

Оглавление

ВВЕДЕНИЕ.....	3
1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	3
2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....	3
3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ	4
4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	4
5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ	4
6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	4
6.1 Внешний осмотр	4
6.2 Проверка функционирования (опробование) и проверка соответствия ПО.....	4
6.3 Определение метрологических характеристик	6
7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....	6
ПРИЛОЖЕНИЕ А. ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ (РЕКОМЕНДУЕМАЯ)	7

ВВЕДЕНИЕ

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы серы в нефти и нефтепродуктах рентгенофлуоресцентные энергодисперсионные СПЕКТРОСКАН SUL (в дальнейшем - анализаторы).

Настоящая методика поверки МП 242-2219-2018 распространяется на вновь изготавливаемые анализаторы серы в нефти и нефтепродуктах рентгенофлуоресцентные энергодисперсионные СПЕКТРОСКАН SUL.

Анализаторы подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке.

Интервал между поверками – один год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

№	Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			первичная	в эксплуатации
1	Внешний осмотр, проверка комплектности	6.1	Да	Да
2	Опробование и проверка соответствия ПО	6.2	Да	Да
3	Проверка метрологических характеристик: диапазона измерений, абсолютной погрешности и повторяемости результатов единичных измерений	6.3	Да	Да

1.2 Допускается проводить поверку анализатора на меньшем числе поддиапазонов измерений (рабочем диапазоне) с обязательным указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 Термогигрометр утвержденного типа (диапазон измерений относительной влажности от 10 до 95 %; абсолютная погрешность не более 10 %; диапазон измерений температуры от +10 до +40 °С; абсолютная погрешность не более 0,5 °С).

2.2 Барометр утвержденного типа (диапазон измерений от 84 до 105 кПа, относительная погрешность не более 3 %).

2.3 Стандартные образцы утвержденного типа массовой доли серы в минеральном масле в диапазоне аттестованных значений массовой доли серы от 0,0003 % до 5,00 % (СО для рекомендованные первичной поверки приведены в таблице 2).

Таблица 2

№ образца	Номер СО	Наименование СО	Интервал аттестованных значений, %	Границы допускаемых значений относительной погрешности, при P = 0,95, %
1	ГСО 9513-2010	СН-0,0003-НС	0,0002 ¹⁾ -0,0004	20 %
2	ГСО 9406-2009	СН-0,060-НС	0,050-0,066	2 %
3	ГСО 9410-2009	СН-1,00-НС	0,900-1,100	
4	ГСО 9416-2009	СН-5,00-НС	4,50 – 5,50	

¹⁾ С аттестованным значением не менее 0,0003 %.

2.4 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик анализатора с требуемой точностью.

3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1 При проведении поверки должны соблюдаться условия, приведенные в таблице 3.

Таблица 3 – Условия поверки

Температура окружающего воздуха	(20 ± 5) °С
Атмосферное давление	84-105 кПа
Относительная влажность	Не более 90 %

3.2 Установка и подготовка анализатора к поверке, включение соединительных устройств, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с эксплуатационной документацией.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в эксплуатационных документах на анализатор.

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

К проведению измерений по поверке допускаются поверители, изучившие эксплуатационную документацию на анализатор СПЕКТРОСКАН SUL и настоящую методику поверки. Для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие в поверке оператора, обслуживающего анализатор, или сервис-инженера (под контролем поверителя).

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие анализатора следующим требованиям:

- наличие эксплуатационной документации;
- отсутствие механических повреждений и дефектов покрытия;
- целостность показывающих приборов;
- надписи и обозначения на приборе должны быть чёткими;

6.2 Проверка функционирования (опробование) и проверка соответствия ПО.

6.2.1 Опробование.

Включить анализатор. Провести измерения контрольного образца Мо, входящего в состав ЗИП анализатора, следуя инструкциям раздела «Выполнение измерений» Руководства по эксплуатации анализатора РА8.000.000РЭ (далее - РЭ) и указаниям на экране индикации.

Анализатор функционирует нормально, если по окончании измерений на табло отобразится: «Установите холостую пробу».

6.2.2 Проверка соответствия встроенного ПО

Вывести на экран окно с версией программного обеспечения, следуя инструкциям раздела «Идентификация программного обеспечения» РЭ. Результаты проверок положительные, если версия ПО – 3.09 или выше.

6.2.3 Проверка соответствия автономного ПО (проводится, если ПО входит в состав комплекта поставки и используется для выполнения определения массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах).

6.2.3.1 Для того чтобы выполнить идентификацию программного обеспечения (двух модулей) «Количественный анализ» и «Проверка спектрометра», необходимо подключить анализатор к персональному компьютеру, с установленным ПО «Спектр-Квант», в соответствии пунктом «Включение анализатора» РЭ, запустить на персональном компьютере программную оболочку «Спектр-Квант» и выбрать из пункта меню «Справка» команду «О программе».

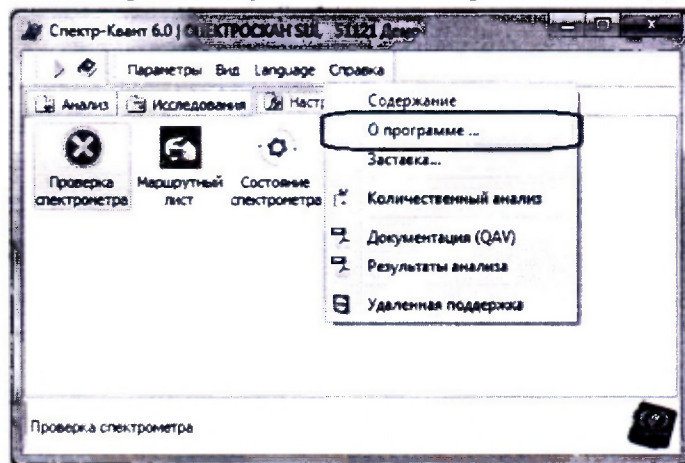


Рисунок 1 – Окно «О программе»

При выборе этой команды на экране появится окно, показанное на Рис.2 В окне «О программе» в графе «Приложение» указаны наименования модулей ПО, в графе «Версия» указаны номера версий. Форму записи 4.0(306) следует читать: 4.0.0.306.

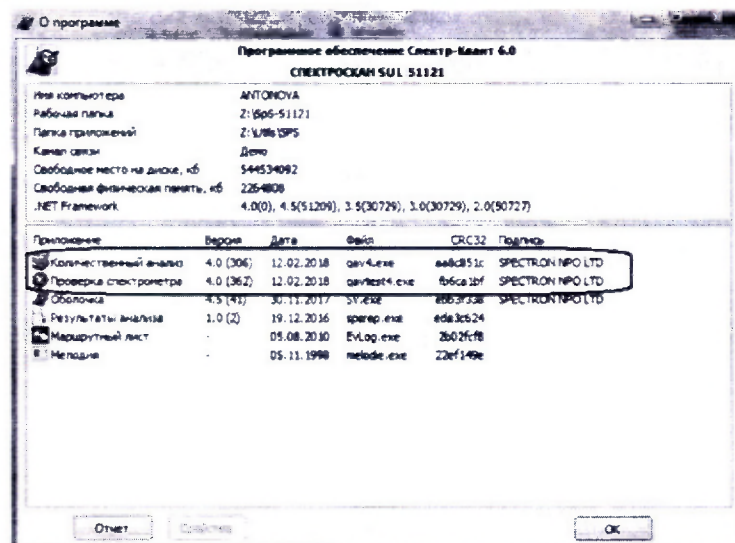


Рисунок 2 – Окно оболочки «Спектр-Квант»

6.2.3.2 Анализатор считается выдержавшим проверку по п. 6.2.3, если для каждого из двух модулей ПО, указанных в п.6.2.3.1, версия не ниже, чем указано в таблице 4 и подтверждена электронной подписью SPECTRON NPO LTD.

Таблица 4 – Версии модулей ПО

Наименование модуля ПО	Номер версии (идентификационный номер) модуля ПО
«Количественный анализ»	Не ниже 4.0.0.0
«Проверка спектрометра»	

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Проверка диапазона измерений, определение абсолютной погрешности анализатора и повторяемости результатов единичных измерений проводится с использованием стандартных образцов указанных в п.2.3.

При проведении поверки в рабочем поддиапазоне измерений должно быть использовано не менее трех СО, равномерно распределенных по рабочему поддиапазону измерений.

Измерения проводят в соответствии с пунктом «Процедура анализа» РЭ.

6.3.2 По окончании анализа результаты измерений (среднее арифметическое значение результатов единичных измерений массовой доли серы в стандартном образце (X) и модуль разности между двумя единичными измерениями (X1-X2)) регистрируются анализатором и автоматически распечатываются на встроенном термопринтере.

Результаты определения метрологических характеристик признаются положительными, если:

- модуль разности результатов двух последовательных измерений массовой доли серы (X1-X2) в каждом СО, не превышает предела повторяемости результатов единичных измерений, указанного в таблице 5;

- разница между аттестованным значением СО и средним арифметическим значением результатов единичных измерений массовой доли серы в каждом СО, не превышает предела допускаемой абсолютной погрешности, указанного в таблице 5.

Таблица 5 - Допускаемые пределы абсолютной погрешности и повторяемости

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой доли серы, %	от 0,00030 до 5,00
Пределы допускаемой абсолютной погрешности ¹⁾ , массовая доля серы, %	$\pm(0,04 \cdot X + 0,00017)$
Предел повторяемости ^{1), 2)} результатов единичных измерений (P=0,95), %: - в диапазоне от 0,00030 до 0,100 включ.% - в диапазоне св. 0,100 до 5,00 %	$0,0273 \cdot X + 0,00014$ $0,0145 \cdot X^{0,7035}$

¹⁾ X - среднее арифметическое двух результатов единичных измерений массовой доли серы, %, если модуль их разности не превышает предела повторяемости.

Значения пределов допускаемой погрешности и пределов повторяемости для конкретных значений X подлежат округлению в соответствии с разделом 10.2 «Представление результатов измерения» Руководства по эксплуатации РА8.000.000РЭ.

²⁾ Модуль разности результатов единичных измерений массовой доли серы в двух образцах одной пробы.

Приложение А. Форма протокола поверки (рекомендуемая)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Анализаторы серы в нефти и нефтепродуктах рентгенофлуоресцентные энергодисперсионные
СПЕКТРОСКАН SUL

Заводской номер _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Поверка проведена по методике поверки МП 242-2219-2018. «ГСИ. Анализаторы серы в нефти и нефтепродуктах рентгенофлуоресцентные энергодисперсионные СПЕКТРОСКАН SUL. Методика поверки», утвержденной ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» 27.07.2018 г.

УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

Температура окружающего воздуха, °С _____

Относительная влажность окружающего воздуха, % _____

Средства поверки (с указанием погрешности и срока годности) _____

Результаты опробования

Результаты проверки соответствия программного обеспечения

Результаты определения метрологических характеристик

Наименование стандартного образца				
Аттестованное значение массовой доли серы, $C_{атт}$, мг/кг				
Среднее значение для двух последовательных единичных измерений, $C_{изм}$, мг/кг				
Разница между измеренными и аттестованными значениями ГСО $C_{атт} - C_{изм}$, мг/кг				
Пределы допускаемой абсолютной погрешности, мг/кг				
Модуль разности между двумя последовательными единичными измерениями массовой доли серы, мг/кг				
Предел повторяемости результатов единичных измерений, мг/кг				

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПОВЕРКИ

Анализатор зав. номер _____ признан пригодным к применению/непригодным к применению.

Поверитель _____