 1 (для поверки анализатора зав. № 120186);
- подготовить анализаторы к работе в соответствии с ЭД;
- при проведении поверки на месте эксплуатации анализаторов 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 анализаторов от линий технологических потоков, транспортировки в лабораторное помещение, очистки от остатков пробы или загрязнений, промывки изооктаном и осушки струей воздуха;
- выдержать анализаторы при температуре поверки не менее 2 ч.

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

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:

- анализаторы успешно завершают 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 анализаторов (номер версии автономного ПО «OPUS»). Номер версии автономного ПО «OPUS» 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	
Идентификационное наименование	firmware	OPUS
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 (для анализатора зав. № 120186)

Определение абсолютной погрешности измерений октанового числа (ОЧ) исследовательским методом проводится по СО бензина автомобильного для оптоволоконных датчиков, указанных в заявке на поверку. Для проведения поверки должно быть использовано не менее двух СО с разными аттестованными значениями ОЧ. Помещают датчик анализатора в сосуд с 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 абсолютной погрешности измерений цетанового числа в СО (для анализатора зав. № 120194)

Определение абсолютной погрешности измерений цетанового числа (ЦЧ) проводится по СО топлива дизельного для оптоволоконных датчиков, указанных в заявке на поверку. Для проведения поверки должно быть использовано не менее двух СО с разными аттестованными значениями ЦЧ. Помещают датчик анализатора в сосуд с 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 цетанового числа по формуле (1).

10.3 Определение относительной погрешности измерений объемной доли бензола (для анализатора зав. № 120186)

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 для оптоволоконных датчиков, указанных в заявке на поверку. Помещают датчик анализатора в сосуд с СО 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

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

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

10.4 Результаты определения метрологических характеристик анализаторов считаются положительными, если значения, полученные по п. 10, соответствуют таблице 4.

Таблица 4 – Метрологические требования анализаторов

Наименование характеристики	Значение	
	Зав. № 120186	Зав. № 120194
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений октанового числа по исследовательскому методу	±1,5	-
Пределы допускаемой относительной погрешности анализатора при измерении объемной доли бензола, %	±10	-
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений цетанового числа	-	±2,0

11 Оформление результатов поверки

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

11.2 Анализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными 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 анализаторы не допускают к применению, вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца анализаторов 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 неопределенностью (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 объемной доли бензола, %	Расширенная относительная неопределенность <i>U_k</i> приготовления <i>k</i> -ой контрольной смеси при <i>P</i> = 0,95 и <i>k</i> =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

$$u_k = \sqrt{u_{\pi}^2 + u_{\text{колб}}^2 + u_{\text{CO}}^2}, \%$$

где *u_π*; *u_{колб}* и *u_{CO}* – 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 № _____ от _____

Анализатор моторных топлив MATRIX-F II, заводской № _____

Документ на поверку: МП 242-2614-2025 «ГСИ. Анализаторы моторных топлив MATRIX-F II. 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

Таблица 1 - Результаты определения абсолютной погрешности измерений октанового числа исследовательским методом / цетанового числа

№ датчика	№	Наименование СО	Аттестованное значение СО	Результат измерений	Абсолютная погрешность измерений Δ	Соответствие требованиям Да (+), Нет (-)
1	1					
	2					

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

№ датчика	№	Наименование КС / СО	Расчётное значение объемной доли бензола в КС / СО, %	Результат измерений, %	Относительн ая погрешность δ , %	Соответствие требованиям Да (+), Нет (-)
1	1					
	2					

Результат проведения поверки:

Поверитель: