

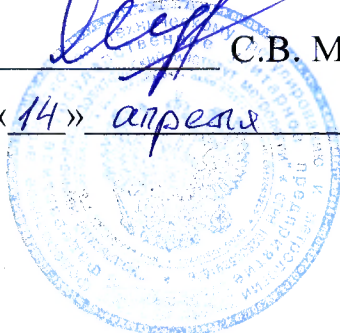
УТВЕРЖДАЮ

Директор

ФГУП «УНИИМ»


С.В. Медведевских

«14» апреля 2017 г.



УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор

ООО «НПО «СПЕКТРОН»


П.П. Киселев

«14» апреля 2017 г.



**АНАЛИЗАТОРЫ СЕРЫ
УЛЬТРАФИОЛЕТОВЫЕ ФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ
В НЕФТЕПРОДУКТАХ
«СПЕКТРОСКАН UFS»**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

РА16.000.000.Д22

(С изменением № 1)

г. Санкт-Петербург

2017

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА:

ФГУП «УНИИМ»

ООО «НПО «СПЕКТРОН»

2 УТВЕРЖДЕНА:

Директором ФГУП «УНИИМ» в 2014 г.

Генеральным директором ООО «НПО «СПЕКТРОН» в 2014 г.

Изменение № 1 утверждено ФГУП «УНИИМ» «14» апреля 2017 г.

ООО «НПО «СПЕКТРОН» «14» апреля 2017 г.

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	4
1 Операции поверки	4
2 Средства поверки	4
3 Требования безопасности.....	5
4 Условия поверки и подготовка к ней.....	5
5 Требования к квалификации поверителей.....	5
6 Проведение поверки.....	5
6.1 Внешний осмотр.....	5
6.2 Идентификация программного обеспечения	6
6.3 Проверка функционирования (опробование) аппаратуры	6
6.4 Определение метрологических характеристик.....	6
7 Оформление результатов поверки.....	7
Приложение А.....	9
Приложение Б	10

Введение

Настоящая методика распространяется на анализаторы серы ультрафиолетовые флуоресцентные в нефтепродуктах «СПЕКТРОСКАН UFS», изготовленные ООО «НПО «СПЕКТРОН», г. Санкт-Петербург.

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

Интервал между поверками - 1 год

1 Операции поверки

1.1 При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

- внешний осмотр п. 6.1;
- идентификация программного обеспечения (ПО) п.6.2;
- проверка общего функционирования (опробование) п. 6.3;
- определение метрологических характеристик п. 6.4.

1.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается и выдаётся извещение о непригодности.

2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки должны применяться средства поверки, указанные в таблице 1.

Таблица 1

№ п/п	Наименование средств поверки
2.1.1	Термометр лабораторный ТЛ4-Б2 по ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (0 - 50) °С, цена деления 0,1 °С
2.1.2	Психрометр аспирационный МВ-4-М или МВ-4-2М по ТУ 25-1607.054-85.
2.1.3	Растворитель – изооктан без хлора и серы (БХС) по ТУ 2631-082-44493179-02 с изм. 1
2.1.4	ГСО 9392-2009 содержания микропримесей серы в нефтепродуктах ССН-ВНИИМ-10 (аттестованное значение массовой доли серы 10 мг/кг, относительная погрешность аттестованного значения $\pm 3,0 \%$)
Примечание – При поверке допускается применение других средств измерений, стандартных образцов, допущенных к применению в Российской Федерации в установленном порядке и обеспечивающих определение метрологических характеристик анализатора с требуемой точностью.	

(Измененная редакция, Изм. №1)

2.2 Средства измерений, приведенные в таблице 1, должны быть поверены, а стандартный образец должен иметь паспорт с не истекшим сроком годности.

3 Требования безопасности

При поверке необходимо соблюдать правила безопасности в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на поверяемые анализаторы и применяемые средства поверки.

4 Условия поверки и подготовка к ней

4.1 На первичную поверку предоставляются протоколы приёмосдаточных испытаний в части требований безопасности:

- измерение сопротивления изоляции первичных цепей;
- испытание изоляции на электрическую прочность;
- измерение сопротивления заземления.

4.2 При проведении поверки должны соблюдаться условия, перечисленные в таблице 2.

Таблица 2

Параметр	Значение
Температура окружающего воздуха	$(20 \pm 10) ^\circ\text{C}$
Относительная влажность	до 80 %
Время прогрева анализатора	1 час

4.3 Анализаторы и средства поверки должны быть подготовлены к работе в соответствии с их эксплуатационной документацией.

5 Требования к квалификации поверителей

К проведению измерений по поверке допускаются лица, имеющие опыт работы с анализаторами нефтепродуктов, изучившие эксплуатационную документацию на анализатор «СПЕКТРОСКАН UFS» и настоящую методику. Допускается проведение отдельных операций по поверке специалистами организации, применяющей анализатор.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 Внешний осмотр анализатора предусматривает проверку:

- комплектности;
- отсутствия механических повреждений корпуса;
- крепления органов управления и чёткости фиксации;

- состояния лакокрасочных покрытий.

6.2 Идентификация программного обеспечения

6.2.1 Проверка текущей версии программного обеспечения и цифровой подписи разработчика программного обеспечения производится согласно раздела «Идентификация программного обеспечения» «Руководства пользователя программным обеспечением».

6.2.1.1, 6.2.1.2 (Исключены, Изм. №1)

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

6.2.1, 6.2.2 (Измененная редакция, Изм. №1)

6.3 Проверка функционирования (опробование) аппаратуры

При опробовании необходимо:

- осуществить подачу газов в анализатор, проверить анализатор на отсутствие утечек в газовой линии (см. Приложение А «Руководства по эксплуатации»);

- запустить пользовательскую программу и прогреть анализатор в соответствии с разделом «Прогрев прибора» «Руководства по эксплуатации».

Результат поверки п. 6.3 считают положительным, если не выявлены газовые утечки и по окончании прогрева в информационном окне программного обеспечения, заданные параметры анализатора соответствуют фактически установленным.

6.3 (Измененная редакция, Изм. №1)

6.4 Определение метрологических характеристик

6.4.1 Подготовить изооктан по п. 2.1, который является холостой пробой.

6.4.2 Подготовить стандартный образец по п. 2.1 (СО).

6.4.3 В программе «ПО СПЕКТРОСКАН UFS» выбрать раздел «Поверка» в соответствии с Руководством по эксплуатации. В режиме «Поверка» происходит автоматическая настройка рабочих параметров прибора (расход газов, чувствительность детектора и других).

6.4.4 После готовности прибора к измерениям (зеленый цвет значка индикации готовности) нажать кнопку «Начать» и провести по 10 последовательных впрыскиваний холостой пробы и СО одинакового объема (20 мкл) и с одинаковой скоростью ввода (1 мкл/с) при помощи устройства ввода (см. раздел «Ввод пробы» «Руководства по эксплуатации»).

6.4.5 По окончании всех измерений ПО анализатора рассчитывает и выводит на экран компьютера:

I_i^o – i -й сигнал при измерении холостой пробы (у.е.);

\bar{I}^o – среднеарифметическое значение сигнала при измерении холостой пробы (у.е.)

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

где m – число измерений холостой пробы;

$\sigma_{\text{хол}}$ – СКО выходного сигнала, полученного на холостой пробе (у.е.)

$$\sigma_{\text{хол}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^m (I_i^o - \bar{I}^o)^2}{m-1}}; \quad (2)$$

I_i – сигнал от i -го измерения стандартного образца (у.е.);

\bar{I} – среднеарифметическое значение сигнала при измерении СО (у.е.)

$$\bar{I} = \frac{\sum_{i=1}^n I_i}{n}, \quad (3)$$

где n – число измерений СО;

σ – относительное СКО выходного сигнала анализатора (%)

$$\sigma = \frac{100}{\bar{I}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_i - \bar{I})^2}{n-1}}; \quad (4)$$

η – чувствительность (у.е./ (мг/кг))

$$\eta = \frac{\bar{I} - \bar{I}^o}{C}, \quad (5)$$

где C – аттестованное значение массовой доли серы в стандартном образце, мг/кг;

C_{ld} – предел детектирования серы (мг/кг)

$$C_{\text{ld}} = \frac{3 \cdot \sigma_{\text{хол}}}{\eta}. \quad (6)$$

6.4.6 Результаты поверки по п. 6.4 считают положительными, если относительное СКО выходного сигнала и предел детектирования (обнаружения) соответствуют значениям, указанным в таблице 3.

Таблица 3

Наименование характеристик	Значения характеристик
Предел детектирования серы, мг/кг, не более	0,5
Предел допускаемого относительного СКО выходного сигнала анализатора, %	7
Чувствительность, у.е./ (мг/кг), не менее	600

6.4.1-6.4.6 (Измененная редакция, Изм. №1)

7 Оформление результатов поверки

7.1 Измерения, проводимые в процессе поверки, оформляются протоколом (Приложение Б).

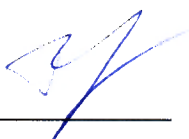
7.2 Анализатор, прошедший поверку с положительными результатами, допускается к применению.

7.3 При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

7.4 При отрицательных результатах поверки анализатор не допускается к применению, в паспорте производится запись о его непригодности и на него выдаётся извещение о непригодности.

Разработчики:

Заведующий лабораторией методик
ООО «НПО «СПЕКТРОН»



Григорьев А.В.

Научный сотрудник
ФГУП «УНИИМ»



Мигаль П.В.

Приложение А (Исключено, Изм. №1)

Приложение Б
(Рекомендуемое)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № _____

от « » _____ г.

Средство измерений

Анализатор серы ультрафиолетовый флуоресцентный в нефтепродуктах «СПЕКТРОСКАН UFS»

Номер по Госреестру _____

Клеймо предыдущей поверки _____

Заводской номер _____

Дата выпуска _____

Принадлежащее _____

НД по поверке:

РА16.000.000.Д22 «ГСИ. Анализаторы серы ультрафиолетовые флуоресцентные в нефтепродуктах «СПЕКТРОСКАН UFS». Методика поверки» с изм. №1

Средства поверки:

ГСО _____ (№ _____ ; годен до _____);
изооктан х.ч. БХС по ТУ 2631-082-44493179-02

Условия поверки:

температура, °С: _____ ; относительная влажность, %: _____ .

Результаты внешнего осмотра

уд/неуд

Результаты опробования

уд/неуд

Результаты идентификации ПО

уд/неуд

Результаты измерений и расчетов:

Наименование характеристики	Полученное значение	Допускаемое значение
Предел детектирования серы, мг/кг		≤0,5
Относительное СКО выходного сигнала анализатора, %		≤7,0
Чувствительность, у.е./(мг/кг)		≥600

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПОВЕРКИ

Результаты поверки соответствуют требованиям НД по поверке.

СИ допускается к эксплуатации в качестве рабочего.

Выдано свидетельство о поверке от _____ № _____

Организация проводившая поверку:

Поверитель _____

Приложение Б (Измененная редакция, Изм. №1)