

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ»
(ФГУП «УНИИМ»)**

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Мельников

2018 г.



**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА
ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Анализаторы горных пород Rock-Eval 6
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 22-251-2018**

г. Екатеринбург

2018 г.

ПРЕДИСЛОВИЕ

1. РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
2. ИСПОЛНИТЕЛЬ и.о. зав. лаб. 251, к.х.н. Соби́на Е.П.
3. УТВЕРЖДЕНА директором ФГУП «УНИИМ» в июле 2018 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Область применения.....	4
2	Нормативные ссылки.....	4
3	Операции поверки.....	4
4	Средства поверки.....	5
5	Требования к квалификации поверителя.....	5
6	Требования безопасности.....	5
7	Условия поверки.....	6
8	Подготовка к поверке.....	6
9	Проведение поверки.....	6
	9.1 Внешний осмотр.....	6
	9.2 Опробование.....	6
	9.3 Проверка метрологических характеристик.....	6
10	Оформление результатов поверки.....	9
	ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	10
	ПРИЛОЖЕНИЕ Б.....	11

Дата введения в действие: «__» _____ 2018 г.

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы горных пород Rock-Eval 6 (далее – анализаторы) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

Интервал между поверками – 1 год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

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

ГОСТ Р 8.585-2001 «ГСИ. ТЕРМОПАРЫ. Номинальные статические характеристики преобразования»;

ГОСТ OIML R 76 1–2011 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания»;

ГОСТ 29227-91 «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные»;

ГОСТ 25336-82 «Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры»;

ГОСТ 6139-2003 «Песок для испытаний цемента. Технические условия»

Приказ Минтруда России от 24.07.2013 г. №328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 №1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке».

3 Операции поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр	9.1	да	да
2 Опробование	9.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик:	9.3	-	-
3.1 Проверка абсолютной погрешности измерений объемной доли оксида углерода (II) и оксида углерода (IV)	9.3.1	да	да
3.2 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой доли углеводородов	9.3.2	да	да

Продолжение таблицы 1

1	2	3	4
3.3 Проверка погрешности измерений температуры печи пиролиза и печи окисления, приведенной к верхнему пределу диапазона измерений	9.3.3	да	да
3.4 Проверка диапазонов измерений массовой доли углеводородов, объемной доли оксида углерода (II) и оксида углерода (IV), температуры печи пиролиза и печи окисления	9.3.4	да	нет

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка и градуировка анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований хотя бы к одной из операций проверка прекращается, анализатор бракуется.

4 Средства поверки

4.1 При поверке анализатора применяют следующие средства поверки:

– ГСО 10532-2014 Стандартный образец состава искусственной газовой смеси на основе инертных и постоянных газов (ИП-М-2), интервал аттестованных значений молярной доли компонента (оксида углерода, диоксид углерода) от $1 \cdot 10^{-7}$ до 99,9 %, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения \pm (от 0,05 до 60 %) при $P=0,95$;

– ГСО 7289-96 Стандартный образец состава гексадекана, интервал аттестованных значений молярной доли гексадекана от 99,70 до 99,98 % включ., границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,06$ % при $P=0,95$;

– Весы лабораторные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011, НПВ = 20 г;

– Преобразователь термоэлектрический типа К, диапазон измерений температур от минус 40 до 850 °С, класс точности 2 по ГОСТ Р 8.585-2001, длина монтажной части не менее 200 мм, диаметр монтажной части не более 0,5 мм;

– Измеритель температуры двухканальный прецизионный, диапазон измерений от минус 270 до 1800 °С, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности при измерении температуры преобразователем термоэлектрическим типа К $\pm 0,1$ °С.

4.2 Для контроля внешних влияющих факторов применяют средства измерений температуры и относительной влажности окружающей среды, а также напряжения и частоты переменного тока с диапазонами измерений охватывающими условия по п. 7.

4.3 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены, а стандартные образцы должны иметь действующие паспорта.

4.4 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых анализаторов с требуемой точностью.

5 Требования к квалификации поверителя

К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в порядке, установленном Росстандартом, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на анализатор.

6 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 №328н, требования ГОСТ 12.2.007.0-75, требования безопасности,

указанные в РЭ анализатора.

7 Условия поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от 15 до 25
- относительная влажность, %, не более 80
- напряжение переменного тока, В 220±22
- частота переменного тока, Гц 50/60

7.2 Анализатор должен быть установлен вдали от источников магнитных и электрических полей.

8 Подготовка к поверке

8.1 Анализатор подготовить к работе в соответствии с РЭ.

8.2 Стандартные образцы и средства измерений, используемые при поверке, подготовить в соответствии с их паспортами.

9 Проведение поверки

9.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ (кроме расходных материалов);
- четкость обозначений и маркировки.

9.2 Опробование

9.2.1 Включить анализатор и проверить работоспособность органов управления и регулировки анализатора в соответствии с РЭ.

9.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора.

Идентификационное наименование ПО, номер версии ПО идентифицируется при включении анализатора, запуска ПО и дальнейшего вывода из ПО на экран монитора номера версии ПО и его идентификационного наименования. ПО должно соответствовать приведенным в таблице 2 идентификационным данным.

Таблица 2 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	Идентификационное наименование ПО ¹⁾	ROCK-EVAL 6 Standart
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	не ниже 4.02	
Цифровой идентификатор ПО	-	
¹⁾ Идентификационное наименование ПО отображается в зависимости от модели анализатора		

9.3 Проверка метрологических характеристик

Проверку метрологических характеристик проводят при помощи стандартных образцов и средств измерений по п. 4.1.

9.3.1 Проверка абсолютной погрешности измерений объемной доли оксида углерода (II) и оксида углерода (IV)

Проверку абсолютной погрешности измерений объемной доли оксида углерода (II) и оксида углерода (IV) проводят при помощи поверочных газовых смесей (далее – ПГС) в точках (5±5), (50±5) и (95±5)% диапазона измерений объемной доли оксида углерода (II) и оксида углерода (IV). Допускается применение многокомпонентных ПГС-ГСО.

ПГС-ГСО подключаются к штуцеру «IN» на задней панели ИК-детектора анализатора. Давление подаваемой ПГС при всех испытаниях не должно превышать 150 кПа, расход ПГС должен быть в диапазоне от 100 до 150 см³/мин. Перед началом измерений проводят продувку измерительной ячейки не менее 5 мин. Результаты измерений объемной доли оксида углерода (II) и оксида углерода (IV) в ПГС-ГСО считывают на дисплее ИК-детектора анализатора (1 ppm=1 млн⁻¹=0,0001 %).

Примечание – Аттестованное значение молярной доли компонента в ПГС-ГСО принимают равным значению объемной доли этого компонента в ПГС-ГСО.

Проверку погрешности измерений объемной доли оксида углерода (II) и оксида углерода (IV) проводят для каждого ИК-детектора анализатора.

Проводят измерения объемной доли оксида углерода (II) и оксида углерода (IV) в каждом ГСО-ПГС не менее 5 раз. Рассчитывают абсолютные погрешности для каждого измерения по формуле

$$\Delta_{C_{ij}} = C_{ij} - C_j \quad (1)$$

где $\Delta_{C_{ij}}$ – абсолютная погрешность i -го измерения объемной доли оксида углерода (II) или оксида углерода (IV) в j -ом ГСО-ПГС, %;

C_{ij} – измеренное i -ое значение объемной доли оксида углерода (II) или оксида углерода (IV) в j -ом ГСО-ПГС, %;

C_j – действительное значение объемной доли оксида углерода (II) или оксида углерода (IV) в j -ом ГСО-ПГС, %.

Анализатор считается прошедшим операцию поверки, если значения абсолютной погрешности для каждого измерения не превышают значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значения для модели	
	Standard	Turbo
Диапазоны измерений: – объемной доли оксида углерода (II), % – объемной доли оксида углерода (IV), % – массовой доли углеводородов ¹⁾ , % – температуры печи пиролиза, °С – температуры печи окисления, °С	от 0,01 до 11 от 0,01 до 11 от 0,1 до 100 от 100 до 850 от 100 до 850	
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений: – объемной доли оксида углерода (II), % – объемной доли оксида углерода (IV), % – массовой доли углеводородов, %	± (0,008+0,05·x ₁) ± (0,008+0,05·x ₂) ± (0,08+0,08·x ₃)	
Пределы допускаемой погрешности измерений температуры, приведенной к верхнему пределу диапазона измерений: – температуры печи пиролиза, % – температуры печи окисления, %	± 1,2 ± 1,2	
¹⁾ В пересчете на массовую долю гексадекана x ₁ – результат измерений объемной доли оксида углерода (II), % x ₂ – результат измерений объемной доли оксида углерода (IV), % x ₃ – результат измерений массовой доли углеводородов, %		

9.3.2 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой доли углеводов

Проверку абсолютной погрешности измерений массовой доли углеводов проводят при помощи контрольных проб, приготовленных в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки.

Проводят измерения массовой доли углеводов в точках (10 ± 5) , (50 ± 5) и (95 ± 5) % диапазона измерений. В каждой точке проводят измерения не менее 3 раз. За результат измерений принимают сумму значений параметров S1 и S2, мг/г, рассчитываемых при помощи программного обеспечения анализатора ($1 \text{ мг/г} = 0,1 \%$).

Рассчитывают абсолютные погрешности для каждого измерения по формуле

$$\Delta c_{mij} = Cm_{ij} - Cm_j, \quad (2)$$

где Δc_{mij} – абсолютная погрешность i -го измерения массовой доли углеводов в j -ой пробе, %;

Cm_{ij} – измеренное i -ое значение массовой доли углеводов в j -ой пробе, %;

Cm_j – действительное значение массовой доли углеводов в j -ой пробе, %.

Анализатор считается прошедшим операцию поверки, если значения абсолютной погрешности для каждого измерения не превышают значений, указанных в таблице 3.

9.3.3 Проверка погрешности измерений температуры печи пиролиза и печи окисления, приведенной к верхнему пределу диапазона измерений

Определение приведенной погрешности измерений температуры проводят при помощи преобразователя термоэлектрического типа К (далее – термометр), подключенного к измерителю температуры. Измерения температуры проводят в точках (120 ± 10) , (200 ± 10) , (480 ± 10) , $(800 \pm 10)^\circ\text{C}$.

Термометр помещают в печь пиролиза или окисления таким образом, чтобы его торец упирался в дно измерительного тигля. При помощи программного обеспечения анализатора задают температурную программу печи в соответствии с таблицей 4

Таблица 4 – Температурная программа печи

№	Температура, °C	Скорость нагрева, °C/мин.	Время выдержки, мин.
1	120	-	10
2	200	не менее 10	10
3	480	не менее 10	10
4	800	не менее 10	10

Измерения температуры проводят после 5 мин. с момента выхода температуры на заданное значение. Регистрируют не менее 3 показаний термометра в каждой точке.

Рассчитывают погрешность измерения температуры, приведенной к верхнему пределу диапазона измерений, для каждой печи по формуле

$$Y_{t_{ij}} = \frac{t_{измij} - t_{\tau j}}{t_{max}} \cdot 100, \quad (3)$$

где $Y_{t_{ij}}$ – приведенная погрешность измерений температуры, приведенной к верхнему пределу диапазона измерений, %;

$t_{измij}$ – результат i -го измерения температуры анализатором в печи пиролиза или окисления в j - точке, °C;

$t_{\tau j}$ – результат измерения температуры внешним термометром в j - точке, °C;

t_{max} – верхний предел диапазона измерений температуры печи, °C.

Анализатор считается прошедшим операцию поверки, если значения приведенной погрешности для каждого измерения не превышают значений, указанных в таблице 3.

9.3.4 Проверка диапазонов измерений массовой доли углеводов, объемной доли оксида углерода (II) и оксида углерода (IV), температуры печи пиролиза и печи окисления

Проверку диапазонов измерений массовой доли углеводородов, объемной доли оксида углерода (II) и оксида углерода (IV), температуры печи пиролиза и печи окисления производится одновременно с определением абсолютной погрешности измерений массовой доли углеводородов, объемной доли оксида углерода (II) и оксида углерода (IV), приведенной погрешности температуры печи пиролиза и печи окисления по пп. 9.3.1-9.3.3. За диапазоны измерений анализатора принимают диапазоны измерений массовой доли углеводородов, объемной доли оксида углерода (II) и оксида углерода (IV), температуры печи пиролиза и печи окисления, приведенные в таблице 3, если полученные значения абсолютной погрешности и приведенной погрешности по пп. 9.3.1-9.3.3 удовлетворяют требованиям таблицы 3.

10 Оформление результатов поверки

10.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения Б.

10.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815. Знак поверки наносится на лицевую панель анализатора.

10.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению, свидетельство о поверке аннулируют, и выписывают извещение о непригодности к применению с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815.

Разработчик:

И.о. зав. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ», к.х.н.



Е.П. Соби́на

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления контрольных проб

Для приготовления контрольных проб углеводов используются весы лабораторные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011, НПВ = 20 г; ГСО 7289-96; песок монофракционный по ГОСТ 6139-2003 (далее – песок); волокнистый кварцевый материал по ТУ 6-11-15-191-81 (далее – вата); дозаторы одноканальные или пипетки не хуже 2 класса точности по ГОСТ 29227-91; печь муфельная, обеспечивающая регулирование температуры в диапазоне (800 ± 50) °С; эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336-82, основание которого заполнено водоотнимающим агентом (например, оксидом алюминия).

А.1 Помещают в муфельную печь тигли из комплекта поставки анализатора, вату и песок. Муфельную печь нагревают до 850 °С, после чего выдерживают тигли, вату и песок при данной температуре в течение не менее 2 ч. Печь выключают, тигли, вату и песок помещают в эксикатор и охлаждают до комнатной температуры.

А.2 На дно тигля кладут подложку из кварцевой ваты. Тигель помещают на весы, обнуляют показания весов. При помощи дозатора или пипетки в тигель вносят ГСО 7289-96 (номинальные значения массы навесок ГСО приведены в таблице А.1), фиксируют массу навески ГСО. Доводят массу пробы при помощи песка до значений, указанных в таблице А.1, фиксируют массу пробы. Рассчитывают действительную массовую долю углеводов в пробе (в пересчете на гексадекан) по формуле

$$Cm_j = \frac{m_{\text{ГСО}}}{m_{\text{проба}}} \cdot A, \quad (\text{А.1})$$

где Cm_j – действительное значение массовой доли углеводов в j -ой пробе, %;

$m_{\text{ГСО}}$ – масса навески ГСО, г;

$m_{\text{проба}}$ – масса пробы, г;

A – аттестованное значение молярной доли гексадекана в ГСО, %.

Таблица А.1 – Приготовление контрольных проб

№ п/п	Масса навески ГСО, мг	Масса навески песка, мг	Массовая доля углеводов в пробе (в пересчете на гексадекан), %	Границы абсолютной погрешности приготовления контрольных проб, %
1	5	45	10	0,33
2	20	20	50	0,41
3	19	1	95	0,83

Примечание – Аттестованное значение молярной доли гексадекана и границы абсолютной погрешности аттестованного значения ГСО принимают равными значению массовой доли гексадекана и его границам абсолютной погрешности соответственно.

А.3 Границы абсолютной погрешности приготовления контрольных проб рассчитывают по формуле

$$\Delta_{Cm_j} = 1,1 \cdot \sqrt{\left(\frac{A}{m_{\text{проба}}}\right)^2 \cdot \Delta_{m_{\text{ГСО}}}^2 + \left(-\frac{m_{\text{ГСО}}}{(m_{\text{проба}})^2}\right)^2 \cdot \Delta_{m_{\text{проба}}}^2 + \left(\frac{m_{\text{ГСО}}}{m_{\text{проба}}}\right)^2 \cdot \Delta_A^2} \quad (\text{А.2})$$

где Δ_{Cm_j} – границы абсолютной погрешности приготовления j -ой контрольной пробы, %;

$\Delta_{m_{\text{ГСО}}}$ – границы абсолютной погрешности массы навески ГСО, %;

$\Delta_{m_{\text{проба}}}$ – границы абсолютной погрешности массы пробы, %;

Δ_A – границы абсолютной погрешности аттестованного значения молярной доли гексадекана в ГСО, %.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(рекомендуемое)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализатор горных пород Rock-Eval 6 зав. № _____

Документ на поверку:

МП 22-251-2018 «ГСИ. Анализаторы горных пород Rock-Eval 6. Методика поверки»

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающей среды, °С _____
- относительная влажность, % _____
- напряжение переменного тока, В _____
- частота переменного тока, Гц _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица Б1 – Результаты проверки абсолютной погрешности измерений объемной доли оксида углерода (II) и оксида углерода (IV)

ГСО	Компонент	Аттестованное значение объемной доли компонента в ГСО, %	Результаты измерений объемной доли компонента, %	Абсолютная погрешность измерения объемной доли компонента, %	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений объемной доли компонента, %
1	2	3	4	5	6

Таблица Б2 – Результаты проверки абсолютной погрешности измерений массовой доли углеводов

ГСО	Значение массовой доли углеводов в контрольной пробе, %	Результаты измерений массовой доли углеводов в контрольной пробе, %	Абсолютная погрешность измерения массовой доли углеводов в контрольной пробе, %	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли углеводов, %
1	2	3	4	5

Таблица Б3 – Результаты проверки погрешности измерений температуры печи пиролиза, приведенной к верхнему пределу диапазона измерений

Заданная температура печи, °С	Измеренная температура печи, °С	Погрешность измерения температуры печи, приведенной к верхнему пределу диапазона измерений, °С	Пределы допускаемой погрешности измерений температуры печи, приведенной к верхнему пределу диапазона измерений, %
1	2	3	4

Таблица Б4 – Результаты проверки погрешности измерений температуры печи окисления, приведенной к верхнему пределу диапазона измерений

Заданная температура печи, °С	Измеренная температура печи, °С	Погрешность измерения температуры печи, приведенной к верхнему пределу диапазона измерений, °С	Пределы допускаемой погрешности измерений температуры печи, приведенной к верхнему пределу диапазона измерений, %
1	2	3	4

Таблица Б5 – Результаты проверки диапазонов измерений массовой доли углеводородов, объемной доли оксида углерода (II) и оксида углерода (IV), температуры печи пиролиза и печи окисления

№	Характеристика	Соответствует (+/-)
1	Диапазон измерений объемной доли оксида углерода (II)	
2	Диапазон измерений объемной доли оксида углерода (IV)	
3	Диапазон измерений массовой доли углеводородов	
4	Диапазон измерений температура печи пиролиза	
5	Диапазон измерений температура печи окисления	

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г., № _____

Поверитель _____
 Подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____