

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-
исследовательский институт метрологии им. Д.И.Менделеева»
Уральский научно-исследовательский институт метрологии - филиал
Федерального государственного унитарного предприятия
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии
им. Д. И. Менделеева»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»)

СОГЛАСОВАНО

Директор УНИИМ – филиала



Е.П. Собина

2024 г.

«ГСИ. Анализаторы серы рентгенофлуоресцентные
энергодисперсионные ES1260. Методика поверки»

МП 54-251-2024

Екатеринбург

2024

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1. РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)**
- 2. ИСПОЛНИТЕЛЬ зам. зав. лаб. 251, Вострокнутова Е.В.**
- 3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2024 г.**

СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения.....	4
2	Нормативные ссылки.....	4
3	Перечень операций поверки	4
4	Требования к условиям проведения поверки	5
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку.....	5
6	Метрологические и технические требования к средствам поверки	5
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	7
8	Внешний осмотр средства измерений	7
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений.....	7
10	Проверка программного обеспечения средства измерений.....	7
11	Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям.....	8
12	Оформление результатов поверки	9
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	10

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на Анализаторы серы рентгенофлуоресцентные энергодисперсионные ES1260 (далее – анализаторы), выпускаемые АО «ЭПАК-Сервис», Россия на производственной площадке Shanghai East Electronic Co. Ltd, Китай, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализаторов к:

- ГЭТ 176-2019 «Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидким и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» путем применения стандартных образцов утвержденных типов в соответствии с поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта Российской Федерации от 19.02.2021 г. №148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидким и твердых веществах и материалах».

1.3 В настоящей методике реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристик	Значение
Предел обнаружения серы, млн^{-1} (мг/кг), не более	5,0
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала, %	0,5

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;

- Приказ Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 г. N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

- Приказ Росстандарта от 19.02.2021 №148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидким и твердых веществах и материалах».

3 Перечень операций поверки

3.1 Для поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 - Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций поверки при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр средства измерений	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	11
Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли элемента	да	да	11.1
Определение предела обнаружения серы	да	да	11.2

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, поверка прекращается, анализатор бракуется.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +15 до +35
 - относительная влажность (при температуре 30 °С), %, не более 85

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в установленном порядке в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и руководством по эксплуатации (далее – РЭ) на анализатор.

Для получения экспериментальных данных с анализатора допускается участие сервис-инженера или оператора, обслуживающего средство измерений.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средство измерений температуры и относительной влажности: диапазон измерений температуры от +15 °C до +35 °C, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры ±0,3 °C, диапазон измерений относительной влажности от 0 % до 85 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности ±2 %	Термогигрометр ИВА-6 модификации ИВА-6А-КП-Д, рег. № 46434-11
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,000-ЭК), интервал аттестованных значений массовой доли серы от 0,000015 % до 0,0005 %, границы допускаемых значений относительной погрешности при $P=0,95 \pm 10\%$; Стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,100-ЭК), интервал аттестованных значений массовой доли серы от 0,090 % до 0,110 %, границы допускаемых значений относительной погрешности при $P=0,95 \pm 2,0\%$; Стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле (СН-1,000-НС), интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли серы от 0,900 % до 1,100 %, границы допускаемых значений относительной погрешности при $P=0,95 \pm 2\%$; Средство измерений массы I (специальный) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011	ГСО 8170-2002 ГСО 8175-2002 ГСО 9410-2009 Весы лабораторные электронные ВЛА-220С, рег. №73040-18
	Изооктан химически чистый без хлора и серы (БХС) марки А по ТУ2631-082-44493179-02; Стаканчики для взвешивания, СВ-34/12 по ГОСТ 25336-82; Дозаторы одноканальные или пипетки по ГОСТ 29227-91, ГОСТ 29169-91	
Примечание – Допускается использовать при поверке другие типы стандартных образцов, средства измерений утвержденного типа и поверенные, обеспечивающие определение метрологических характеристик поверяемого анализатора с требуемой точностью.		

6.2 Стандартные образцы, применяемые для поверки, должны иметь действующий паспорт, средства измерений должны быть поверены.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 г. N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в описании типа;
- наличие обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре анализатора выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, поверка прекращается, анализатор бракуется.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.2 Подготавливают анализатор в соответствии с РЭ.

9.3 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготавливают в соответствии с инструкцией по применению.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) анализатора. Идентификацию наименования и номера версии ПО проводят следующим образом: на экране анализатора открывают вкладку «Версия ПО», в появившемся окне указана текущая версия программного обеспечения.

Идентификационные наименования и номера версий ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	1260
Номер версии (идентификационный номер) ПО	V7.XX*
Цифровой идентификатор ПО	-

* XX относится к метрологически незначимой части ПО и принимает значения от 0 до 99 и от А до Z

11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Определение относительного среднего квадратичного отклонения (далее – СКО) выходного сигнала

11.1.1 Для определения относительного СКО выходного сигнала серы использовать стандартные образцы по п.6, также определение выходного сигнала серы возможно провести при помощи контрольного раствора, приготовленного в соответствии с приложением А.

11.1.2 В кювету помещают соответствующее количество стандартного образца или контрольный раствор и проводят измерения выходного сигнала для серы не менее десяти раз согласно РЭ.

11.1.3 Рассчитывают относительное СКО выходного сигнала серы ($S_r, \%$) по формуле

$$S_r = \frac{S}{\bar{Y}} \cdot 100, \quad (1)$$

где S - среднее квадратическое отклонение выходного сигнала серы в стандартном образце или контрольном растворе, усл.ед., которое вычисляется по формуле

$$S_k = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (Y_j - \bar{Y})^2}{n-1}}, \quad (2)$$

где Y_j - j -ый результат измерений выходного сигнала серы, усл.ед.;

\bar{Y} - среднее арифметическое значение результатов измерений выходного сигнала, усл.ед., рассчитанное по формуле

$$\bar{Y} = \frac{\sum_{j=1}^n Y_j}{n}, \quad (3)$$

n - количество измерений выходного сигнала серы.

Полученные значения относительного СКО выходного сигнала серы должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

11.2 Определение предела обнаружения

11.2.1 Рассчитывают чувствительность анализатора к сере, N , усл.ед./($\text{мг}/\text{кг}$), используя результаты измерений выходного сигнала, полученные по п. 11.1 настоящей методики поверки, по формуле

$$N = \frac{\bar{Y}}{C}, \quad (4)$$

где C – значение массовой доли серы в стандартном образце (контрольном растворе), млн^{-1} ($\text{мг}/\text{кг}$).

11.2.2 Для определения предела обнаружения серы проводят не менее десяти измерений ($j=1\dots n$, $n \geq 10$) согласно РЭ выходного фонового сигнала серы в кювете, заполненной ГСО 8170-2002 или изооктаном, результаты заносят в протокол. Рассчитывают СКО полученных значений выходного фонового сигнала серы, S_ϕ , усл.ед., по формуле

$$S_\phi = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (Y_{\phi j} - \bar{Y}_\phi)^2}{n-1}}, \quad (5)$$

где $Y_{\phi j}$ - j -ый результат измерений выходного фонового сигнала серы, усл.ед.;

\bar{Y}_ϕ - среднее арифметическое значение выходного фонового сигнала серы, усл.ед., рассчитанное по формуле

$$\bar{Y}_\phi = \frac{\sum_{j=1}^n Y_{\phi j}}{n}, \quad (6)$$

где n - количество измерений выходного фонового сигнала серы.

Предел обнаружения для i -го элемента, C_{min} , млн^{-1} ($\text{мг}/\text{кг}$), определяют по формуле

$$C_{min} = \frac{3 \cdot S_{\phi}}{N}. \quad (7)$$

Полученное значение предела обнаружения серы должно удовлетворять требованиям таблицы 1.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

12.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению.

12.3 Нанесение знака поверки на анализаторы не предусмотрено. Пломбирование анализаторов не предусмотрено.

12.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению.

12.5 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещения о непригодности к применению средства измерений.

12.6 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком.

Разработчик:

Зам. зав. лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

Е.В. Вострокнутова

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)
Методика приготовления контрольного раствора

Для приготовления контрольного раствора применяют оборудование и реагенты, указанные в п.6 таблицы 3 настоящей методики поверки. Кроме того используют Стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле (СН-1,000-НС), интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли серы от 0,900 % до 1,100 %, границы допускаемых значений относительной погрешности при $P=0,95 \pm 2\%$, ГСО 9410-2009.

Допускается применение другого оборудования, посуды и материалов, удовлетворяющих требованиям настоящей методики приготовления контрольных растворов.

Контрольный раствор готовят согласно таблице А.1.

Таблица А.1 – Характеристики контрольного раствора

Массовая доля серы, мг/кг	Пределы допускаемой относительной погрешности массовой доли серы, %
1000	$\pm 3,0$

A.1 Приготовление контрольного раствора с массовой долей серы 1000 мг/кг

Стаканчик для взвешивания СВ-34/12 с крышкой помещают на весы, обнуляют показания весов. Вносят $(2,5 \pm 0,1)$ г ГСО 9410-2009, фиксируют массу вещества с дискретностью 0,1 мг. Доводят изооктаном до массы $(25,0 \pm 0,1)$ г, фиксируют массу вещества с дискретностью 0,1 мг, перемешивают раствор. Рассчитывают значение массовой доли серы C_S , мг/кг, по формуле

$$C_S = \frac{A_S \cdot 10000 \cdot m_{GCO}}{m_S}, \quad (A.1)$$

где A_S аттестованное значение массовой доли серы в ГСО 9410-2009, %;

m_{GCO} – масса навески ГСО 9410-2009, г;

m_S – масса приготовленного контрольного раствора, г.

Пределы допускаемой относительной погрешности массовой доли серы в контролльном растворе не должны превышать $\pm 3\%$ и могут быть рассчитаны по формуле

$$\delta = \pm 1,1 \cdot \sqrt{\delta(A_S)^2 + \delta(m_{GCO})^2 + \delta(m_S)^2}, \quad (A.2)$$

$\delta(A_S)$ – относительная погрешность аттестованного значения массовой доли серы в стандартном образце, %;

$\delta(m_{GCO})$ – относительная погрешность взвешивания навески ГСО 9410-2009, %;

$\delta(m_S)$ – относительная погрешность взвешивания контрольного раствора, %.