

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

УТВЕРЖДАЮ

И.о. директора

ФГУП «ВНИИМ

им. Д.И. Менделеева»

А.Н. Пронин

2018 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

АНАЛИЗАТОРЫ СЕРЫ
РЕНТГЕНОВСКИЕ ФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ ВОЛНОДИСПЕРСИОННЫЕ
СПЕКТРОСКАН SW-D3
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП-242-2176-2018

Зам. руководителя отдела Госэталонов
в области физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.В. Колобова

A blue ink signature of A.V. Kolobova.

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

М.А. Мешалкин

A blue ink signature of M.A. Meshalkin.

Санкт-Петербург
2018 г

Оглавление

Оглавление	2
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 Опробование	4
6.3 Проверка соответствия ПО	5
7 Оформление результатов поверки	8
Приложение А. Форма протокола поверки (рекомендуемая)	9

ВВЕДЕНИЕ

Настоящая методика распространяется на вновь выпускаемые анализаторы серы рентгеновские флуоресцентные волнодисперсионные СПЕКТРОСКАН SW-D3.

Анализаторы подлежат первичной (перед вводом в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке.

Интервал между поверками - 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

№	Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			В эксплуатации	После ремонта
1.	Внешний осмотр, проверка комплектности	6.1	Да	Да
2.	Опробование	6.2	Да	Да
3.	Проверка соответствия ПО	6.3	Да	Да
4.	Проверка метрологических характеристик: диапазона измерений и абсолютной погрешности; повторяемости результатов единичных измерений	6.4	Да	Да

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

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

2.3 Стандартные образцы массовой доли серы в минеральном масле: ГСО 10202-2013 (СО ССН-ПА (2)), ГСО 9405-2009 (СН-0,030-НС), ГСО 9409-2009 (СН-0,500-НС), ГСО 9416-2009 (СН-5,000-НС).

Метрологические характеристики СО приведены в таблице 2.

Таблица 2 - метрологические характеристики СО

№ п/п	№ стандартного образца	Аттестованная характеристика	Аттестованное значение (интервал аттестованных значений)	Границы допускаемых значений относительной погрешности, при P = 0,95, %
1.	ГСО 10202-2013	Массовая доля серы, $\text{млн}^{-1}(\text{мг/кг})$	2,0 - 2,5	$\pm 2,5$
2.	ГСО 9405-2009	Массовая доля серы, %	0,027 - 0,033	± 2
3.	ГСО 9409-2009		0,45 - 0,55	± 2
4.	ГСО 9416-2009		4,5 - 5,5	± 2

Средства измерений, используемые при поверке, должны иметь действующие свидетельства о поверке; стандартные образцы должны иметь действующие паспорта.

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

3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

Таблица 3 – Условия поверки

Температура окружающего воздуха	$(20 \pm 5)^{\circ}\text{C}$
Атмосферное давление	От 84 до 105 кПа
Относительная влажность	Не более 90%
Время прогрева анализатора	1 ч

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

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

4.2 Должны соблюдаться «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденные Минэнерго 13.01.2003 г.

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

К проведению измерений по поверке допускаются лица:

- имеющие удостоверение поверителя
- изучившие эксплуатационную документацию на анализатор СПЕКТРОСКАН SW-D3, 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 Опробование

При опробовании должны быть выполнены следующие операции:

- включить питание прибора от сети переменного тока;
- подать высокое напряжение на рентгеновскую трубку, повернув ключ на задней панели;
- осуществить прогрев прибора не менее 1 часа;

Анализатор считается прошедшим опробование, если после выполнения указанных процедур на экране появляется информация, показанная на рис.1, и по нажатию кнопки «Enter», программное обеспечение позволяет перейти в следующее диалоговое окно.

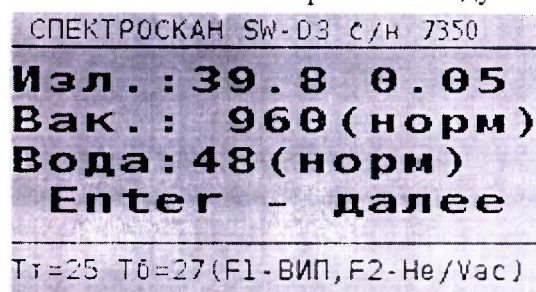


Рисунок 1 - Вид экрана при положительном результате опробования

6.3 Проверка соответствия ПО

6.3.1 Проверка соответствия встроенного ПО

Информация о серийном номере прибора и версии управляющей программы появляется после загрузки встроенного программного обеспечения, при включении анализатора.

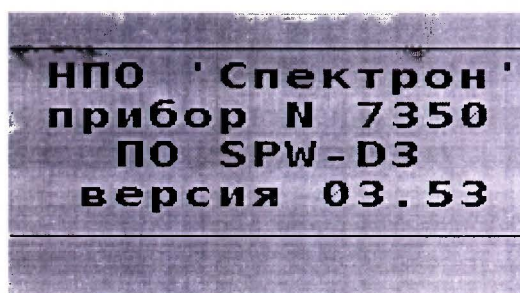


Рисунок 2 - Окно с версией ПО

Диалоговое окно с версией встроенного ПО можно также посмотреть, если нажать кнопку «Esc», в диалоговом окне, отображающем состояние прибора (Рисунок 1).

Анализатор считается выдержавшим поверку по п. 6.3.1, если версия ПО не ниже 3.15.

6.3.2 Проверка соответствия автономного ПО

6.3.2.1 Для того чтобы выполнить идентификацию программного обеспечения (четырёх модулей) «Количественный анализ», «Проверка спектрометра», «Измерение спектров», «Просмотр спектров» необходимо запустить программную оболочку «Спектр-Квант 6.0» и выбрать из пункта меню «Справка» команду «О программе».

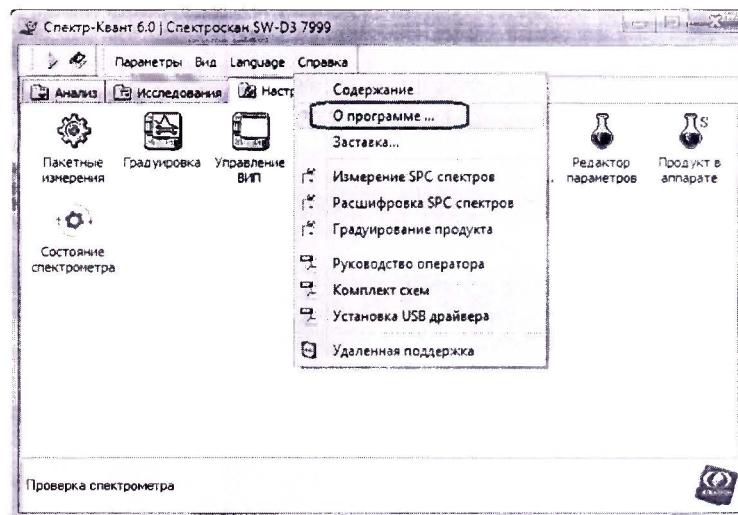


Рисунок 3 – Окно оболочки «Спектр-Квант 6.0»

При выборе этой команды на экране появится окно, показанное на Рис.4

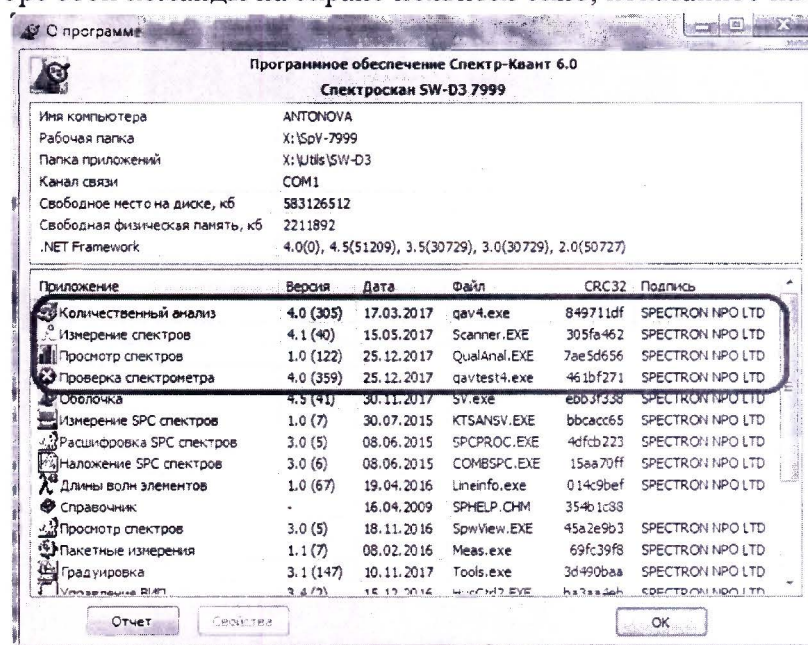


Рисунок 4 – Окно «О программе»

6.3.2.2. Анализатор считается выдержавшим поверку по п. 6.3.2, если для каждого из четырех модулей ПО, указанных в п.6.3.2.1, 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»	
«Измерение спектров»	
«Просмотр спектров»	Не ниже 1.0.0.0

6.4 Определение метрологических характеристик

6.4.1. Проверка диапазона измерений массовой доли серы, определение абсолютной погрешности анализатора и повторяемости результатов единичных измерений проводится с использованием стандартных образцов указанных в таблице 2.

При использовании стандартных образцов других типов, их аттестованные значения должны быть максимально близкими к указанным в таблице 2.

6.4.2. До начала измерений заполнить две кюветы (№1 и №2) стандартным образцом №1 (см. таблицу 2).

6.4.3. Установить контрольный образец, входящий в состав ЗИП анализатора, в гнездо №1, и две кюветы, указанные в п. 6.4.2, в гнезда №2 и №3 пробозагрузочного устройства.

6.4.4. Нажать клавишу <Enter>. Крышка пробозагрузочного устройства закроется, начнется процесс измерения.

6.4.5. По окончании процесса измерения ПО прибора проведет автоматический расчет среднего арифметического значения массовой доли серы в пробах, находящихся в кюветах №1 и №2 (C) и модуля разности между двумя полученными единичными измерениями (dC). По окончании автоматического расчета результат измерения (среднее арифметическое значение результатов единичных измерений массовой доли серы (C) в кюветах №1 и №2 и модуль разности между двумя единичными измерениями (dC) появятся на экране анализатора и автоматически распечатываются на встроенном термопринтере.

6.4.6. Операции по п.п. 6.4.2 - 6.4.4 повторить последовательно для стандартных образцов № 2, №3 и №4, указанных в таблице 2.

Результаты определения метрологических характеристик признаются положительными, если во всем диапазоне измерений (от 2,0 до 50000 мг/кг):

- модуль разности между двумя последовательными измерениями массовой доли серы (dC) в каждом СО, не превышает предела повторяемости результатов единичных измерений, указанного в таблице 5;

- разность между аттестованным значением СО и средним арифметическим значением массовой доли серы (C) в каждом СО, не превышает пределов допускаемой абсолютной погрешности, указанного в таблице 5.

Таблица 5 – Диапазон измерений и допускаемые пределы абсолютной погрешности и повторяемости

Диапазон измерений массовой доли серы, мг/кг	от 2,0 до 50000
Пределы допускаемой абсолютной погрешности, мг/кг	$\pm(0,04 \cdot X + 1,1)$ Где: X – массовая доля серы, мг/кг
Предел повторяемости* результатов единичных измерений (P=0,95), в диапазоне измерений, мг/кг	
- от 2 до 60 включительно	$0,045 \cdot X + 0,3$
- св. 60 до 500 включительно	4,0
- св. 500 до 50000	$0,017 \cdot X - 4,5$
	где: X – массовая доля серы, мг/кг
* модуль разности между двумя последовательными измерениями массовой доли серы в двух образцах одной пробы.	

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Оформление свидетельства о поверке проводится в соответствии с требованиями приказа № 1815 от 02.07.2015 г Мипромторга России «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

7.2. Данные, полученные при проведении поверки анализатора СПЕКТРОСКАН SW-D3, регистрируются в протоколе поверки. Рекомендуемая форма протокола приведена в приложении А.

7.3 Анализатор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признается пригодным. Положительные результаты оформляются свидетельством о его поверке. На оборотной стороне свидетельства приводится следующая информация:

- результаты опробования;
- результат проверки соответствия ПО;
- результаты определения метрологических характеристик;

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

7.5. Знак поверки наносится на лицевую панель спектрометра и (или) на свидетельство о поверке.

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ (РЕКОМЕНДУЕМАЯ)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Анализатор серы рентгеновский флуоресцентный волнодисперсионный
СПЕКТРОСКАН SW-D3

Заводской номер _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Поверка проведена по методике поверки «МП-242-2176-2018. Анализаторы серы рентгеновские флуоресцентные волнодисперсионные СПЕКТРОСКАН SW-D3. Методика поверки»

УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

Температура окружающего воздуха, °C _____

Относительная влажность окружающего воздуха, % _____

Атмосферное давление, кПа _____

Средства поверки (с указанием погрешности и срока годности) _____

Результаты опробования

Результаты проверки соответствия программного обеспечения

Результаты определения метрологических характеристик

Стандартный образец				
Аттестованное значение массовой доли серы, $S_{атт}$, мг/кг				
Среднее значение для двух последовательных единичных измерений, $S_{изм}$, мг/кг				
Разница между измеренными и аттестованными значениями ГСО $S_{атт} - S_{изм}$, 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 годным и допущен к эксплуатации.

Поверку произвёл _____