Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»
УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

СОГЛАСОВАНО
Директор УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

_____ Е.П. Собина

"10" 10 2025 г.

«ГСИ. Анализаторы Xplorer. Методика поверки»

МП 84-241-2025

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** и.о. зав. лабораторией 241 Голынец О.С.

3 **СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»** в октябре 2025 г.

СОДЕРЖАНИЕ

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

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на Анализаторы Xplorer (далее – анализаторы) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка анализаторов должна осуществляться в соответствии с требованиями настоящей методики поверки.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализаторов к:

- ГЭТ 176-2019 «Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии с Государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.02.2021 года № 148 с внесением изменений в приложение А к государственной поверочной схеме, утвержденных приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17.05.2021 года № 761;

- ГЭТ 208-2024 «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» в соответствии с Государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28.12.2024 года № 3158.

1.3 Передача единицы осуществляется методом прямых измерений суммарного содержания хлора, общей серы и общего азота в стандартных образцах утвержденного типа.

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 для модели			
	Xplorer-X	Xplorer-N	Xplorer-S	Xplorer-NS
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала, %:				
- хлор	2	–	–	–
- сера	–	–	1	1
- азот	–	1	–	1
Чувствительность, у.е./мкг, не менее:				
- хлор	$2 \cdot 10^3$	–	–	–
- сера	–	–	$1 \cdot 10^6$	$1 \cdot 10^6$
- азот	–	$1 \cdot 10^6$	–	$1 \cdot 10^6$
Предел обнаружения, мг/кг, не более:				
- хлор	0,07	–	–	–
- сера	–	–	0,05	0,05
- азот	–	0,03	–	0,03

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений»

Приказ Минтруда России от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

Приказ Росстандарта от 17.05.2021 г. № 761 «О внесении изменений в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148»

Приказ Росстандарта от 28.12.2024 г. № 3158 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	10
Определение метрологических характеристик: - определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала; - определение чувствительности; - определение предела обнаружения	 да да да	 да да да	 11.1 11.2 11.3
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

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

3.3 Проведение поверки в сокращенном объеме не допускается.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от +15 до +25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе с анализатором.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства 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	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п.4. Допускаемая абсолютная погрешность измерений температуры ± 2 °С, относительной влажности ± 5,0 %	Гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Интервал допускаемых значений массовой доли азота от 8 до 12 млн$^{-1}$, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ±3,0 % при Р=0,95	Стандартный образец массовой доли азота в нефтепродуктах (Имитатор) (СО МДАН-ПА) ГСО 10318-2013
	Интервал допускаемых значений массовой доли серы от 8 до 12 млн$^{-1}$, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ±2,0 % при Р=0,95	Стандартный образец массовой доли серы в нефтепродуктах (Имитатор) (СО ССН-ПА) ГСО 10202-2013
	Интервал допускаемых значений массовой доли хлорорганических соединений от 8 до 12 млн$^{-1}$, границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % при Р=0,95	Стандартный образец массовой доли хлорорганических соединений в нафте (Имитатор) (СО ХН-ПА) ГСО 10741-2016

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого анализатора с требуемой точностью.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России № 903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в руководстве пользователя (далее – РП);
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре анализатора выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Подготовка к проведению поверки

9.1.1 Провести контроль условий поверки с помощью гигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.1.2 Анализатор и управляющий компьютер с установленным программным обеспечением (далее – ПО) средства измерений подготовить к работе в соответствии с РП. При необходимости провести градуировку.

9.1.3 Подготовить стандартные образцы утвержденных типов (далее – ГСО), предусмотренные в качестве средств поверки, в соответствии с инструкциями по применению.

9.2 Опробование

9.2.1 Обеспечить подачу рабочих газов в соответствии с РП. Включить основной блок анализатора, компьютер с установленным ПО, запустить ПО. Выполнить проверку на герметичность в соответствии с РП.

9.2.2 Опробование происходит в автоматическом режиме после запуска ПО. Анализатор готов к работе после фазы прогрева, если в окне «Статус системы» индикаторы состояния отображаются зеленым цветом.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Для однозначной идентификации ПО достаточно определения только номера версии (идентификационного номера). Номер версии ПО выводится на экран компьютера при запуске ПО анализатора. Внешний вид окна ПО приведен на рисунке 1.

Рисунок 1 – Наименование и версия программного обеспечения

10.2 Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	TEIS
Номер версии (идентификационный номер) ПО	2.XX.XX[1)]
Цифровой идентификатор ПО	–
[1)] «XX.XX» относится к метрологически незначимой части ПО. Каждое значение «X» может принимать значения от 0 до 9 или полностью отсутствовать.	

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

11.1.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала анализатора провести путем измерений выходного сигнала (площади пика) для каждого из элементов с помощью ГСО, указанных в таблице 3, в зависимости от режима измерений анализатора. Для измерений площади пика хлора использовать ХН-ПА(10) ГСО 10741-2016 ХН-ПА(10). Для измерений площади пика азота использовать МДАН-ПА(10) ГСО 10318-2013. Для режима измерений площади пика серы использовать ССН-ПА(10) ГСО 10202-2013. Необходимо использовать ГСО с номинальным значением аттестованной характеристики в диапазоне от 8 до 12 мг/кг (млн$^{-1}$). Допускается использовать растворы, приготовленные путем разбавления аликвот соответствующих ГСО, холостой пробой или в чистых органических растворителях с

минимальным содержанием аналита (гексан, изооктан или др.). Массовую долю определяемого компонента в растворах ГСО ($X_{раствор_i}$, мг/кг (млн$^{-1}$)), определить по формуле

$$X_{раствор_i} = \frac{X_{ГСО_i} \cdot m_{ГСО}}{m_{раствор}} \quad (1)$$

где $X_{ГСО_i}$ – аттестованное значение в виде массовой доли для *i*-го элемента (приведено в паспорте ГСО), мг/кг (млн$^{-1}$);

$m_{ГСО}$ – масса аликвоты ГСО, г;

$m_{раствор}$ – масса раствора ГСО, г.

Примечание – Массу аликвоты ГСО и массу раствора ГСО рассчитать по формуле 6. При расчете использовать значение плотности растворителя, указанное в паспорте, или табличное значение при 20 °С.

11.1.2 Для измерений холостой пробы или чистого органического растворителя, используемого для разбавления аликвот соответствующих ГСО, использовать метод «Поверка холостой». Для измерений ГСО или растворов ГСО, приготовленных путем разбавления аликвот соответствующих ГСО, использовать метод «Поверка ГСО». При создании измерения прописывают следующие параметры:

- имя образца – «Холостой» при измерении холостой пробы или чистого органического растворителя, используемого для разбавления аликвот соответствующих ГСО, или номер используемого ГСО;

- объем образца – от 28 до 100 мкл в зависимости от используемого шприца;

- количество повторов – не менее 5 раз.

11.1.3 Провести не менее 5 измерений площади пика каждого определяемого элемента. Результаты измерений выходных сигналов элементов занести в протокол.

11.2 Определение чувствительности

11.2.1 Определение чувствительности провести одновременно с определением относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала анализатора по п. 11.1.

11.3 Определение предела обнаружения

11.3.1 Определение предела обнаружения провести с использованием изооктана, измеряя фоновый сигнал каждого элемента. Использовать режим измерений в соответствии с п. 11.1.2.

11.3.2 Провести не менее 5 измерений выходного фонового сигнала каждого определяемого элемента. Результаты измерений выходных фоновых сигналов занести в протокол.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Для результатов измерений площади пика элементов, полученных по 11.1, рассчитать среднее арифметическое результатов измерений выходного сигнала *i*-ого элемента (Y_i, у.е.) и относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала *i*-ого элемента ($\sigma_{выхi}$, %) по формулам

$$Y_i = \frac{\sum_{j=1}^{n} Y_{ij}}{n} \quad (2)$$

$$\sigma_{выхi} = \frac{100}{Y_i}\sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{n}\left(Y_{ij} - Y_i\right)^2}{n-1}} \quad (3)$$

где Y_{ij} – *j*-ый результат измерений выходного сигнала *i*-ого элемента в ГСО, у.е.;

n – количество измерений.

Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала не должны превышать пределов, приведенных в таблице 1.

12.2 Для результатов измерений, полученных по 11.2, рассчитать чувствительность для каждого *j*-ого результата измерений выходного сигнала *i*-ого элемента (N_{ij}, у.е./мкг) и среднее арифметическое значение чувствительности к *i*-ому элементу (N_i, у.е./мкг) по формулам

$$N_{ij} = \frac{Y_{ij}}{m_i} \quad (4)$$

$$N_i = \frac{\sum_{j=1}^{n} N_{ij}}{n} \quad (5)$$

где Y_{ij} – *j*-ый результат измерений выходного сигнала *i*-ого элемента в ГСО, у.е.;

n – количество измерений;

m_i – масса *i*-ого элемента в закалываемом объеме, мкг, рассчитывается по формуле 6.

$$m_i = V \cdot \rho_i \cdot X_{ГСО_i} \cdot 10^{-3} \quad (6)$$

где V – объем инжекции (в соответствии с п. 11.1.2), мм^3;

ρ_i – плотность для *i*-ого элемента (приведена в паспорте ГСО), г/см^3;

$X_{ГСО_i}$ – аттестованное значение в виде массовой доли для *i*-го элемента (приведено в паспорте ГСО), млн$^{-1}$.

Полученные значения чувствительности должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 1.

12.3 Для результатов измерений, полученных по 11.3, рассчитать среднее арифметическое значение выходного фонового сигнала для каждого элемента ($Y_{фi}$, у.е.), среднее квадратическое отклонение полученных значений выходного фонового сигнала ($S_{фi}$, у.е.) и предел обнаружения (C_{oi}, мг/кг) для каждого проверяемого элемента по формулам

$$Y_{фi} = \frac{\sum_{j=1}^{n} Y_{фij}}{n} \quad (7)$$

$$S_{фi} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{n} \left(Y_{фij} - Y_{фi}\right)^2}{n-1}} \quad (8)$$

$$C_{oi} = \frac{3 \cdot S_{фi} \cdot 10^3}{N_i \cdot V_ф \cdot \rho_ф} \quad (9)$$

где $Y_{фij}$ – j-ый результат измерений выходного фонового сигнала i-ого элемента, у.е.;

N_i – среднее арифметическое значение чувствительности к i-ому элементу (рассчитано по формуле 5), у.е./мкг;

$V_ф$ – объем инжекции (в соответствии с п. 11.1.2), мм^3;

$\rho_ф$ – плотность изооктана (равна 0,692 г/см^3), г/см^3;

n – количество измерений.

Полученные значения предела обнаружения не должны превышать пределов, приведенных в таблице 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки и пломбирование анализатора не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906.

13.6 По заявлению владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510, при отрицательных – извещение о непригодности к применению анализатора.

И.о.зав. лаб. 241 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» О.С. Голынец