

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

**СОГЛАСОВАНО**

Генеральный директор  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



А.Н. Пронин

М.П.

"08" 04 2022 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**Анализаторы серы рентгеновские  
энергодисперсионные АСЭ-3**

**Методика поверки**

**МП-242-2480-2022**

Руководитель отдела  
Государственных эталонов в области  
физико-химических измерений  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.В. Колобова

Ведущий инженер  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Т.М. Эннанова

Санкт-Петербург  
2022 г.

## 1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на анализаторы серы рентгеновские энергодисперсионные АСЭ-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.

Методикой поверки должна обеспечиваться прослеживаемость поверяемых анализаторов к государственному первичному эталону единицы массы (килограмма) ГЭТ 3-2020.

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

Методикой поверки не предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов и (или) отдельных автономных блоков из состава средства измерений, для меньшего числа измеряемых величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений.

## 2. ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

2.1. Для поверки анализаторов серы рентгеновских энергодисперсионных АСЭ-3 должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1- Перечень операций 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
Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.3
Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.4
Проверка программного обеспечения	да	да	9
Определение метрологических характеристик	да	да	10
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	11

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

## 3. ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

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

## 4. ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

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



4.2. К проведению поверки допускаются лица, допущенные к выполнению поверки по данному виду измерений, изучившие методику поверки и руководство по эксплуатации анализаторов, прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

4.3. 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. 10.1.2 настоящей методики поверки.

## 5. МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1. При проведении поверки должны быть применены средства, 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
<p>п. 8 Подготовка к поверке и опробование.</p> <p>п. 10 Определение метрологических характеристик</p>	<p>Стандартные образцы массовой доли серы от 5 до 50000 млн<sup>-1</sup> <sup>1)</sup></p>	<p>ГСО 11873-2022 (комплект С1SMO8), стандартные образцы массовой доли серы и хлора в минеральном масле (100 млн<sup>-1</sup>, 200 млн<sup>-1</sup>, 300 млн<sup>-1</sup>, 400 млн<sup>-1</sup>, 600 млн<sup>-1</sup>, 800 млн<sup>-1</sup>, 1000 млн<sup>-1</sup>);</p> <p>ГСО 11440-2019 (СМ-02-СХ), стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле (5 млн<sup>-1</sup>, 10 млн<sup>-1</sup>);</p> <p>ГСО 11441-2019 (СМ-03-СХ), стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле (25 млн<sup>-1</sup>, 50 млн<sup>-1</sup>, 100 млн<sup>-1</sup>, 300 млн<sup>-1</sup>, 600 млн<sup>-1</sup>, 1000 млн<sup>-1</sup>);</p> <p>ГСО 11442-2019 (СМ-04-СХ), стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле (0,2 %, 1,0 %);</p> <p>ГСО 11443-2019 (СМ-05-СХ), стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле (1,5 %, 3,0 %, 5,0 %)</p>
<p>п.8 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании)</p>	<p>Средства измерений температура окружающей среды в диапазоне измерений от +15 до +25 °С;</p> <p>Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне не более 85 %;</p> <p>Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 84,0 до 106,7 кПа</p>	<p>Прибор комбинированный Testo 622 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 53505-13)</p>
<p><sup>1)</sup> содержание серы может быть представлено в единицах массовой доли, выраженной в млн<sup>-1</sup> (мг/кг, ppm), путем пересчета 1 % = 10000 млн<sup>-1</sup>. Допускается использовать при поверке другие средства измерений и стандартные образцы утвержденного типа, и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.</p>		



## **6. ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ**

6.1. Требования безопасности должны соответствовать правилам и нормам, изложенным в руководстве по эксплуатации анализаторов серы рентгеновских энергодисперсионных АСЭ-3.

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

## **7. ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

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. В случае обнаружения дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведения поверки и (или) на результаты поверки они должны быть устранены до начала поверки.

## **8. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ**

8.1. Подготовку анализатора к поверке, включение соединительных устройств, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляют в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в руководстве по эксплуатации анализаторов серы рентгеновских энергодисперсионных АСЭ-3.

8.2. Подготовить для анализа выбранные стандартные образцы в соответствии с инструкцией по применению соответствующего комплекта стандартных образцов, требованиями руководства по эксплуатации. Подготавливают по две пробы каждого стандартного образца.

При поверке необходимо применение не менее двух стандартных образцов в поддиапазоне измерений массовой доли серы от  $5 \text{ млн}^{-1}$  до  $25 \text{ млн}^{-1}$  включительно, и не менее трех стандартных образцов в поддиапазоне измерений массовой доли серы свыше  $25 \text{ млн}^{-1}$  до  $50000 \text{ млн}^{-1}$  включительно, соответствующих началу, концу и одной из средних точек поддиапазона (стандартные образцы, соответствующие началу и концу поддиапазона не должны отличаться от заявленных границ более, чем в два раза).

8.3. При подготовке к поверке проверить выполнение условий пунктов 3, 4, 5, 6 настоящей методики поверки и занести в протокол поверки условия проведения поверки (температура окружающей среды, атмосферное давление, относительная влажность воздуха).

8.4. При опробовании проверяют исправность работы анализатора. Включить анализатор в соответствии с руководством по эксплуатации. Запустить ПО «Программный комплекс анализатора серы ASX». Выбрать уровень доступа не ниже «Лаборант» для проведения измерений в режиме ПО «Контроль». Включить высокое напряжение на рентгеновской трубке. Проверить исправность индикации в соответствии с РЭ. Прогреть анализатор в течение не менее 90 мин.

Результаты опробования считаются удовлетворительными, если ПО анализатора «Программный комплекс анализатора серы ASX» загружается без сбоев, функционирует в соответствии с требованиями РЭ, и индикация подачи высокого напряжения соответствует требованиям руководства по эксплуатации.



## 9. ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

9.1. Определение идентификационных данных ПО «Программный комплекс анализатора серы ASX».

Войти в уровень доступа ПО «Аналитик». Выбрать режим «Настройка» (рисунок 1). Открыть меню «Идентификационные данные».

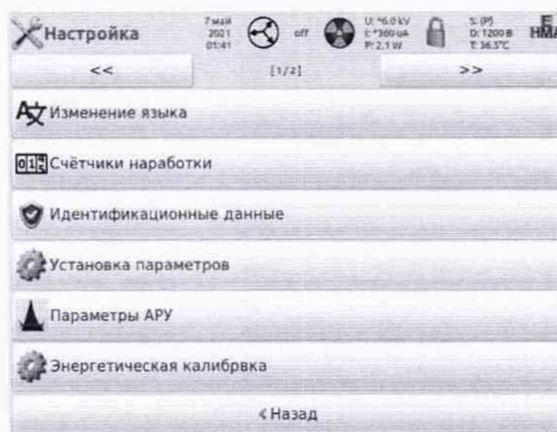


Рисунок 1. Окно меню «Настройка» (страница 1) уровня доступа «Аналитик».

Меню «Идентификационные данные» содержит информацию об используемом анализатором ПО. Вид окна этого меню представлен на рисунке 2.

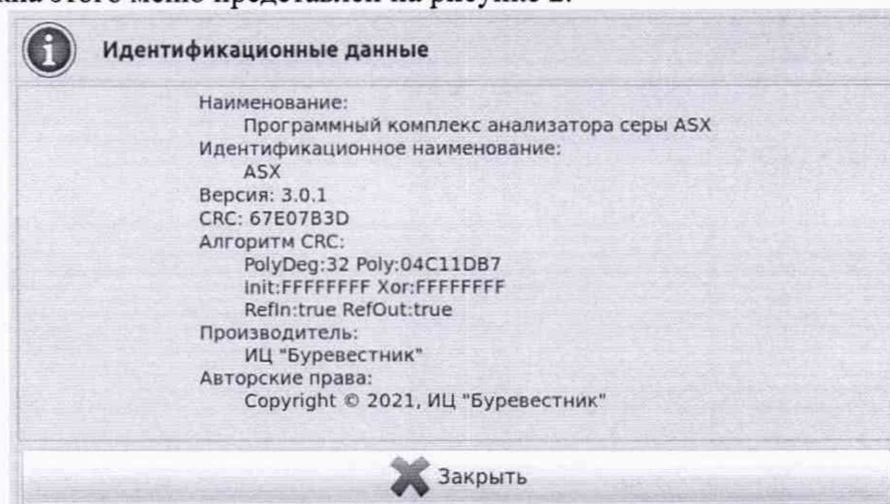


Рисунок 2. Окно «Идентификационные данные».

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 расчета цифрового идентификатора указан в строках «Алгоритм CRC»;
- в строке «Производитель:» указан изготовитель СИ;
- в строке «Авторские права:» указан правообладатель.

9.2. Анализатор считается выдержавшим поверку по п. 9, если версия ПО «Программный комплекс анализатора серы ASX» не ниже 3.0.1, а полные версии ПО и цифровой идентификаторы ПО совпадают с указанными в паспорте на поверяемый анализатор.



## 10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК

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

10.1.1. Для проведения измерений по данному пункту применяют ГСО 11873-2022 (комплект C1SMO8), стандартные образцы массовой доли серы и хлора в минеральном масле (100 млн<sup>-1</sup>, 200 млн<sup>-1</sup>, 300 млн<sup>-1</sup>, 400 млн<sup>-1</sup>, 600 млн<sup>-1</sup>, 800 млн<sup>-1</sup>, 1000 млн<sup>-1</sup>); ГСО 11440-2019, стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле (СМ-02-СХ) с аттестованными содержаниями 5 млн<sup>-1</sup> и 10 млн<sup>-1</sup>; ГСО 11441-2019, стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле (СМ-03-СХ) с аттестованными содержаниями 25 млн<sup>-1</sup>, 50 млн<sup>-1</sup>, 100 млн<sup>-1</sup>, 300 млн<sup>-1</sup>, 600 млн<sup>-1</sup>, 1000 млн<sup>-1</sup>; ГСО 11442-2019, стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле (СМ-043-СХ) с аттестованными содержаниями 0,2 %, 1,0 %; ГСО 11443-2019, стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле (СМ-05-СХ) с аттестованными содержаниями 1,5 %, 3,0 %, 5,0 %. Допускается использовать при поверке другие стандартные образцы утвержденного типа, и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 2 МП

При поверке необходимо применение не менее двух стандартных образцов в поддиапазоне измерений массовой доли серы от 5 млн<sup>-1</sup> до 25 млн<sup>-1</sup> включительно, и не менее трех стандартных образцов в поддиапазоне измерений массовой доли серы свыше 25 млн<sup>-1</sup> до 50000 млн<sup>-1</sup> включительно, соответствующих началу, концу и одной из средних точек поддиапазона (стандартные образцы, соответствующие началу и концу поддиапазона не должны отличаться от заявленных границ более, чем в два раза).

10.1.2. Выполнить измерения массовой доли серы в стандартных образцах в режиме ПО «Контроль» в соответствии с п. 10.5.1 руководства по эксплуатации ТА03.1.211.115 РЭ.

10.1.3. По окончании выполнения измерений в соответствии с п. 10.5.1 РЭ на экране анализатора отображаются результаты измерения массовой доли серы в двух пробах соответствующего стандартного образца, среднее арифметическое значение массовой доли серы по результатам измерений и, рассчитанное в автоматическом режиме, значение абсолютной погрешности измерения массовой доли серы ( $\Delta C$ ), определяемое формулой (1):

$$\Delta C = C_{cp} - C_{co}, \quad (1)$$

где  $C_{cp}$  – среднее арифметическое значение массовой доли серы по результатам измерений в соответствии с п. 10.5.1 РЭ, % или млн<sup>-1</sup> (мг/кг);

$C_{co}$  - аттестованное значение массовой доли серы в стандартном образце, % или млн<sup>-1</sup> (мг/кг).

Размерность отображаемого на экране анализатора значения абсолютной погрешности измерения массовой доли серы (% или млн<sup>-1</sup> (мг/кг)) определяется настройками аналитической программы и может быть изменена.

## 11. ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

11.1. Результаты поверки считаются положительными, если диапазон измерений массовой доли серы составляет от 5 до 50000 млн<sup>-1</sup>, что подтверждается применением при проведении поверки стандартных образцов в соответствии с п. 10.1.1 МП, и абсолютные погрешности измерения массовой доли серы, рассчитанные в соответствии с п. 10.1.3 МП, для каждого стандартного образца удовлетворяют требованиям, указанным в таблице 3.

Таблица 3 – Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения массовой доли серы анализаторов серы рентгеновских энергодисперсионных АСЭ-3

Диапазон измерений массовой доли серы	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения массовой доли серы, млн <sup>-1</sup>
от 5 до 25 включ., млн <sup>-1</sup>	$\pm (0,124 \cdot C + 2,9)$
св. 25 до 50000 включ., млн <sup>-1</sup>	$\pm (0,04 \cdot C + 5)$

C - аттестованное значение массовой доли серы в стандартном образце ( $C_{co}$ ), млн<sup>-1</sup>

## 12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

12.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку.

12.2. Сведения о результатах поверки СИ передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с порядком проведения поверки средств измерений, предусмотренным действующим законодательством Российской Федерации.

12.3. При положительных результатах поверки по заявлению заказчика оформляют свидетельство о поверке, подтверждающее соответствие анализатора обязательным требованиям к средствам измерений в соответствии с действующим законодательством Российской Федерации, к которому прилагают протокол поверки. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке в случае его оформления и (или) в паспорт.

12.4. При отрицательных результатах поверки анализатор к применению не допускают, по заявлению заказчика выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с действующим законодательством Российской Федерации.