

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.Н. Пронин

«29» декабря 2023 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы нефтепродуктов МС2001

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 242-2541-2023

Руководитель
научно-исследовательского отдела
государственных эталонов
в области физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.В. Колобова

Ст. научный сотрудник
А.Б. Копыльцова

Санкт-Петербург
2023 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы нефтепродуктов МС2001 производства ООО «МС сервис», г. Москва, и устанавливает методы их первичной поверки до ввода в эксплуатацию, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Настоящая методика поверки обеспечивает прослеживаемость к государственному первичному эталону 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 ГЭТ 208-2019 с применением стандартных образцов посредством Государственной поверочной схемы, утвержденной приказом Росстандарта от 10.06.2021 № 988;

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки:

- прямое измерение поверяемым средством измерений величины, воспроизводимой мерой или стандартным образцом.

Примечания:

1) При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

2) Методикой поверки предусмотрена возможность проведения периодической поверки для меньшего числа измеряемых величин (октанового числа моторным, исследовательским методом, цетанового числа) и для меньшего числа измерительных ячеек (каналов) с обязательной передачей сведений об объеме проведенной поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр СИ	да	да	7
Контроль условий поверки (при подготовке к поверке опробовании средства измерений)	да	да	8.1
Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.4

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Проверка программного обеспечения СИ	да	да	9
Определение абсолютной погрешности измерений октанового числа моторным и исследовательским методом	да	да	10.1
Определение абсолютной погрешности измерений цетанового числа	да	да	10.2
Определение относительной погрешности измерений объемной доли изооктана	да	нет	10.3
Подтверждение соответствия метрологическим требованиям	да	да	10.4

2.2 Если при проведении одной из операций получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +15 до +25;
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа от 86 до 106

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К работе с анализаторами и проведению поверки допускаются поверители, ознакомленные с эксплуатационной документацией поверяемого анализатора (далее – ЭД), инструкцией по применению стандартных образцов (далее – СО) и прошедшие инструктаж по технике безопасности. Для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие операторов, обслуживающих анализатор (под контролем поверителя).

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
8.1 1 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средства измерений параметров окружающей среды: диапазон измерений температуры от +15 °С до +25 °С, относительной влажности от 10 % до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности по каналам:	Прибор комбинированный Testo 622 (рег. № 53505-13 в ФИФ ОЕИ)

Номер пункта методики поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	относительной влажности не более $\pm 3\%$, температуры не более $\pm 1,0\text{ }^\circ\text{C}$	
10.1 Определение абсолютной погрешности измерений октанового числа	стандартный образец состава и свойств бензина автомобильного с диапазоном аттестованных значений октанового числа по моторному методу от 72 до 90; октанового числа по исследовательскому методу от 70 до 120; максимальным допускаемым значением абсолютной расширенной неопределенности (абсолютной погрешности) аттестованного значения октанового числа по моторному методу 0,5; октанового числа по исследовательскому методу 0,3	ГСО 9495-2009
10.2 Определение абсолютной погрешности измерений цетанового числа	стандартный образец состава и свойств топлива дизельного с диапазоном аттестованных значений цетанового числа от 15 до 65, максимальным допускаемым значением абсолютной расширенной неопределенности (абсолютной погрешности) аттестованного значения 1,0	ГСО 9493-2009
10.3 Определение относительной погрешности измерений объемной доли изооктана	стандартный образец состава изооктана с диапазоном аттестованных значений молярной доли изооктана от 99,70 % до 99,98 % включ., границы допускаемого значения абсолютной погрешности $\pm 0,06\%$ при доверительной вероятности 0,95	ГСО 7323-96
Вспомогательное оборудование и средства поверки		
10.3 Определение относительной погрешности измерений объемной доли изооктана	гептан нормальный эталонный по ГОСТ 25828-83 бюретки по ГОСТ 29251-91, не ниже 2 кл. точности, вместимостью 5 и 10 см ³	

5.2 Допускается применение не перечисленных в таблице 2:

- средств измерений с метрологическими характеристиками, соответствующими метрологическим требованиям таблицы 2;

- стандартных образцов, реактивов, контрольных растворов и вспомогательного оборудования, обеспечивающих соотношение погрешности средств поверки (СО, реактивы, контрольные растворы) и поверяемого анализатора не более 1/2.

5.3 Все средства измерений должны быть поверены¹⁾; стандартные образцы – иметь действующие паспорта.

6 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной

¹⁾ Сведения о результатах поверки средств измерений доступны в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

вентиляцией.

6.2 Концентрации вредных компонентов в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

6.3 Должны выполняться требования охраны труда для защиты персонала от поражения электрическим током согласно классу I ГОСТ 12.2.007.0-75.

6.4 Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в «Правилах технической эксплуатации электроустановок потребителей (ПТЭ)», «Правилах техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей» и «Правилах устройства электроустановок (ПУЭ)», утвержденных в установленном порядке и требованиям, указанным в ЭД на анализатор.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие анализаторов следующим требованиям:

- соответствие комплектности (при первичной поверке) и маркировки требованиям эксплуатационной документации;
- отсутствие механических повреждений, влияющих на работоспособность;
- исправность органов управления.

7.2 Анализатор считают выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует указанным выше требованиям.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)

Перед проведением поверки необходимо выполнить следующие подготовительные работы:

- проверить наличие в анализаторе действующих градуировок (в соответствии с паспортом анализатора);
- проверить соответствие требованиям п. 3.1;
- выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности;
- проверить наличие паспортов и сроки годности СО;
- подготовить контрольные смеси в соответствии с Приложением 1;
- подготовить анализаторы к работе в соответствии с ЭД;
- при проведении поверки на месте эксплуатации анализатора отсоединить ячейку от линии подачи технологического потока, очистить ячейку анализатора от загрязнений, промыть н-гептаном и высушить струей воздуха;
- допускается проведение поверки в условиях лаборатории, при условии отсоединения анализатора от линий технологических потоков, транспортировки в лабораторное помещение, очистки от остатков пробы или загрязнений, промывки н-гептаном и осушки струей воздуха;
- выдержать анализаторы при температуре поверки не менее 2 ч.

8.2 Поверку проводят для всех измерительных ячеек (каналов) анализатора в соответствии с заявкой. СО для поверки измерительной ячейки (канала) выбирают в зависимости от типа нефтепродукта, в среде которого они работают в процессе эксплуатации (бензин или дизельное топливо). Контрольные смеси используют для поверки всех измерительных каналов с подключенными к ним ячейками независимо от типа нефтепродукта, в среде которого они работают в процессе эксплуатации. Контрольные смеси после окончания поверки одной ячейки допустимо использовать повторно для поверки следующей ячейки.

Допускается проводить поверку в статических условиях, для этого каждую ячейку анализатора поочередно через трубку «Вход пробы» заполняют пробой СО или контрольной смеси (приблизительно 12-13 см³) до появления жидкости в трубке «Выход пробы» после чего трубки герметизируют пробками, салфеткой удаляют все потеки и защищают от прямого попадания дневного

или искусственного освещения с помощью экрана из темного материала.

8.3 С помощью интерфейса пользователя ПО в меню выбирают тип пробы («Бензин», «Дизельное топливо» или «Контрольные смеси») и запускают процесс измерений. Измерения проводятся автоматически в соответствии с заложенной в ПО последовательностью. Расчет и выдача результатов измерений осуществляется автоматически на дисплей анализатора.

8.4 Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)

8.4.1 При опробовании проверяют работоспособность анализатора.

Проверка работоспособности анализатора производится автоматически при включении электрического питания согласно ЭД.

8.4.2 Результаты опробования считают положительными, если по окончании времени прогрева:

- на дисплее выводятся сообщения о готовности в соответствии с ЭД;
- отсутствует сигнализация об ошибках и неисправностях.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

- проводят визуальную оценку идентификационных данных ПО анализаторов. Номер версии ПО выводится на дисплей при загрузке ПО и по запросу пользователя. Сравнивают полученные данные с идентификационными данными, установленными при проведении испытаний в целях утверждения типа (см. Описание типа анализаторов) и в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные ПО	Значение	
Идентификационное наименование программного обеспечения	MC2001	Model Gateway
Номер версии (идентификационный номер) ПО *	1.0.70	1.0.4.255

Примечание - Номер версии записывается в виде X.Y.Z (ПО «MC2001»), X.Y.Z.W (ПО «Model Gateway»), где X является метрологически значимым, а Y, Z и W не являются метрологически значимыми и описывают модификации, которые не влияют на МХ СИ (интерфейс, устранение незначительных программных ошибок и т.п.).

9.2 Результат подтверждения соответствия ПО анализаторов считают положительным, если идентификационные данные ПО соответствуют указанным в таблице 3.

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

10.1 Определение абсолютной погрешности измерений октанового числа

Определение абсолютной погрешности измерений октанового числа (ОЧ) моторным или исследовательским методом проводится по СО бензина автомобильного. Для проведения поверки должно быть использовано не менее двух СО с разными аттестованными значениями ОЧ. Проводят два последовательных измерения ОЧ для каждой ячейки, входящей в комплект анализатора в соответствии с паспортом анализатора.

Абсолютную погрешность измерений ОЧ рассчитывают по формуле

$$\Delta = X_i - X_{ст}, \quad (1)$$

где Δ - абсолютная погрешность при измерении детонационной характеристики;

$X_{ст}$ - аттестованное значение СО;

X_i - единичный результат измерения на анализаторе.

10.2 Определение абсолютной погрешности измерений цетанового числа

Определение абсолютной погрешности измерений цетанового числа (ЦЧ) проводится по СО топлива дизельного. Для проведения поверки должно быть использовано не менее двух СО с разными аттестованными значениями ЦЧ. Проводят два последовательных измерения ЦЧ для каждой ячейки, входящей в комплект анализатора в соответствии с паспортом анализатора.

Абсолютную погрешность измерений ОЧ рассчитывают по формуле (1).

10.3 Определение относительной погрешности измерений объемной доли изооктана

Определение относительной погрешности измерений объемной доли изооктана проводится с использованием контрольных смесей, приготовленных по Приложению 1.

Относительную погрешность δ определения объемной доли изооктана в контрольных смесях рассчитывают по формуле

$$\delta = \frac{X_i - X_{ст}}{X_i} 100 \% \quad (2)$$

Проводят не менее 3-х измерений с каждой контрольным раствором для каждой ячейки, подключенной к измерительному каналу.

10.4 Результат определения метрологических характеристик анализатора считается положительным, если значения, полученные по п. 10 соответствуют таблице 4.

Таблица 4 – Метрологические требования анализаторов

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений детонационной стойкости (октанового числа) бензинов	$\pm 1,5$
Пределы допускаемой абсолютной погрешности анализатора при измерении цетанового числа дизельных топлив	$\pm 2,0$
Пределы допускаемой относительной погрешности анализатора при измерении объёмной доли изооктана, %	± 10

11 Оформление результатов поверки

11.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении 2.

11.2 Анализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца анализатора или лица, представляющего владельца, выдают свидетельство о поверке установленной формы.

При отрицательных результатах анализаторы не допускают к применению, вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца или лица, представляющего владельца анализатора, выдают извещение о непригодности установленной формы с указанием причин непригодности.

Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (при его оформлении) или в паспорт анализатора.

Приготовление контрольных смесей

Для приготовления k-ой контрольной смеси (КС) в контейнеры из тёмного стекла с завинчивающимися пробками с помощью бюреток вместимостью 5,0 и 10,0 см³ приливают заданные объемы гептана нормального эталонного и ГСО 7323-96 в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1 - Состав контрольных смесей изооктан эталонный-гептан эталонный (для ячейки вместимостью 12,0 см³), % объемные

№ п/п	Объем гептана нормального эталонного, см ³	Объем ГСО 7323-96, см ³	Расчетное значение объемной доли изооктана, %	Расширенная относительная неопределенность U _k приготовления k-ой контрольной смеси при P = 0,95 и k=2, %
1	4,20	10,0	70,42	±0,7
2	1,32	12,0	90,09	±0,7
3	-	До заполнения ячейки анализатора	99,78	±0,1

Стандартная относительная неопределенность приготовления k-ой контрольной смеси:

$$u_k = \sqrt{u_{\text{бюр1}}^2 + u_{\text{бюр2}}^2 + u_{\text{ГСО}}^2}, \%$$

Расширенная относительная неопределенность приготовления k-ой контрольной смеси при k=2, U_k = 2×u_k = 0,7 %.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № _____

Анализатор нефтепродуктов МС2001 _____, серийный № _____
Документ на поверку: МП 242-2541-2023 «ГСИ. Анализаторы нефтепродуктов МС2001.
Методика поверки»

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

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

Результаты внешнего осмотра

Результаты опробования

Результаты проверки ПО

Проверка метрологических характеристик

Таблица 1 - Результаты определения абсолютной погрешности измерения октанового числа моторным и исследовательским методом

№ п/п	Аттестованное значение октанового числа в СО	Результат измерений	Абсолютная погрешность измерений Δ	Соответствие требованиям Да (+), Нет (-)
1	ОЧ _М			
	ОЧ _И			

Таблица 2 – Результаты определения проверки абсолютной погрешности измерения цетанового числа

№ п/п	Аттестованное значение цетанового числа в СО	Результат измерений	Абсолютная погрешность измерений Δ	Соответствие требованиям Да (+), Нет (-)
1				

Таблица 3 - Результаты определения относительной погрешности измерений
объемной доли изооктана в контрольных смесях

№ п/п	Расчётное значение объемной доли изо- октана в контрольной смеси, %	Результат измерений, %	Относительная погрешность δ , %	Соответствие требованиям Да (+), Нет (-)
1				

Результат проведения поверки:

Поверитель:
