



УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

К.В.Гоголинский


15 марта 2016 г.

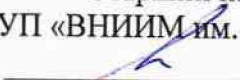
ИК-Фурье спектрометры для анализа топлива ERASPEC

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 242-1960-2016

н.р. 65082-16

Руководитель отдела
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»
 Л.А.Конопелько

Старший научный сотрудник
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»
 А.Б.Копыльцова

Санкт-Петербург
2016

Настоящая методика поверки распространяется на ИК-Фурье спектрометры для анализа топлива ERASPEC (далее - спектрометры), выпускаемые ООО «Петролеум технолоджи», Россия, и устанавливает методы и средства их первичной поверки, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками- 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

Таблица 1

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность проведения при	
			первичной поверке	периодической поверке
1.	Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2.	Опробование	6.2	Да	Да
3.	Проверка соответствия ПО	6.3	Да	Да
4.	Определение относительной погрешности анализатора	6.4	Да	Да
5.	Оформление результатов поверки	8	Да	Да

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. СО состава бензола ГСО 7141-95 или СО массовой и объемной доли бензола в бензинах МОДБ-ПА ГСО 10185-2013;

2.2. СО массовой доли метил-трет-бутилового эфира в бензине ГСО 10561-2015 или Эфир метил-трет-бутиловый (МТБЭ) по ТУ 38.103704-90 марки А;

2.3. СО плотности жидкостей ГСО 8579-2004 РЭП-1, 8581-2004 РЭП-3, ГСО 8582-2004 РЭП-4;

2.4. Гептан по ТУ 2631-023-44493179-98 хч;

2.5. Пипетки по ГОСТ 29227 1-2-1-0,5, 1-2-1-10;

2.6. Колбы мерные с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74 2-ого класса точности вместимостью 100 см³.

Характеристики ГСО приведены в таблице 2.

Таблица 2

№ п/п	№ стандартного образца	Аттестованная характеристика	Аттестованное значение (интервал аттестованных значений, %)	Границы относительной погрешности ($\pm\delta$), % (P=0,95), %
1	ГСО 7141-95	Массовая доля основного вещества	99,30–99,99	0,2
2	ГСО 10185-2013	Объемная доля бензола	0,3 – 0,5	1,0
3			0,7 - 0,9	
4			1,4 – 1,6	
5			1,9 – 2,1	
6			2,8 – 3,0	
7			3,5 – 3,7	
8	ГСО 10561-2015	Массовая/объемная доля метил-трет-бутилового эфира	0,45 – 0,55	3,0
9			1,0 - 1,5	
10			5 – 6	
11			10 – 11	
12			20 – 21	

Таблица 3

№ п/п	№ стандартного образца	Наименование стандартного образца	Аттестованное значение (интервал аттестованных значений) плотности, кг/м ³	Границы абсолютной погрешности ($\pm\delta$), % ($P=0,95$), кг/м ³
1	ГСО 8579-2004	РЭП-1	683,0 – 697,0	0,05
2	ГСО 8581-2004	РЭП-3	772,2 – 787,2	0,05
3	ГСО 8582-2004	РЭП-4	857,3 – 874,7	0,05

Примечание: допускается применение других средств поверки и СО, допущенных к применению в Российской Федерации в установленном порядке и обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации на анализаторы.

3.2. К проведению измерений при поверке допускаются лица, изучившие методику поверки прибора.

3.3. Для получения данных, необходимых для поверки допускается участие операторов, обслуживающих прибор (под контролем поверителя).

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 25
- относительная влажность воздуха, %, не более 80
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106,7

4.2. Запрещается создавать в измерительной системе анализатора давление, превышающее верхний предел измеряемого им давления.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- Спектрометр следует выдержать при температуре поверки в течение не менее двух часов.
- Установку и подготовку спектрометра к работе проводят в соответствии с эксплуатационной документацией.
- Подготовить контрольные растворы МТБЭ, применяемые при поверке, согласно Приложению 2.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра проверяют:

- отсутствие механических повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность спектрометра;
- исправность органов управления;
- четкость всех надписей на кнопках управления;
- наличие эксплуатационной документации;
- соответствие прибора комплектности, приведенной в Руководстве по эксплуатации;
- наличие на приборе обозначения и заводского номера и соответствие маркировки прибора технической документации.

Спектрометр считается выдержавшим поверку, если он соответствует всем требованиям, перечисленным в п.6.1.

6.2. Опробование.

Опробование проводится в автоматическом режиме. Спектрометр считается прошедшим опробование, если после включения питания спектрометр проходит все внутренние тесты и на дисплее появляется окно с главным меню программы управления. После включения, подготовки прогрева и тестирования прибор автоматически переходит в режим ожидания.

6.3. Подтверждение соответствия программного обеспечения проводится визуальным образом: после включения анализатора входим в меню «Система», в строке «Программа №» отображается номер версии ПО.

Результат проверки соответствия программного обеспечения считают положительным, если номер версии соответствует указанному в таблице 3.

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Номер версии ПО, не ниже	7178

6.4. Определение метрологических характеристик.

6.4.1. Определение относительной погрешности спектрометра производится путем измерения содержания определяемого показателя (объемной доли бензола и объемной доли эфиров)¹ в СО и/или контрольных растворах и сравнением результатов измерений с действительными значениями. Контрольные растворы готовят в соответствии с Приложением 2 к настоящей методике. При поверке должно быть использовано не менее трех контрольных растворов и/или СО, значение показателя в которых должно соответствовать началу, середине и концу диапазона измерений спектрометра. Диапазон, в котором проводится поверка, может составлять часть максимального диапазона измерений, указанного в технической документации спектрометра².

6.4.2. Порядок проведения поверки.

6.4.2.1. Промывают измерительную ячейку нажатием кнопки «Промыть».

6.4.2.2. Устанавливают параметры измерения в меню «Измерение»:

- «Опции»: повтор-1; Average 2; разбавление 1:0.

- Метод измерения в зависимости от модификации спектрометра: «бензин», «дизель», «авиационный керосин»;

- В качестве идентификатора образца задают наименования контрольных растворов и/или стандартных образцов, используемых в процедуре поверки.

6.4.2.3. Запускают процесс измерения нажатием кнопки «Измерение».

6.4.2.4. Проводят по 2 измерения для каждого контрольного раствора и/или СО и вычисляют относительную погрешность спектрометра для каждого измерения по формуле:

¹ Набор определяемых показателей определяется модификацией анализатора.

² Должен быть утвержден Руководителем предприятия, на котором эксплуатируется анализатор.

$$\delta_i = \frac{|C_{насп} - C_i|}{C_{насп}} \times 100\% \quad (2)$$

где: C_i - i -ый результат измерения объемной доли компонента.

$C_{насп}$ - действительное значение показателя, рассчитанное по Приложению 1 или указанное в паспорте на СО.

6.4.2.5. За значение относительной погрешности принимается максимальное значение, полученное в п.6.4.2.4. Спектрометр считается выдержавшим поверку, если относительная погрешность не превышает $\pm 10\%$.

6.4.3. Определение абсолютной погрешности анализатора при измерении плотности проводят по 2 СО плотности из таблицы 3.

6.4.3.1. Испытания проводят в порядке, установленном в п. 6.4.2. для всех СО плотности начиная с меньшего значения. Рассчитывают абсолютную погрешность измерения плотности для каждого результата измерений по формуле (2):

$$\Delta_i = C_{насп} - C_i$$

6.4.3.2. За значение абсолютной погрешности принимается максимальное значение, полученное в п.6.4.3.1. Спектрометр считается выдержавшим поверку, если абсолютная погрешность не превышает $\pm 0,0002 \text{ г/см}^3$.

6.4.4. Определение СКО случайной составляющей погрешности производится путем измерения объемной доли бензола в КР. Проводят не менее 5 измерений и рассчитывают СКО по формуле (2):

$$СКО = \frac{1}{R} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (R_i - \bar{R})^2}{(n-1)}} \times 100 \%, \quad (2)$$

где n – количество измерений;

R_i — i результат измерения;

\bar{R} — среднее из n результатов измерений.

Спектрометр считается выдержавшим поверку, если СКО случайной составляющей погрешности не превышает 5%.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Результаты поверки оформляются протоколом, рекомендуемая форма которого приведена в приложении А.

7.2. При положительном результате первичной/периодической поверки выдается свидетельство о поверке. Знак поверки наносится на лицевую сторону свидетельства о поверке). Место для нанесения знака поверки находится на корпусе прибора (в случае, если условия эксплуатации прибора не обеспечивают сохранность знака поверки в течение всего межповерочного интервала допускается наносить знак поверки на свидетельство о поверке).

7.3. При отрицательных результатах поверки анализатор к эксплуатации не допускается и выдается извещение о непригодности.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Наименование: _____

Зав. номер _____

Тип _____

Дата выпуска _____

Представлен _____

Поверка проводится согласно документу МП 000-0000-2015 «ИК-Фурье спектрометры для анализа топлива ERASPEC. Методика поверки», утвержденному ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» в октябре 2015 г.

Условия поверки:

- температура окружающего воздуха, °С
- атмосферное давление, кПа
- относительная влажность, %

Средства поверки:

Результаты определения:

Таблица 1

Наименование программного обеспечения	Идентификационное наименование программного обеспечения	Номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения

Результат определения метрологических характеристик

Таблица 2

№ измерения	Результаты измерения, %	Относительная погрешность, %	Норматив относительной погрешности, %
1			10,0

№ измерения	Результаты измерения, г/см ³	Абсолютная погрешность, г/см ³	Норматив абсолютной погрешности, г/см ³
1			0,0002

№ измерения	Результаты измерения, %	Норматив СКО, %
1		5,0
п		
СКО		

Заключение _____

Подпись поверителя _____

Дата _____

Методика приготовления контрольных растворов бензола и МТБЭ

Для приготовления контрольных растворов бензола и МТБЭ применяют оборудование и реактивы, указанные в п.2 методики поверки. Используют следующие оборудование, посуду и материалы:

- 1.1. СО состава бензола ГСО 7141-95;
- 1.2. Эфир метил-трет-бутиловый (МТБЭ) по ТУ 38.103704-90 марки А;
- 1.3. Гептан по ТУ 2631-023-44493179-98 хч;
- 1.4. Пипетки по ГОСТ 29227 1-2-1-0,5, 1-2-1-10;
- 1.5. Колбы мерные с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74 2-ого класса точности вместимостью 100 см³.

1. Приготовление контрольных растворов на основе МТБЭ и ГСО

Таблица 2

Количество реагента или ГСО, см ³	Конечный объем контрольного раствора, см ³	Аттестованное значение объемной доли, %	Индекс контрольного раствора
Контрольные растворы бензола в гептане			
ГСО 7141-95			
10,0	100	10,0	АСБ-1
5,0	100	5,0	АСБ-2
1,0	100	1,0	АСБ-3
0,5	100	0,5	АСБ-4
Аликвота раствора АСБ-1 1,0	100	0.1	АСБ-5
Контрольные растворы МТБЭ			
Эфир метил-трет-бутиловый (МТБЭ) по ТУ 38.103704-90 марки А			
20,0	100	20,0	АСМ-1
15,0	100	15,0	АСМ-2
10,0	100	10,0	АСМ-3
5,0	100	5,0	АСМ-4
1,0	100	1,0	АСМ-5
0,5	100	0,5	АСМ-6

Приготовленные растворы переносят во флакон из темного стекла с герметичной крышкой. Срок хранения в герметичном флаконе в темном прохладном месте 14 дней.

Погрешность действительного значения концентрации контрольного раствора по процедуре приготовления рассчитывают по формуле (1).

$$\Delta_c = 1,1 * \sqrt{\left(\frac{\Delta v_1}{v_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta v_2}{v_2}\right)^2 + \left(\frac{\delta}{C}\right)^2 + \left(\frac{\Delta c_a}{c_a}\right)^2} \quad (1)$$

- где: С-концентрация контрольного раствора, %;
 v_1 – объем раствора, отмеряемый пипеткой, см³;
 v_2 – объем мерной колбы, см³;
 Δv_1 – предел погрешности используемой пипетки, см³;
 Δv_2 – предел погрешности используемой мерной колбы, см³;
 δ – предел обнаружения примесей при контроле чистоты растворителя, %;
 c_a – аттестованное значение концентрации компонента в ГСО, %;
 Δc_a – относительная погрешность аттестованного значения ГСО, %.

Таблица 3.

Характеристики средств измерений, используемые при приготовлении поверочных растворов.

Наименование СИ	НТД на СИ	Измеряемая величина	Значение измеряемой величины	Предел допускаемой абсолютной погрешности СИ
Колба мерная 2-100-2	ГОСТ 1770	Объем	100 см ³	±0,20 см ³
Пипетка 2-1-1	ГОСТ 29169	Объем	1 см ³	±0,0030 см ³
Пипетка 2-1-2			2 см ³	±0,0070 см ³
Пипетка 2-1-5			5 см ³	±0,015 см ³
Пипетка 2-1-10			10 см ³	±0,020 см ³

При использовании средств измерения, ГСО и реактивов, указанных в п.1 настоящего приложения, относительная погрешность контрольных растворов, приготовленных по данной методике, не превышает значений, приведенных в таблице 4.

Таблица 4.

Относительная погрешность приготовления контрольных растворов.

Индекс контрольного раствора	Значение показателя, мг/дм ³	Относительная погрешность, %
Контрольные растворы бензола в гептане		
АСБ-1	10,0	2,0
АСБ-2	5,0	2,0
АСБ-3	1,0	3,0
АСБ-4	0,5	4,0
АСБ-5	0.1	3,0
Контрольные растворы МТБЭ		
АСМ-1	20,0	2,0
АСМ-2	15,0	2,0
АСМ-3	10,0	2,0
АСМ-4	5,0	2,0
АСМ-5	1,0	2,0
АСМ-6	0,5	2,0