



АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО

«НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР ПО ИЗУЧЕНИЮ СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТИ И ВАКУУМА»

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор

АО «НИЦПВ»

Д.М. Михайлюк

«20» февраля 2023 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

АНАЛИЗАТОРЫ СЕРЫ РЕНТГЕНОВСКИЕ

ВОЛНОДИСПЕРСИОННЫЕ

АСВ-3

Методика поверки

МП ДИ22/57-2023

г. Москва

2023 г

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на анализаторы серы рентгеновские волнодисперсионные АСВ-3, изготавливаемые АО «ИЦ «Буревестник», г. Санкт-Петербург, и устанавливает методы и средства их первичной поверки при вводе в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

1.2 Методика поверки обеспечивает прослеживаемость поверяемых анализаторов к Государственному первичному эталону единицы массы (килограмма) ГЭТ 3-2020.

1.3 Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки: прямое измерение поверяемым СИ значений массовой доли серы, воспроизводимой стандартным образцом.

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 Для поверки анализаторов серы рентгеновских волнодисперсионных АСВ-3 (далее – анализаторов) должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции, выполняемые при проведении поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	Да	Да	7
Подготовка к поверке и опробование	Да	Да	8
Проверка программного обеспечения	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	10

2.2 Методикой поверки (далее – МП) не предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов и (или) отдельных автономных блоков из состава средства измерений, для меньшего числа измеряемых величин. МП предусмотрена возможность проведения периодической поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений на основании письменного заявления владельца средства измерений (далее – СИ) или лица, представившего СИ на поверку.

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

3 Метрологические и технические требования к средствам поверки

3.1 При проведении поверки должны применяться средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Перечень средств поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 8 Подготовка к поверке и опробование. п. 10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Стандартные образцы массовой доли серы в минеральном масле от 2 до 50000 млн ⁻¹ * Границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения (при P=0,95), ±δ, для: ГСО 11440-2019 (СМ-02-СХ) – 2,5%; ГСО 11441-2019 (СМ-03-СХ) – 2%; ГСО 11443-2019 (СМ-05-СХ) – 2%.	ГСО 11440-2019 (СМ-02-СХ), стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле (2 млн ⁻¹ , 3 млн ⁻¹); ГСО 11441-2019 (СМ-03-СХ), стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле (50 млн ⁻¹ , 100 млн ⁻¹ , 600 млн ⁻¹ , 1000 млн ⁻¹); ГСО 11443-2019 (СМ-05-СХ), стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле (50000 млн ⁻¹)
п. 8 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании)	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от +15 до +25 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±0,4 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне не более 85 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±3 %; Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 84,0 до 106,7 кПа, %, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±5 гПа	Прибор комбинированный Testo 622 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 53505-13) или аналогичный
*) содержание серы может быть представлено в единицах массовой доли, выраженной в млн ⁻¹ (мг/кг, ppm), путем пересчёта 1 % = 10000 млн ⁻¹ .		

3.2 Допускается применение других средств поверки с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого анализатора с требуемой точностью.

3.3 Все СИ, применяемые при поверке, должны иметь действующую запись о результатах поверки в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений и/или свидетельство о поверке на бумажном носителе, стандартные образцы (далее - СО) – действующие паспорта.

4 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

4.1 Требования безопасности должны соответствовать правилам и нормам, изложенным

в руководстве по эксплуатации анализаторов серы рентгеновских волнодисперсионных АСВ-3.

4.2 При проведении операций по поверке следует руководствоваться действующими на предприятии правилами и нормами, регламентированными инструкциями по безопасности труда для подразделений, где установлено поверяемое СИ.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 Поверка анализаторов должна проводиться юридическими лицами или индивидуальными предпринимателями, аккредитованными на право оказания услуг в области обеспечения единства измерений, в установленном действующим законодательством порядке.

5.2 К проведению поверки допускаются лица, допущенные к выполнению поверки по данному виду измерений, изучившие МП и руководство по эксплуатации (далее – РЭ) анализаторов, прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

5.3 При выполнении операций поверки допускается участие оператора, обслуживающего анализатор, который под контролем поверителя участвует в подготовке анализатора к поверке в соответствии с п. 8 и при выполнении измерений по п. 10.1 настоящей МП.

6 Требования к условиям проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- | | |
|--|-------------------|
| - температура окружающей среды, °С | от +15 до +25; |
| - атмосферное давление, кПа | от 84,0 до 106,7; |
| - относительная влажность воздуха, %, не более | 80. |

7 Внешний осмотр анализатора

7.1 При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- соответствие внешнего вида анализатора описанию типа СИ;
- наличие знака утверждения типа в месте, указанном в описании типа СИ;
- соблюдение требований по защите анализатора от несанкционированного доступа, указанных в описании типа СИ: наличие и целостность пломб в соответствии с требованиями эксплуатационной документации;
- наличие маркировки, подтверждающей тип и идентифицирующей анализатор;
- отсутствие на наружных поверхностях анализатора повреждений и дефектов, влияющих на его работоспособность;
- отсутствие ослаблений элементов конструкции, чистоту разъемов;
- надежность крепления соединительных элементов, кабелей.

7.2 Проверка производится внешним осмотром и сравнением с требованиями паспорта и РЭ. Должно быть установлено отсутствие механических повреждений, влияющих на работоспособность и метрологические характеристики анализатора.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Перед проведением поверки выполняют следующие работы:

- подготовить к работе анализатор в соответствии с п. 12.1 РЭ;
- проверить выполнение п. 6 настоящей МП.

8.2 Включить анализатор в соответствии с п. 12.2.1 РЭ:

- установить переключатель СЕТЬ в положение ВКЛ.;
- дождаться загрузки программного обеспечения, войти в учётную запись «Администратор» (допускается опробование проводить и в учётной записи «Аналитик»);




- включить вакуумный насос, нажав в строке состояния сенсорной панели анализатора на кнопку управления вакуумным насосом «». Дождаться достижения рабочего давления (не более 0,5 мбар) – значение давления «Р» отображается рядом с кнопкой « Р-1343,64 мбар »;
- включить высокое напряжение на рентгеновской трубке (РТ), нажав в строке состояния сенсорной панели анализатора на кнопку включения напряжения РТ «». На верхней крышке блока аналитического загорятся два фонаря красного цвета, сигнализирующие о включении высокого напряжения. Проверить исправность индикации в соответствии с РЭ;
- прогреть анализатор в течение не менее 60 минут (рекомендуется проводить прогрев в режиме «Интенсиметр»: в меню выбрать «Спектр» и нажать на кнопку «Интенсиметр») (рисунок 1).




Рисунок 1 – Вид главного меню уровня доступа «Администратор»

8.3 Подготовить кювету с стандартным образцом ГСО 11441-2019 (1000 млн⁻¹) в соответствии с паспортом на ГСО и РЭ анализатора.

Произвести контроль скорости счёта на стандартном образце ГСО 11441-2019 (1000 млн⁻¹):

- после прогрева анализатора в учётной записи «Администратор» войти в раздел «Спектр», задать экспозицию 10 секунд;
- разблокировать крышку камеры образцов, нажав в строке состояния сенсорной панели анализатора на кнопку со значком замка (рисунок 1).
- открыть крышку камеры образцов и установить в свободное гнездо диска пробоподачи приготовленную кювету с СО, запомнить его номер. В строке состояния сенсорной панели ана-

лизатора нажать на кнопку управления диском пробоподачи « S: 7 D: 1200 B T: 36.3°C ». В появившемся окне с мнемосхемой диска пробоподачи выбрать соответствующее гнездо с СО;

- нажать на экране кнопку «Интенсиметр». С периодичностью в 10 секунд на экран будет выводиться скорость счёта под обозначением «S», значение которой должно быть не менее 2000 имп/с.

8.4 Результат поверки по п. 8 считать положительным, если:

- измеренная скорость счёта на СО не менее 2000 имп/с.
- ПО анализатора «Программа рентгенофлуоресцентного анализа серы ASX» загружается без сбоев, функционирует в соответствии с требованиями РЭ, и индикация подачи высокого напряжения соответствует требованиям РЭ.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Подтверждение соответствия программного обеспечения (далее – ПО) анализатора проводится путём проверки соответствия ПО анализатора, представленного на поверку, требованиям настоящей МП.

9.1.1 Для проверки параметров ПО выполняют следующие операции:

- из главного меню программы перейти в меню «Настройка»;
- в меню «Настройка» выбрать пункт «Идентификационные данные» (рисунок 2);

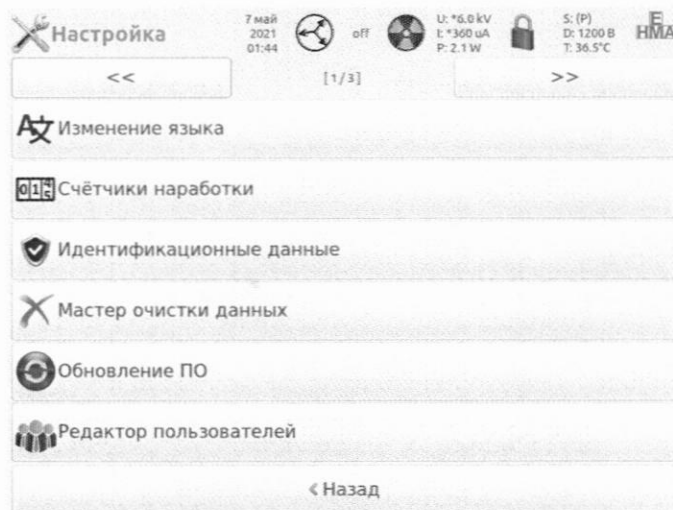


Рисунок 2 – Вид меню «Настройка» уровня доступа «Администратор»

9.1.2 Вкладка «Идентификационные данные» содержит информацию об используемом анализатором ПО. Вид окна этой вкладки представлен на рисунке 3.

Сравнить наименование ПО, его идентификационный номер с записями, сделанными в описании типа.

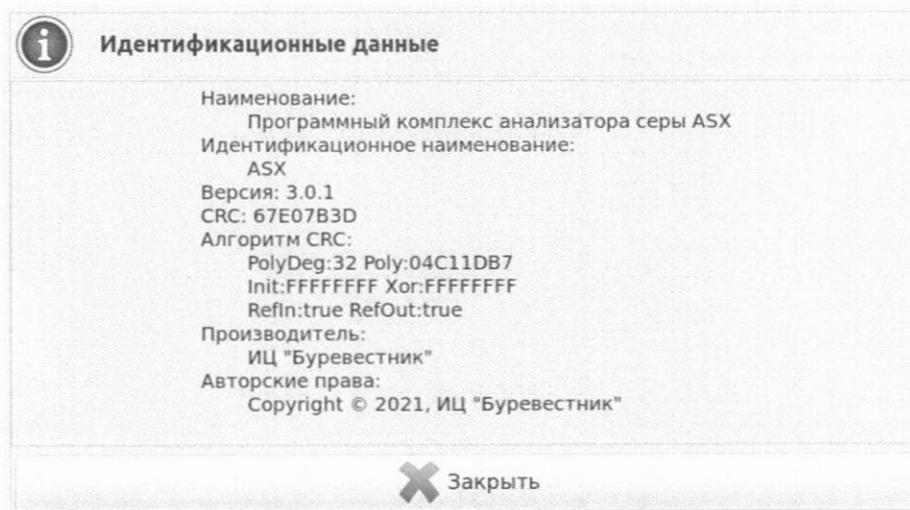


Рисунок 3 – Окно «Идентификационные данные»

Информация, указанная в окне «Идентификационные данные»:

- идентификационное наименование ПО;
- номер версии (идентификационный номер) ПО указан в строке «Версия:» (после последней цифры номера версии в формате X.X.X допускаются дополнительные цифровые и/или буквенные суффиксы);
- цифровой идентификатор метрологически значимого файла ПО указан в строке «CRC:»;
- алгоритм расчёта цифрового идентификатора указан в строках «Алгоритм CRC»;
- в строке «Производитель:» указан изготовитель СИ;

- в строке «Авторские права:» указан правообладатель.

9.1.3 Анализатор считается прошедшим проверку на подтверждение соответствия программного обеспечения, если наименование ПО, версия ПО и цифровой идентификатор ПО совпадают с данными, указанными в описании типа.

10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Определение диапазона измерений массовой доли серы и абсолютной погрешности измерения массовой доли серы.

Определение абсолютной погрешности измерений проводить следующим образом:

10.1.1 Для проведения измерений по данному пункту применяют ГСО 11440-2019, стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле (СМ-02-СХ) с аттестованными содержаниями 2 млн^{-1} или 3 млн^{-1} ; ГСО 11441-2019, стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле (СМ-03-СХ) с аттестованными содержаниями 50 млн^{-1} , 100 млн^{-1} , 600 млн^{-1} , 1000 млн^{-1} ; ГСО 11443-2019, стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле (СМ-05-СХ) с аттестованным содержанием 50000 млн^{-1} . Допускается использовать при поверке другие стандартные образцы утвержденного типа, удовлетворяющие метрологическим требованиям к стандартным образцам, указанным в таблице 2 МП.

10.1.2 При поверке необходимо применение двух стандартных образцов в каждом из поддиапазонов измерений массовой доли серы: от 2 млн^{-1} до 60 млн^{-1} включительно, свыше 60 млн^{-1} до 600 млн^{-1} включительно, свыше 600 млн^{-1} до 50000 млн^{-1} включительно, - соответствующих началу и концу поддиапазонов измерений (стандартные образцы, соответствующие началу и концу поддиапазона не должны отличаться от заявленных границ более, чем в два раза). Подготовить в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора по две кюветы с каждым из выбранных для проведения поверки стандартным образцом.

10.1.3 После выполнения операции 8.1 и 8.2 МП сменить режим «Администратор» на «Лаборант»:

- в окне главного меню уровня доступа «Администратор» (рисунок 1) нажать на кнопку «Выход» → «Сменить оператора». В стартовом меню выбрать режим работы «Лаборант» и ввести пароль (в соответствии с 12.2.1 и 12.3 РЭ).

10.1.4 В главном меню учётной записи «Лаборант» выбрать режим «Анализ» → «Анализ: несколько образцов». Произвести измерения двух проб для каждого СО (по п. 10.1.1 МП), соответствующего началу и концу поддиапазона измерений (по п. 10.1.2 МП).

Последовательность действий для проведения измерений двух проб СО следующая:

- ввести численный или символьный шифр анализируемого образца (п. 12.3 РЭ, поз. 3 рисунка 31), активировать режим «Парные параллельные измерения» (последовательные измерения в двух кюветах), указать номера гнезд, в которые будут установлены две пробы СО;
- налить измеряемый СО в две кюветы, подготовленные согласно п. 12.1.3 РЭ;
- установить кюветы с пробами СО в гнезда диска пробоподачи;
- нажать «Измерить» и в следующем окне выбрать необходимые методики измерений для каждого образца (соответствующие поддиапазонам измерений по п. 10.1.2 МП);
- нажать кнопку «Измерить», после чего начнется последовательное измерение двух кювет с пробой.

По окончании измерений на экран выводятся:

- рассчитанное значение концентрации серы в каждой параллельной пробе;
- результат измерения, как среднее арифметическое значение $C_{\text{ср}}$ по двум параллельным пробам;
- повторяемость, взятая как разность между параллельными измерениями проб.

Примечание – Измерение пробы ГСО с содержанием массовой доли серы менее 100 млн^{-1} проводить в двух кюветах. Для пробы ГСО с содержанием массовой доли серы

свыше 100 млн⁻¹ допускается проведение последовательных измерений пробы в одной кювете с применением режима «Параллельные измерения».

10.1.5 Рассчитать для каждого стандартного образца абсолютную погрешность измерения массовой доли серы по формуле:

$$\Delta = C_{\text{ср}} - C_{\text{со}},$$

где $C_{\text{ср}}$ – результат измерения массовой доли серы (показания анализатора), полученные в п. 10.1.4 МП, % или млн⁻¹ (мг/кг),

$C_{\text{со}}$ – аттестованное значение массовой доли серы в стандартном образце, % или млн⁻¹ (мг/кг).

10.1.6 Измерение массовых долей серы и абсолютной погрешности измерений в соответствии с п.п. 10.1.4-10.1.5 МП выполнить для всех стандартных образцов, указанных в п.п. 10.1.1-10.1.2 МП.

10.1.7 При выполнении всех процедур по п. 10.1.4 - 10.1.6 МП, диапазоном измерений массовой доли серы считать:

- диапазон от 2 до 50000 млн⁻¹ при использовании при поверке стандартных образцов в количестве 2 экз. в каждом поддиапазоне;

- диапазон, соответствующий одному или двум поддиапазнам из числа указанных в п. 10.1.1 при использовании меньшего количества стандартных образцов (в случае соответствующего запроса потребителя на проведение поверки на меньшем числе поддиапазнов измерений).

10.2 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.2.1 Результаты поверки по п. 10 считать положительными, если значения абсолютной погрешности измерений массовой доли серы, определенные по п. 10.1.6 МП, удовлетворяют требованиям таблицы 3.

Таблица 3 – Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения массовой доли серы анализаторов серы волнодисперсионных АСВ-3

Диапазон измерений массовой доли серы, млн ⁻¹	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения массовой доли серы, млн ⁻¹
от 2 до 60 включ.	$\pm (0,05 \cdot C + 1,05)$
св. 60 до 600 включ.	$\pm 0,18 \cdot C^{0,818}$
св. 600 до 50000 включ.	$\pm 0,18 \cdot C^{0,818}$
C – аттестованное значение массовой доли серы в стандартном образце ($C_{\text{со}}$), млн ⁻¹	

11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы, который хранится в организации, проводившей поверку.

11.2 Анализатор, удовлетворяющий требованиям настоящей МП, признают годным к применению. Сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Свидетельство о поверке оформляется в соответствии с требованиями нормативных актов федеральных органов исполнительной власти. Знак поверки наносится в виде наклейки или оттиска поверительного клейма на свидетельство о поверке и переднюю панель анализатора.

11.3 При отрицательных результатах поверки анализатор запрещают к применению и выдают извещение о непригодности по установленной форме.

Начальника отдела АО «НИЦПВ»,
кандидат физ.-мат. наук



В.Б. Митпохляев