

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

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»)

УТВЕРЖДАЮ

И.о. директора УНИИМ – филиала  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»  
Е.П. Собина  
2020 г.



ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

**Анализаторы рентгенофлуоресцентные**

**MESA-7220V2**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

**МП 92-251-2020**

г. Екатеринбург

2020 г.

## **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 к.т.н. Мигаль П.В.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** и.о. директора УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в 2020 г.

## СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ .....	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ .....	4
3	ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ.....	5
4	ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ .....	5
5	ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ .....	5
6	МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ .....	6
7	ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ .....	6
8	ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ .....	6
9	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ .....	6
10	ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ.....	7
11	ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ .....	7
12	ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ .....	7
13	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....	8
	ПРИЛОЖЕНИЕ А .....	10



## 1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы рентгенофлуоресцентные MESA-7220V2 (далее - анализаторы), изготовленные фирмой «HORIBA, Ltd.», Япония 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 анализатора:

- к ГЭТ 208-2019 «Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии» в соответствии с поверочной схемой ГОСТ Р 8.735.2-2013 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Передача единиц от государственного первичного эталона на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии» и приказом Росстандарта Российской Федерации от 22.05.2015 №598 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»;

- к ГЭТ 3-2008 «Государственному первичному эталону единицы массы (килограмму)» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 29.12.2018 №2818 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы».

1.3 Интервал между поверками - один год.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минтруда России от 24.07.2013 №328н Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок

Приказ Росстандарта от 22.05.2015 №598 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

Приказ Росстандарта от 29.12.2018 №2818 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»

ГОСТ Р 8.735.2-2013 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Передача единиц от государственного первичного эталона на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии»

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

ГОСТ OIML R 76-1-2011 «Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания (с Поправкой)»

ГОСТ 29227-91 «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования»  
 ГОСТ 29169-91 «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой»  
 ГОСТ 25336-82 «Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры».

### 3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр средства измерений	8	да	да
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	9	да	да
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	10	да	да
4 Определение метрологических характеристик средства измерений:	11	-	-
4.1 Проверка относительного СКО выходного сигнала	11.1	да	да
4.2 Проверка предела обнаружения	11.2	да	да
5 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	12	да	да
6 Оформление результатов поверки	13	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций или таблице 2, проводится настройка и градуировка анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется, и выполняются операции по п. 13.2.

### 4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C от +5 до +35
- относительная влажность воздуха, %, не более, в поддиапазонах:
  - от 5 до 31 °C включ. 80
  - св. 31 до 35 °C включ. 65

### 5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке анализаторов допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на анализаторы.



## 6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки согласно таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Наименование	Метрологические и технические требования
ГСО 11533-2020, стандартный образец состава хлорбензола (ХлБ-ВНИИМ)	интервал аттестованных значений массовой доли хлорбензола от 993,0 до 999,8 мг/г, границы допускаемых значений относительной погрешности (при $P=0,95$ ) $\pm 0,02$ %
ГСО 9410-2009 стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле (СН-1,000-НС)	интервал аттестованных значений массовой доли серы от 0,9 до 1,100 %, границы допускаемой относительной погрешности ( $P=0,95$ ) $\pm 2$ %
весы лабораторные электронные	I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011
изооктан марки А <sup>1</sup>	без хлора и серы химически чистый (БХС) по ТУ 2631-082-44493179-02
дозаторы одноканальные или пипетки	по ГОСТ 29227-91, ГОСТ 29169-91
стаканчики для взвешивания СВ-34/12	по ГОСТ 25336
термогигрометр	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п.4

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны иметь действующее свидетельство о поверке, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность передачи единицы массовой доли поверяемому анализатору.

## 7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 №328н, требования ГОСТ 12.2.007.0-75 требования безопасности, указанные в РЭ анализаторов.

## 8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре необходимо установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость 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 может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

## 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Анализатор подготовить к работе в соответствии с РЭ.

9.2 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготовить в соответствии с их инструкцией по применению.

<sup>1</sup> Допускается в качестве растворителя при приготовлении контрольных растворов использовать минеральное масло с массовой долей серы и углерода не более 0,1 мг/кг (млн<sup>-1</sup>).

9.3 Включить анализатор, проверить работоспособность органов управления и регулировки анализатора при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

9.4 Провести валидацию анализатора в соответствии с РЭ.

## 10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) анализатора. Идентификационное наименование и номер версии ПО проверить следующим образом: в меню анализаторов нажать вкладку «Информация» и выбрать пункт меню «Система», в результате на экране отобразится идентификационное наименование и номер версии ПО. Идентификационное наименование и номер версии ПО должны соответствовать указанному в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	HORIBA X-RAY LAB For MESA-7220V2 SERIES
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.2.0.15
Цифровой идентификатор ПО	-

## 11 Определение метрологических характеристик средства измерений

Проверку метрологических характеристик анализаторов провести с помощью стандартных образцов утвержденного типа по таблице 2 и приготовленных контрольных растворов, согласно приложению А к настоящей методике поверки.

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

11.1.1.В кювету последовательно поместить контрольные растворы №1, №3, приготовленные в соответствии с приложением А настоящей методики поверки. Провести измерение выходного сигнала для соответствующего элемента (или для обоих элементов одновременно при использовании двухэлементного контрольного раствора) не менее десяти раз ( $j=1...n, n \geq 10$ ), результаты занести в протокол.

11.2 Определение предела обнаружения

11.2.1 Провести не менее десяти измерений ( $j=1...n, n \geq 10$ ) выходного сигнала  $i$ -ого элемента в кювете, заполненной изоктаном (фоновый сигнал), результаты занести в протокол.

## 12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Значение относительного СКО выходного сигнала  $i$ -ого элемента,  $S_{ri}$ , %, рассчитать по формуле

$$S_{ri} = \frac{S_i}{\bar{K}_i} \cdot 100, \quad (1)$$

где  $S_i$  - стандартное отклонение выходного сигнала  $i$ -го элемента, которое вычисляется по формуле

$$S_i = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (K_{ij} - \bar{K}_i)^2}{n - 1}}, \quad (2)$$

где  $K_{ij}$  –  $j$ -й результат измерений выходного сигнала  $i$ -го элемента;



$n$  – количество измерений;

$\bar{K}_i$  – среднее арифметическое значение выходного сигнала  $i$ -го элемента, которое рассчитывается по формуле

$$\bar{K}_i = \frac{\sum_{j=1}^n K_{ij}}{n} \quad (3)$$

12.2 Рассчитать чувствительность анализатора по  $i$ -му элементу,  $N_i$ , 1/мг/кг, используя результаты, полученные по п.11.1.1 настоящей методики поверки, по формуле

$$N_i = \frac{\bar{K}_i}{C_i} \quad (4)$$

где  $\bar{K}_i$  – среднее арифметическое значение выходного сигнала  $i$ -го элемента, полученное по п.11.1.1 настоящей методики поверки;

$C_i$  – значение массовой доли  $i$ -ого элемента в контрольном растворе ГСО, мг/кг (млн<sup>-1</sup>).

12.3 Рассчитать СКО полученных по п.11.2.1 значений фонового сигнала  $i$ -ого элемента,  $S_{\phi i}$ , по формуле (2).

12.4 Предел обнаружения для  $i$ -ого элемента,  $C_{imin}$ , %, определить по формуле

$$C_{imin} = \frac{3 \cdot S_{\phi i}}{N_i} \quad (5)$$

12.5 Полученные значения предела обнаружения и относительного СКО выходного сигнала  $i$ -го элемента должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значения
Диапазон показаний массовой доли серы <sup>1)</sup> , %	от 0 до 10
Диапазон показаний массовой доли хлора <sup>1)</sup> , %	от 0 до 10
Предел допускаемого относительного СКО выходного сигнала <sup>1)</sup> , %:	
- S (на линии К $\alpha$ ) <sup>2)</sup>	1,0
- Cl (на линии К $\alpha$ ) <sup>3)</sup>	1,0
Предел обнаружения <sup>1)</sup> , мг/кг (млн <sup>-1</sup> ):	
- S (на линии К $\alpha$ )	0,7
- Cl (на линии К $\alpha$ )	0,3

<sup>1)</sup> при времени измерения 100 с;  
<sup>2)</sup> при измерении скорости счёта импульсов для раствора ГСО 9410-2009 с аттестованным значением массовой доли серы не менее 800 мг/кг (млн<sup>-1</sup>);  
<sup>3)</sup> при измерении скорости счёта импульсов для раствора ГСО 11533-2020 с аттестованным значением массовой доли хлора не менее 25 мг/кг (млн<sup>-1</sup>).

### 13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки произвольной формы..

13.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 или действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений. Знак поверки наносится на лицевую панель анализатора.



13.3 При отрицательных результатах поверки анализатор к применению не допускают и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 или действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

**Разработчик**

**Зам. зав. лаб. 251 УНИИМ – филиала  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», к.т.н.**



**П.В. Мигаль**

## ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

### Методика приготовления контрольных растворов

А.1 Для приготовления контрольных растворов применяют оборудование и реактивы, указанные в таблице 2 настоящей методики поверки.

Допускается применение других средств измерений, реактивов и посуды, удовлетворяющих по точности требованиям настоящей методики приготовления контрольных растворов.

Контрольные растворы готовят согласно таблице А.1.

Таблица А.1 – Характеристики контрольных растворов

№ п/п	Массовая доля компонентов, мг/кг		Пределы допускаемой относительной погрешности массовой доли компонентов, %
	Хлор	Сера	
1	25	0	±3,0
2	1000	0	±2,0
3	0	800	±3,0

А.2 Приготовление контрольного раствора №2 с массовой долей хлора 1000 мг/кг

Стаканчик для взвешивания СВ-34/12 с крышкой помещают на весы, обнуляют показания весов. Вносят 160 мг ГСО 11533-2020, фиксируют массу навески. Растворяют навеску в изооктане, доводят изооктаном до массы 50 г, перемешивают, закрывают крышкой. Устанавливают стаканчик на весы, фиксируют массу раствора. Рассчитывают значение массовой доли хлора  $C_{2Cl}$ , мг/кг, по формуле

$$C_{2Cl} = \frac{m_{ГСО} \cdot M_{Cl} \cdot A_{Cl}}{m_{2Cl} \cdot M_{x6}}, \quad (A.1)$$

где  $m_{ГСО}$  – масса навески ГСО 11533-2020, мг;  
 $M_{Cl}$  – молярная масса хлора, 35,453 г/моль;  
 $M_{x6}$  – молярная масса хлорбензола, 112,552 г/моль;  
 $A_{Cl}$  – аттестованное значение массовой доли хлорбензола в ГСО 11533-2020, мг/г;  
 $m_{2Cl}$  – масса приготовленного контрольного раствора №2, г.

Пределы допускаемой относительной погрешности массовой доли хлора в контрольном растворе №2 не должны превышать ± 2 % и могут быть рассчитаны по формуле

$$\delta_2 = \pm 1,1 \cdot \sqrt{\delta(m_{ГСО})^2 + \delta(M_{Cl})^2 + \delta(A_{Cl})^2 + \delta(m_{2Cl})^2 + \delta(M_{x6})^2}, \quad (A.2)$$

где  $\delta_2$  – границы относительной погрешности приготовления контрольного раствора №2, %;

$\delta(m_{ГСО})$  – относительная погрешность взвешивания навески ГСО 11533-2020, %;  
 $\delta(M_{Cl})$  – относительная погрешность молярной массы хлора, 0,0065 %;  
 $\delta(A_{Cl})$  – относительная погрешность аттестованного значения массовой доли хлорбензола в ГСО 11533-2020, %;  
 $\delta(m_{2Cl})$  – относительная погрешность взвешивания контрольного раствора №2, %;  
 $\delta(M_{x6})$  – относительная погрешность молярной массы хлорбензола, 0,0053 %.

А.3 Приготовление контрольного раствора №1 с массовой долей хлора 25 мг/кг



Раствор готовят путем разбавления аликвотной части контрольного раствора №2 изооктаном с последующим тщательным перемешиванием. Для этого стаканчик для взвешивания СВ-34/12 с крышкой помещают на весы, обнуляют показания весов. С помощью пипетки или дозатора отбирают в стаканчик 1,25 г контрольного раствора №2, фиксируют показания весов. Доводят изооктаном до массы 50 г, перемешивают раствор и снова взвешивают. Массовую долю хлора в полученном растворе  $C_{1Cl}$ , мг/кг, рассчитывают по формуле

$$C_{1Cl} = \frac{C_{2Cl} \cdot m_{2Cl}}{m_{1Cl}}, \quad (A.3)$$

где  $C_{2Cl}$  – массовая доля хлора в контрольном растворе №2, мг/кг;  
 $m_{2Cl}$  – масса аликвоты контрольного раствора №2, г;  
 $m_{1Cl}$  – масса приготовленного раствора №1, г.

Пределы допускаемой относительной погрешности массовой доли хлора в контрольном растворе №1 не должны превышать  $\pm 3\%$  и могут быть рассчитаны по формуле

$$\delta_1 = \pm 1,1 \cdot \sqrt{\delta(C_{2Cl})^2 + \delta(m_{2Cl})^2 + \delta(m_{1Cl})^2}, \quad (A.4)$$

где  $\delta(C_{2Cl})$  – относительная погрешность массовой доли хлора в контрольном растворе №2, %;

$\delta(m_{2Cl})$  – относительная погрешность взвешивания контрольного раствора №2, %;

$\delta(m_{1Cl})$  – относительная погрешность взвешивания контрольного раствора №1, %.

#### А.4 Приготовление контрольного раствора №3 с массовой долей серы 800 мг/кг

Стаканчик для взвешивания СВ-34/12 с крышкой помещают на весы, обнуляют показания весов. Вносят 4,0 г ГСО 9410-2009, фиксируют массу навески. Растворяют навеску в изооктане, доводят изооктаном до массы 50 г, перемешивают, закрывают крышкой. Устанавливают стаканчик на весы, фиксируют массу раствора. Рассчитывают значение массовой доли серы  $C_{3S}$ , мг/кг, по формуле

$$C_{3S} = \frac{A_S \cdot 10000 \cdot m_{ГСО}}{m_{3S}}, \quad (A.5)$$

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

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

$m_{3S}$  – масса приготовленного контрольного раствора №3, г.

Пределы допускаемой относительной погрешности массовой доли серы в контрольном растворе №3 не должны превышать  $\pm 3\%$  и могут быть рассчитаны по формуле

$$\delta_3 = \pm 1,1 \cdot \sqrt{\delta(A_S)^2 + \delta(m_{ГСО})^2 + \delta(m_{3S})^2}, \quad (A.6)$$

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

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

$\delta(m_{3S})$  – относительная погрешность взвешивания контрольного раствора №3, %.

А.5 Допускается приготовление двухэлементного контрольного раствора, содержащего заданную массовую долю хлора в соответствии со значением контрольного раствора №1 и заданную массовую долю серы в соответствии со значением контрольного раствора №3 по таблице А.1.