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. Собина
"13" 05 2026 г.

«ГСИ. Анализаторы жидких и газообразных веществ ДФС-Добыча. Методика поверки»

МП 9-251-2026

Екатеринбург

2026

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, Востроknутова Е.В.

3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2026 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 8
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 и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям 9
12 Оформление результатов поверки 10

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы жидких и газообразных веществ ДФС-Добыча (далее – анализаторы) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки обеспечивается прослеживаемость анализаторов

– к ГЭТ 154-2019 «Государственный первичный эталон единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах» в соответствии с поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 31.12.2020 № 2315 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах»;

– к ГЭТ 3-2020 «Государственный первичный эталон единицы массы – килограмма» посредством применения стандартных образцов утверждённых типов, аттестованные значения которых установлены с применением рабочего эталона массы в соответствии с поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы».

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 допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала для газообразных компонентов, %[1)], в зависимости от времени усреднения спектра и энергетического интервала:	
- 5 минут:	
- в энергетическом интервале (22,684 – 40,684) кэВ	0,7
- в энергетическом интервале (70,897 – 90,897) кэВ	7,4
- 15 минут:	
- в энергетическом интервале (22,684 – 40,684) кэВ	0,4
- в энергетическом интервале (70,897 – 90,897) кэВ	4,5
- 30 минут:	
- в энергетическом интервале (22,684 – 40,684) кэВ	0,2
- в энергетическом интервале (70,897 – 90,897) кэВ	3,6
- 60 минут:	
- в энергетическом интервале (22,684 – 40,684) кэВ	0,2
- в энергетическом интервале (70,897 – 90,897) кэВ	3,0

Наименование характеристики	Значение
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала для жидких компонентов, %[2)], в зависимости от времени усреднения спектра и энергетического интервала:	
- 5 минут:	
- в энергетическом интервале (22,684 – 40,684) кэВ	0,3
- в энергетическом интервале (70,897 – 90,897) кэВ	0,6
- 15 минут:	
- в энергетическом интервале (22,684 – 40,684) кэВ	0,3
- в энергетическом интервале (70,897 – 90,897) кэВ	0,4
- 30 минут:	
- в энергетическом интервале (22,684 – 40,684) кэВ	0,3
- в энергетическом интервале (70,897 – 90,897) кэВ	0,3
- 60 минут:	
- в энергетическом интервале (22,684 – 40,684) кэВ	0,2
- в энергетическом интервале (70,897 – 90,897) кэВ	0,3
Чувствительность для жидких компонентов, у.е./%, не менее[2)]	
- в энергетическом интервале (22,684 – 40,684) кэВ	0,33
- в энергетическом интервале (70,897 – 90,897) кэВ	0,19
Чувствительность для газообразных компонентов, у.е./%, не менее[1)]	
- в энергетическом интервале (22,684 – 40,684) кэВ	0,12
- в энергетическом интервале (70,897 – 90,897) кэВ	0,018
Предел обнаружения для жидких компонентов, %, не более[3)]	
- в энергетическом интервале (22,684 – 40,684) кэВ	0,10
- в энергетическом интервале (70,897 – 90,897) кэВ	0,30
Предел обнаружения для газообразных компонентов, %, не более[4)]	
- в энергетическом интервале (22,684 – 40,684) кэВ	0,30
- в энергетическом интервале (70,897 – 90,897) кэВ	3,0

1) Установлено для стандартного образца ГСО 11051-2018 с молярной долей диоксида углерода не менее 45 %.

2) Установлено для стандартного образца ГСО 10111-2012 с массовой долей глицерина не менее 99,0 %.

3) Установлено по значению чувствительности, полученной при измерении выходного сигнала в стандартном образце ГСО 10111-2012 с массовой долей глицерина не менее 99,0 %.

4) Установлено по значению чувствительности, полученной при измерении выходного сигнала в стандартном образце ГСО 11051-2018 с молярной долей диоксида углерода не менее 45 %.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

– Приказ Росстандарта от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»;

– Приказ Росстандарта от 31.12.2020 № 2315 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах»;

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

– ГОСТ 1770-74 «Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия»;

– 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 средства измерений 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.

3.3 На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки для меньшего числа видов проб: газообразных или жидких (поверка в сокращенном объеме). Данную информацию приводят в сведениях о поверке.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +18 до +28
- относительная влажность, % от 30 до 80
- атмосферное давление, кПа от 84,0 до 106,7

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 по эксплуатации (далее – РЭ) 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 средства измерений	Средство измерений температуры и относительной влажности: диапазон измерений температуры от +18 °С до +28 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры ±0,7 °С, диапазон измерений относительной влажности от 30 % до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности ±2,5 %	Термогигрометр электронный «CENTER» 313, рег. № 22129-09
	Средство измерений атмосферного давления: диапазон измерений от 84,0 до 106,7 кПа, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности ±1,5 кПа	Барометр-анероид метеорологический БАММ-1, рег. № 5738-76
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Стандартный образец массовой доли глицерина в водном растворе, аттестованное значение массовой доли глицерина не менее 99,0 %, границы относительной погрешности аттестованного значения ±1,0 % (при Р=0,95)	ГСО 10111-2012
	Стандартный образец состава искусственной газовой смеси в аргоне, аттестованное значение объемной доли диоксида углерода не менее 45 %, границы относительной погрешности аттестованного значения ± 0,2 % (при Р=0,95)	ГСО 11051-2018
	Средство измерений давления, диапазон измерений от 0 до 16 МПа, пределы допускаемой основной приведенной погрешности от верхнего предела измерений ± 0,075 % (при Р=0,95)	Преобразователь давления измерительный АИР-20/М2-Н-ДА, рег. № 63044-16
	Средство измерений температуры, диапазон измерений от 0 °С до +100 °С, пределы допускаемой основной погрешности измерений ± 0,61 °С (при Р=0,95)	Термопреобразователь универсальный ТПУ 0304/М1-Н, рег. № 50519-17
	Цилиндр 4-251-2 ГОСТ 1770-744 ГСССД МР 134-07 «Расчет плотности, фактора сжимаемости, показателя адиабаты и коэффициента динамической вязкости азота, ацетилена, кислорода, диоксида углерода, аммиака, аргона и водорода в диапазоне температур 200...425 К и давлений до 10 МПа»	

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Примечание – Допускается использовать при поверке другие утвержденные типы стандартных образцов и средств измерений, 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 и барометра в соответствии с таблицей 3.

9.2 Подготавливают анализатор в соответствии с РЭ, проводят градуировку на вакууме в соответствии с п. 2.2.6.2.8 – 2.2.6.2.11 РЭ.

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 наименований и номеров версий ПО проводят следующим образом: запускают ПО анализатора и/или ПО ССОД, в открывающемся окне отображается наименование и номер версии ПО. Идентификацию ПО ССОД проводят при его наличии.

Идентификационное наименование и номер версии ПО должны соответствовать указанным в таблицах 4-5.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО ССОД

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	RU.НМТЦ.00901-01
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	1.x[1)]
Цифровой идентификатор ПО	-
[1)] «x» - обозначение номера версии метрологически незначимой части ПО, принимает значения от 0 до 999.	

Таблица 5 – Идентификационные данные ПО анализаторов

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	PolyTrustee
Номер версии (идентификационный номер) ПО	v0.x.x[1)]
[1)] «x» - обозначение номера версии метрологически незначимой части ПО, принимает значения от 0 до 999.	

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

11.1 Определение относительного СКО выходного сигнала и чувствительности.

11.1.1 Определение относительного СКО выходного сигнала и чувствительности проводят при помощи стандартных образцов в соответствии с таблицей 3.

11.1.2 Баллон со стандартным образцом состава искусственной газовой смеси подсоединяют к штуцеру крана верхней дренажной линии и осуществляют заполнение ячейки газом в соответствии с п. 2.2.6.2.8 – 2.2.6.2.11 РЭ.

Стандартный образец в виде жидкости переносят в чистый и сухой цилиндр. Снимают верхний ниппель ячейки спектрометра и закрывают кран нижней дренажной линии. Затем заполняют стандартным образцом ячейку спектрометра.

Проводят измерения выходного сигнала в энергетических интервалах (22,684 – 40,684) кэВ и (70,897 – 90,897) кэВ в течение 3 ч. Измерения проводят при постоянном контроле абсолютного давления и температуры в ячейке с помощью средств измерений, указанных в таблице 3. Изменения абсолютного давления не должны превышать 0,03 МПа, изменения температуры не должны превышать 1,0 °С. Данные выходного сигнала фиксируют при времени усреднения спектра 5 мин, 15 мин, 30 мин, 60 мин.

11.1.3 Рассчитывают относительное СКО выходного сигнала[1], %, 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, n = 36 при времени усреднения спектра 5 мин, n = 12 при времени усреднения спектра 15 мин, n = 6 при времени усреднения спектра 30 мин, n = 3 при времени усреднения спектра 60 мин;

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

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

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

[1] В качестве выходного сигнала используют линейный коэффициент ослабления, [1/м]=у.е.

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

$$N = \frac{\bar{Y}}{A_i}, \quad (3)$$

где A_i – аттестованное значение массовой доли (для жидких компонентов) или молярной доли (для газообразных компонентов) в стандартном образце, %.

Молярную долю диоксида углерода в искусственной газовой смеси рассчитывают по формуле

$$A_{CO_2} = \frac{\omega_{CO_2}}{Z_{CO_2} \cdot (\frac{\omega_{CO_2}}{Z_{CO_2}} + \frac{\omega_{Ar}}{Z_{Ar}})} \cdot 100, \quad (4)$$

где ω_{CO_2}, ω_{Ar} – объемные доли диоксида углерода и аргона соответственно, %, объемная доля диоксида углерода указана в паспорте ГСО 11051-2018, объемная доля аргона для двухкомпонентной смеси рассчитывается $\omega_{Ar} = 100 - \omega_{CO_2}$;

Z_{CO_2}, Z_{Ar} – коэффициенты сжимаемости диоксида углерода и аргона при стандартных условиях (температура 293,15 К; давление 0,101325 МПа), в соответствии с ГСССД МР 134-07 $Z_{CO_2} = 0{,}9947$, $Z_{Ar} = 0{,}9993$.

11.1.4 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 измерения выходного сигнала пустой ячейки в энергетических интервалах (22,684 – 40,684) кэВ и (70,897 – 90,897) кэВ в течение 3 ч. Фиксируют 3 значения выходного сигнала в каждом энергетическом интервале, время усреднения спектра 60 мин.

11.2.2 Предел обнаружения, %, рассчитывают по формуле

$$\text{ПО} = \frac{3 \cdot S_\text{ф}}{N}, \quad (5)$$

где $S_\text{ф}$ – СКО фонового сигнала, у.е., рассчитанное по формуле

$$S_\text{ф} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (Y_{\text{ф}i} - \bar{Y}_\text{ф})^2}{n-1}}, \quad (6)$$

где $Y_{\text{ф}i}$ - i-ый результат измерений фонового сигнала пустой ячейки, у.е.;

$\bar{Y}_\text{ф}$ - среднее арифметическое значение фонового сигнала пустой ячейки, у.е., рассчитанное по формуле

$$\bar{Y}_\text{ф} = \frac{\sum_{i=1}^{n} Y_{\text{ф}i}}{n}, \quad (7)$$

n – количество измерений фонового сигнала, $n = 3$.

11.2.3 Полученные значения предела обнаружения должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

12.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению.

12.3 Нанесение знака поверки на анализаторы не предусмотрено.

12.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признается непригодным к применению.

12.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки.

12.6 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 извещения о непригодности к применению средства измерений.

Разработчик:
Заместитель заведующего лабораторией 251
УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» **Е.В. Востроknутова**