

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ»
(ФГУП «УНИИМ»)**

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских



2019 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
АНАЛИЗАТОРЫ СЕРЫ В НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТАХ
РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННЫЕ
СПЕКТРОСКАН SE**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 93-251-2019

г. Екатеринбург
2019

СОДЕРЖАНИЕ

1 Область применения	3
2 Нормативные ссылки	3
3 Операции поверки	3
4 Средства поверки	3
5 Требования безопасности	4
6 Условия поверки и подготовка к ней	4
7 Требования к квалификации поверителей	4
8 Проведение поверки	4
8.1 Внешний осмотр	4
8.2 Идентификация программного обеспечения	4
8.3 Проверка функционирования (опробование)	5
8.4 Проверка метрологических характеристик	5
9 Оформление результатов поверки	6

1 Область применения

Настоящая методика распространяется на анализаторы серы в нефти и нефтепродуктах рентгенофлуоресцентные энергодисперсионные СПЕКТРОСКАН SE (далее – анализаторы), производства Общества с ограниченной ответственностью «Научно-производственного объединение «СПЕКТРОН», Россия, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка анализаторов должна проводиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Интервал между поверками – 1 год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы¹:

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

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

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

3 Операции поверки

3.1 При проведении поверки 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
Внешний осмотр	п. 8.1	+	+
Идентификация ПО	п. 8.2	+	+
Опробование	п. 8.3	+	+
Проверка метрологических характеристик	п. 8.4	+	+

3.2 При поверке анализаторов, допускается, на основании письменного заявления владельца анализатора, проводить поверку в тех поддиапазонах измерений, в которых поверяемый анализатор эксплуатируется.

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

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки используют следующие стандартные образцы массовой доли серы в минеральном масле (далее – СО):

- ГСО 9513-2010 (СН-0,0003-НС) с аттестованным значением массовой доли серы 0,0003 % и границами допускаемых значений относительной погрешности при $P=0,95 \pm 20$ %;

- ГСО 9515-2010 (СН-0,0010-НС) с аттестованным значением массовой доли серы порядка 0,0010 % и границами допускаемых значений относительной погрешности при $P=0,95 \pm 5$ %;

- ГСО 9404-2009 (СН-0,010-НС) с аттестованным значением массовой доли серы порядка 0,010 % и границами допускаемых значений относительной погрешности при $P=0,95 \pm 4$ %;

¹ При пользовании настоящей методикой целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю. Если ссылочный документ заменён (изменён), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменённым (изменённым) документом. Если ссылочный документ отменён без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

- ГСО 9407-2009 (СН-0,100-НС) с аттестованным значением массовой доли серы порядка 0,1 % и границами допускаемых значений относительной погрешности при $P=0,95 \pm 2 \%$

- ГСО 11031-2018 (СНН02-500-ЭК) с аттестованным значением массовой доли серы 0,050 % и границами допускаемых значений относительной погрешности при $P=0,95 \pm 2,5 \%$;

- ГСО 9410-2009 (СН-1,00-НС) с аттестованным значением массовой доли серы порядка 1,0 % и границами допускаемых значений относительной погрешности при $P=0,95 \pm 2 \%$;

- ГСО 9416-2009 (СН-5,00-НС) с аттестованным значением массовой доли серы порядка 5,0 % и границами допускаемых значений относительной погрешности при $P=0,95 \pm 2 \%$.

4.2 Для контроля внешних влияющих факторов применяют средства измерений температуры и относительной влажности окружающей среды с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 6.

4.3 СО должны иметь действующие паспорта, а средства измерений поверены.

4.4 Допускается применение других стандартных образцов, допущенных к применению в Российской Федерации в установленном порядке и обеспечивающих определение метрологических характеристик анализатора с требуемой точностью.

5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 № 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

6 Условия поверки и подготовка к ней

6.1 При проведении поверки должны соблюдаться условия, согласно таблице 2.

Таблица 2 – Условия поверки

Параметр	Значение
Температура окружающего воздуха, °С	от +15 до +25
Относительная влажность, %, не более	80

6.2 Анализатор и средства поверки должны быть подготовлены к работе в соответствии с их эксплуатационной документацией.

7 Требования к квалификации поверителей

К проведению измерений по поверке допускаются лица, имеющие опыт работы с подобными анализаторами, изучившие эксплуатационную документацию на анализатор и настоящую методику. Допускается проведение отдельных операций по поверке специалистами организации, применяющей анализатор или специалистами сервисной службы производителя.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Внешний осмотр анализатора предусматривает проверку комплектности, отсутствия механических повреждений и дефектов, целостность показывающих приборов, крепления органов управления и чёткости маркировки.

8.1.2 Результат поверки считают положительным, если отклонений не обнаружено.

8.2 Идентификация программного обеспечения

8.2.1 Вывести на экран окно с версией программного обеспечения, следуя инструкциям раздела «Идентификация программного обеспечения» руководства по эксплуатации (далее - РЭ).

8.2.2 Результат поверки ПО считают положительным, если его идентификационные данные соответствуют приведенным в описании типа.

8.3 Проверка функционирования (опробование)

8.3.1 Включить анализатор. Провести измерения контрольного образца Мо, из комплекта ЗИП анализатора, следуя инструкциям раздела «Выполнение измерений» РЭ и указаниям на экране анализатора.

8.3.2 Результат опробования считают положительным, если по окончании измерений на экране отобразится: «Установите образец ХП».

8.4 Проверка метрологических характеристик

8.4.1 Подготовить стандартные образцы по п. 4.1 согласно их документации. СО выбираются в зависимости от поверяемого поддиапазона измерений анализатора таким образом, чтобы аттестованные значения СО находились в начале и конце поверяемого поддиапазона измерений. При периодической поверке достаточно использовать один СО с аттестованным значением в начале поверяемого поддиапазона.

8.4.2 Для проверки абсолютной погрешности измерений массовой доли серы и предела повторяемости результатов единичных измерений провести измерения в соответствии с разделом «Выполнение измерений» РЭ для каждого СО по п.4.1.

Результаты измерений массовой доли серы в j -ом СО выводятся на экране анализатора в виде среднего значения двух параллельных определений (X_j , % (млн⁻¹, мг/кг, ppm)) и значения повторяемости результатов единичных измерений в виде модуля разности двух параллельных определений ($r_j = |X_{j1} - X_{j2}|$, % (млн⁻¹, мг/кг, ppm)).

8.4.3 Абсолютную погрешность рассчитывают по формуле

$$\Delta_j = X_j - A_j, \quad (1)$$

где A_j – аттестованное значение массовой доли серы в j -ом СО, %.

8.4.4 Для проверки относительного СКО случайной составляющей погрешности провести измерения в соответствии с разделом «Выполнение измерений» РЭ для СО с массовой долей серы 0,05 % не менее 5 раз.

Результаты измерений массовой доли серы в этом СО выводятся на экране анализатора в виде среднего значения ($X_{0,05}$, % (млн⁻¹, мг/кг, ppm)) и СКО результатов единичных определений (σ , % (млн⁻¹, мг/кг, ppm)).

8.4.5 Относительное СКО случайной составляющей погрешности рассчитывают по формуле

$$\sigma_0 = \frac{\sigma}{X_{0,05}} \cdot 100. \quad (2)$$

8.4.6 Результаты поверки считают положительными, если метрологические характеристики соответствуют значениям, указанным в таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой доли серы, % ¹⁾	
СПЕКТРОСКАН SE SL	от 0,0010 до 5,00
СПЕКТРОСКАН SE SUL-01	от 0,00030 до 5,00
СПЕКТРОСКАН SE SUL-02	от 0,00030 до 5,00
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли серы ²⁾ , %	
СПЕКТРОСКАН SE SL	±(0,04·X+0,00026)
СПЕКТРОСКАН SE SUL-01	±(0,04·X+0,00017)

Наименование характеристики	Значение
СПЕКТРОСКАН SE SUL-02	$\pm(0,04 \cdot X + 0,00017)$
Предел повторяемости ³⁾ результатов единичных определений (P=0,95), %, в поддиапазонах измерений: СПЕКТРОСКАН SE SL - от 0,0010 до 0,100 % включ. - св. 0,100 до 1,00 % включ. - св. 1,00 до 5,00 %	0,0263 · X + 0,00022 0,0146 · X + 0,0014 0,0075 · X + 0,0085
СПЕКТРОСКАН SE SUL-01 - от 0,00030 до 0,100 % включ. - св. 0,100 до 1,00 % включ. - св. 1,00 до 5,00 %	0,0272 · X + 0,00014 0,0146 · X + 0,0014 0,0075 · X + 0,0085
СПЕКТРОСКАН SE SUL-02 - от 0,00030 до 0,0100 % включ. - св. 0,0100 до 0,100 % включ. - св. 0,100 до 1,00 % включ. - св. 1,00 до 5,00 %	0,006 · X + 0,00010 0,03 · X - 0,00014 0,0146 · X + 0,0014 0,0075 · X + 0,0085
Предел допускаемого относительного СКО случайной составляющей погрешности (для массовой доли серы 0,05 %), %	0,5
<p>1) Содержание серы может быть представлено в единицах массовой доли, выраженной в млн^{-1} (мг/кг, ppm), путем пересчета $1 \% = 10000 \text{ млн}^{-1}$ при этом аддитивная часть пределов допускаемой абсолютной погрешности и предела повторяемости измерений должна быть пересчитана таким же образом.</p> <p>2) X - среднее арифметическое результатов двух параллельных определений массовой доли серы, %, если модуль их разности не превышает предела повторяемости.</p> <p>3) Модуль разности результатов двух параллельных определений массовой доли серы в двух образцах одной пробы.</p>	

8.4.7 При отрицательных результатах поверки проводят настройку и/или повторную калибровку анализатора и повторяют операции поверки для характеристик, которые не соответствуют требованиям таблицы 3. При повторных отрицательных результатах поверку прекращают и оформляют документы по п. 9.3.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Измерения, проводимые в процессе поверки, оформляются протоколом произвольной формы.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требованиям к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России от 02 июля 2015 г. №1815).

9.3 При отрицательных результатах поверки выдаётся извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требованиям к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России от 02 июля 2015 г. №1815).

Разработчик:

Зам. зав. лаб. 251
ФГУП «УНИИМ»



Мигаль П.В.