

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

УТВЕРЖДАЮ
И.о. генерального директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.Н. Пронин



30 ноября 2020 г

Государственная система обеспечения единства измерений

ЗАМЕСТИТЕЛЬ
ГЕНЕРАЛЬНОГО ДИРЕКТОРА
КРИВЦОВЕ. П.
ДОВЕРЕННОСТЬ № 17
ОТ 26 ЯНВАРЯ 2020

Анализаторы элементные compEact

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП-242-2399-2020

И.о. руководителя отдела государственных
эталонов в области физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.В. Колобова

Ст. научный сотрудник
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

М.А. Мешалкин

С.-Петербург
2020

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы элементные сmpEAct и устанавливает методы и средства их первичной поверки (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверки в процессе эксплуатации.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1- Операции поверки

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции при	
			первичной поверке	периодической поверке
1.	Внешний осмотр	п. 6.1	да	да
2.	Опробование	п. 6.2	да	да
3.	Проверка соответствия программного обеспечения (ПО)	п. 6.3	да	да
4.	Определение метрологических характеристик	п. 6.4	да	да

1.2. Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, то дальнейшая поверка прекращается.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки используются следующие средства:

- стандартные образцы:

- стандартный образец массовой доли азота в нефтепродуктах (имитатор) (СО МДАН-ПА) ГСО 10318-2013 (СО с массовой долей азота в диапазоне от 3 до 8 млн⁻¹);

- стандартный образец массовой доли серы в нефтепродуктах (имитатор) (СО ССН-ПА) ГСО 10202-2013 (СО для УФ-флуоресцентного анализа с массовой долей серы в диапазоне от 3 до 8 млн⁻¹).

- вспомогательные средства поверки:

- изооктан эталонный ГОСТ 12433-83;

- термогигрометр электронный или гигрометр психрометрический, зарегистрированные в Федеральном фонде по обеспечению единства измерений (например, ФИФ №22129-09; ФИФ № 69566-17 или аналогичные).

Средства измерений, используемые при поверке, должны иметь действующие свидетельства о поверке, а стандартные образцы и изооктан – действующие паспорта.

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

2.3. При поверке анализаторов для определения содержания общей серы необходимо использовать стандартные образцы, предназначенные для анализа методом УФ-флуоресценции.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. При проведении поверки должны соблюдаться требования безопасности, изложенные в Руководстве по эксплуатации анализаторов.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды

от 15 до 30 °С;

- относительная влажность

не более 80 %.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Перед проведением поверки прогреть анализатор не менее двух часов.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр.

6.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие маркировки и комплектности анализаторов технической документации, входящей в комплект анализатора;
- отсутствие внешних повреждений и загрязнений, влияющих на работоспособность анализаторов;
- четкость всех надписей на приборах;
- исправность органов управления, настройки и коррекции (кнопки, переключатели, тумблеры).

6.1.2. Анализатор считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

6.2. Опробование.

6.2.1. Анализатор считается прошедшим опробование, если после включения питания и запуска программы на дисплее появляется стартовое окно программы управления прибором и отсутствуют сообщения об ошибках.

6.3. Проверка соответствия программного обеспечения (ПО).

6.3.1. Проверка осуществляется следующим образом:

В главном меню ПО EAvolution последовательно выбрать следующие пункты меню: «Система», далее «Прибор», далее «Информация», затем «Версия». В результате откроется список, в котором приведены идентификационные названия и, соответственно, номера версий ПО EAvolution и метрологически значимых частей прошивки контролера (Wallace и Bates). Вид окна с идентификационными данными ПО приведен на рисунке 1.

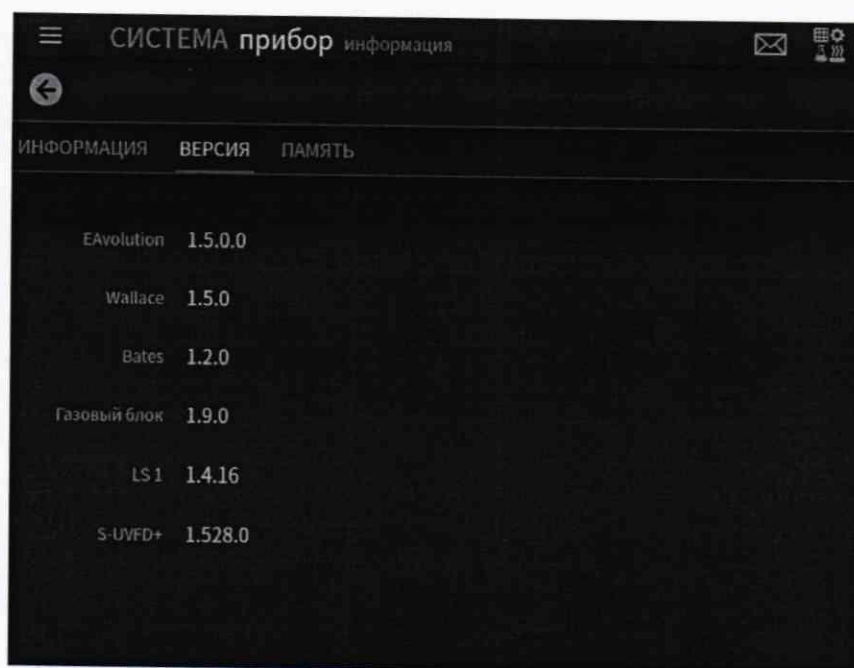


Рисунок 1 - Окно ПО с идентификационными данными.

6.3.2. Анализатор считается выдержавшим проверку по п. 6.3, если версии ПО не ниже, чем указано в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение		
	Встроенное управляющее ПО	Встроенное ПО контроллера	
Идентификационное наименование ПО	EAvolution	Wallace	Bates
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.5.0.0	не ниже 1.5.0	не ниже 1.2.0
Цифровой идентификатор ПО	–	–	–

6.4. Определение метрологических характеристик.

6.4.1. Определение чувствительности.

6.4.1.1. Создать и загрузить метод для определения общего азота (TN) или общей серы (TS). Обязательные и рекомендуемые значения основных параметров метода и серии измерений приведены в таблице 3. После загрузки метода прогреть анализатор в течение не менее 2 часов. Необходимо убедиться непосредственно перед началом измерения, что количество повторных измерений, объем ввода и плотность заданы правильно. Данные параметры возможно задать непосредственно перед началом измерения, не изменяя их в установках метода, в случае если в методе значение отличается от требуемого. Значения остальных параметров метода, не указанных в таблице 3, принимаются любыми в пределах, допустимых для задания в ПО EAvolution. Для них рекомендуется применять значения, используемые в ПО EAvolution по умолчанию. Холостые значения, установленные в ПО, оставить без изменения, т.к. они не влияют на величину сигнала, используемого для поверки анализаторов.

Таблица 3 - Основные значения параметров метода и серии измерения для определения TN, TS

Параметр метода	Значение
Обязательные значения	
Количество повторных измерений	6-6
Относительное СКО, %	5
Объем ввода, мкл	20
Количество промывок пробой перед серией повторных измерений	не менее 3
Количество остальных промывок, задаваемых в методе, кроме промывок пробой перед серией повторных измерений	0
Режим МРО (только для определения TS)	выключен
Температура печи, °С	1050
Разбавление	1:1
Время 2-го сжигания	60 с
Поток аргона	150 мл/мин
Поток кислорода при 2-ом сжигании	150 мл/мин
Максимальное время интегрирования	не менее 300 с
Порог начала интегрирования	не более 0,5 cts (y.e.)
Порог окончания интегрирования	не более 0,5 cts (y.e.)

Продолжение таблицы 3

Рекомендуемые значения	
Плотность	Значение плотности стандартного образца взять из паспорта на стандартный образец
Скорость забора	2 мкл/с
Скорость дозирования	0,5 мкл/с

6.4.1.2. Провести промывку измерительного тракта анализатора следующим образом. Установить параметры метода и серии измерения, как указано в п. 6.4.1.1. Установить в поле «Тип» последовательности анализов тип вводимой пробы как «Проба». С помощью команды запуска измерения запустить многократное измерение, вводя в печь с помощью системы ввода жидких проб анализатора изооктан в качестве пробы. Значение плотности, установленное в методе, не влияет на результат промывки. При желании паспортное значение плотности изооктана может быть введено в ПО EAvolution непосредственно перед запуском промывки. При этом оно не будет изменено в самом методе. Введенное в ПО EAvolution значение плотности изооктана не влияет на результат промывки. Данное измерение необходимо повторять до тех пор, пока получаемое в результате измерения значение интенсивности выходного сигнала $I_{\text{брутто}}$ не перестанет уменьшаться и станет стабильным. Если текущей серии из 6 измерений для этого недостаточно, запустить повторную серию измерений.

6.4.1.3. Провести 6 раз измерение жидкого стандартного образца, имеющего аттестованное значение массовой доли TN или TS в диапазоне от 3 млн^{-1} до 8 млн^{-1} , используя систему ввода жидких проб анализатора.

Для проведения измерения установить параметры метода и серии измерения, как указано в п. 6.4.1.1. Установить в поле «Тип» последовательности анализов тип вводимой пробы как «Проба». Установить разбавление 1:1 перед началом анализа. Запустить многократное (заданное в методе значение – 6 раз) измерение стандартного образца, имеющего аттестованное значение массовой доли TN или TS от 3 млн^{-1} до 8 млн^{-1} , с помощью команды запуска измерения.

6.4.1.4. После завершения серии измерений провести расчет чувствительности анализатора согласно пп. 6.4.1.5 и 6.4.1.6.

6.4.1.5. Рассчитать интенсивность выходного сигнала. Результат, полученный для первого измерения в серии, не использовать в расчетах. Рассчитать по формуле (1) среднее арифметическое значение I остальных 5 полученных значений интенсивности выходного сигнала (для повторов со 2 по 6) для TN или TS, выраженное в условных единицах (у.е., в ПО EAvolution также обозначаются как «AU»). Значения интенсивности выходного сигнала I_i берутся для расчета по формуле (1) из таблицы результатов измерения стандартного образца, находящейся в программном обеспечении EAvolution, или в распечатке отчета об анализе из строк, соответствующих измерениям со 2 по 6, как величина, имеющая обозначение « $I_{\text{брутто}}$ ».

$$I = \frac{\sum_{i=1}^n I_i}{n}, \quad (1)$$

где: I_i – i -ое значение выходного сигнала в серии измерений (для повторов со 2 по 6), у.е.;
 n – число измерений, принятых для расчета ($n = 5$).

Рассчитанное значение I использовать для расчета по формуле (2) согласно п. 6.4.1.6 в качестве параметра «Интенсивность выходного сигнала».

6.4.1.6. Рассчитать чувствительность S , выраженную в условных единицах на нанограмм, как интенсивность выходного сигнала на 1 нг TN или TS по формуле (2):

$$S = \frac{I}{C \times V \times \rho}, \quad (2)$$

где: I – интенсивность выходного сигнала, вычисленная по формуле (1), у.е.;
 C – паспортное значение массовой доли TN или TS в вводимом стандартном образце, млн⁻¹ или мг/кг;
 V – объем вводимого стандартного образца, мкл;
 ρ – плотность вводимого стандартного образца, кг/л или г/см³.

6.4.1.7. Анализатор считается выдержавшим проверку по п. 6.4.1, если полученное значение чувствительности (для TN или TS) не ниже 150 у.е./нг.

6.4.2. Определение относительного СКО выходного сигнала.

6.4.2.1. Для расчета относительного СКО выходного сигнала используются те же 5 значений интенсивности сигнала I_i , которые использовались в расчете по формуле (1), п. 6.4.1.5.

6.4.2.2. Рассчитать относительное СКО сигнала, выраженное в %, по формуле (3):

$$S_r = \frac{100}{I} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I - I_i)^2}{n - 1}}, \quad (3)$$

где: I – среднее арифметическое результатов измерения выходного сигнала (параметр «Интенсивность выходного сигнала», рассчитанный по формуле (1));
 I_i – i -ое значение выходного сигнала в серии измерений;
 n – число измерений, принятых для расчета ($n = 5$).

6.4.2.3. Анализатор считается выдержавшим поверку по пункту 6.4.2, если значение относительного СКО выходного сигнала (для TN или TS) не превышает 5 %.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку.

7.2. Анализатор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годным, и на него оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

На оборотной стороне свидетельства приводится следующая информация:

- результаты опробования и внешнего осмотра;
- результаты определения метрологических характеристик.

7.3. Анализатор, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается, и на него выдается извещение о непригодности.

7.4. Знак поверки наносится на лицевую панель анализатора (с правой стороны) и (или) на свидетельство о поверке.