

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ»
(ФГУП «УНИИМ»)

УТВЕРЖДАЮ



Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских

" 12 " 2019 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы рентгенофлуоресцентные Petra

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 121-241-2019

Екатеринбург

2019

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** Медведевских М.Ю.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** директором ФГУП «УНИИМ» в декабре 2019 г.

Государственная система обеспечения единства измерений Анализаторы рентгенофлуоресцентные Petra Методика поверки	МП 121-241-2019
---	------------------------

Дата введения: декабрь 2019 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы рентгенофлуоресцентные Petra производства фирмы «X-Ray Optical Systems Inc», США (далее – анализаторы) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России N 1815 от 02.07.2015 Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке

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

ГОСТ 8.395-80 Государственная система обеспечения единства измерений. Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования

ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

СП 2.6.1.2612-10 Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99/2010)

СанПиН 2.6.1.2523-09 Нормы радиационной безопасности НРБ-99/2009.

3 Операции 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 поверке	
		первичной	периодической
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик:	8.3		
3.1 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли серы	8.3.1	да	да
3.2 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли металлов (медь, железо, марганец, никель, ванадий)	8.3.2	да	да
3.3 Проверка диапазонов измерений массовой доли серы, массовой доли металлов (медь, железо, марганец, никель, ванадий)	8.3.3	да	нет

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

3.3 Проверка относительной погрешности и диапазона измерений массовой доли металлов (медь, железо, марганец, никель, ванадий) проводится только для анализаторов модификации Petra Max.

3.4 Допускается выполнять операции по п.3.1 - 3.3 таблицы 1 не в полном объеме, а только для используемых поддиапазонов измерений и измеряемых компонентов при наличии соответствующей письменной заявки от организации, эксплуатирующей анализатор.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,000-ЭК) ГСО 8170-2002 с аттестованным значением массовой доли серы в диапазоне от 0,0001 до 0,0005 % и границами допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 10\%$ при $P=0,95$;

- стандартный образец массовой доли серы в нефтепродуктах (Имитатор) (СО ССН-ПА) ГСО 10202-2013 с аттестованным значением массовой доли серы в диапазоне от 2 до 500 млн^{-1} и границами допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 2,5\%$ при $P=0,95$;

- стандартный образец массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СРФ-2) ГСО 10426-2014 с аттестованным значением массовой доли серы в диапазоне от 0,280 до 0,320 %

и границами допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,006\%$ при $P=0,95$;

- стандартный образец массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СРФ-3) ГСО 10427-2014 с аттестованным значением массовой доли серы в диапазоне от 0,560 до 0,620 % и границами допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,020\%$ при $P=0,95$;

- стандартный образец массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СРФ-4) ГСО 10428-2014 с аттестованным значением массовой доли серы в диапазоне от 0,900 до 1,100 % и границами допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,030\%$ при $P=0,95$;

- стандартный образец массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СРФ-5) ГСО 10429-2014 с аттестованным значением массовой доли серы в диапазоне от 1,900 до 2,200 % и границами допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,060\%$ при $P=0,95$;

- стандартный образец массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СРФ-6) ГСО 10430-2014 с аттестованным значением массовой доли серы в диапазоне от 2,700 до 3,100 % и границами допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,050\%$ при $P=0,95$;

- стандартный образец массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СРФ-7) ГСО 10431-2014 с аттестованным значением массовой доли серы в диапазоне от 4,200 до 5,100 % и границами допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,080\%$ при $P=0,95$;

- стандартный образец массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СРФ-8) ГСО 10432-2014 с аттестованным значением массовой доли серы в диапазоне от 0,085 до 0,150 % и границами допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,004\%$ при $P=0,95$;

- стандартный образец массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СРФ-9) ГСО 10433-2014 с аттестованным значением массовой доли серы в диапазоне от 0,150 до 0,250 % и границами допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,006\%$ при $P=0,95$;

- стандартные образец массовой доли серы в минеральном масле (СНН01-ЭК) ГСО 11028-2018 с аттестованным значением массовой доли серы в диапазоне от 2 до 10 мг/кг и границами допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 2,5\%$ при $P=0,95$;

- стандартные образцы массовой доли серы в минеральном масле (набор СНН02-ЭК) ГСО 11029-2018/ГСО 11031-2018 с аттестованным значением массовой доли серы в диапазоне от 20 до 500 мг/кг и границами допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 2,5\%$ при $P=0,95$;

- стандартные образцы содержания металлов в нефтепродуктах (СО СМН-ПА) ГСО 10066-2012 с аттестованным значением массовой доли металлов (медь, железо, марганец, никель, ванадий) от 0,5 до 500 мг/кг и границами допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 4\%$ при $P=0,95$.

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающие требуемую точность и пределы измерений.

5 Требования безопасности и требования к квалификации поверителя

5.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №328н от 24 июля 2013 г., требования ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.2.003, ОСПОРБ-99/2010, СанПиН 2.6.1.2523-09.

5.2 Поверитель перед проведением поверки анализаторов должен ознакомиться с руководством по эксплуатации на анализатор и пройти обучение по охране труда на месте проведения поверки.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 17 до 25;
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80.

6.2 Анализаторы устанавливаются вдали от источников электромагнитных полей.

7 Подготовка к поверке

7.1 Анализаторы подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

7.2 Стандартные образцы подготовить в соответствии с паспортами и (или) инструкциями по применению.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- отсутствие видимых повреждений анализаторов;
- чистоту анализаторов, отсутствие следов коррозии, подтеков химических реактивов;

- соответствие комплектности указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование

8.2.1 Проверяют работоспособность органов управления и регулировки анализатора при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

8.2.2 Проводят проверку идентификационных данных ПО анализатора. Номер версии ПО идентифицируется при включении соответствующего пункта меню анализатора путем вывода на экран номера версии. Номер версии ПО должен быть не ниже приведенной в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	-
Номер версии ПО	не ниже 1.0.0.3266
Цифровой идентификатор ПО	-

8.3 Проверка метрологических характеристик

8.3.1 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли серы

Для проверки относительной погрешности измерений массовой доли серы используют стандартные образцы с аттестованным значением массовой доли серы по разделу 4. Проводят не менее трех измерений в одной или двух точках каждого поддиапазона измерений массовой доли серы.

По результатам измерений для каждого стандартного образца (далее – СО) рассчитывают относительную погрешность измерений массовой доли серы по формуле

$$\delta_{ij} = \frac{\omega(S)_{ij} - \omega(S)_j^A}{\omega(S)_j^A} \cdot 100\%, \quad (1)$$

где $\omega(S)_{ij}$ - i -ое измеренное значение массовой доли серы в j -ом СО, %;

$\omega(S)_j^A$ - аттестованное значение массовой доли серы в j -ом СО, %.

Полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли серы должны соответствовать требованиям таблицы 3.

8.3.2 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли металлов (медь, железо, марганец, никель, ванадий),

Для проверки относительной погрешности измерений массовой доли металлов (медь, железо, марганец, никель, ванадий), используют стандартные образцы с аттестованным значением массовой доли металлов (медь, железо, марганец, никель, ванадий), по разделу 4. Проводят не менее пяти измерений массовой доли каждого металла.

По результатам измерений для каждого стандартного образца (далее – СО) и для каждого металла (из числа медь, железо, марганец, никель, ванадий), рассчитывают относительную погрешность измерений массовой доли металла по формуле

$$\delta_{ij} = \frac{\omega(\text{Me})_{ij} - \omega(\text{Me})_j^A}{\omega(\text{Me})_j^A} \cdot 100\%, \quad (2)$$

где $\omega(\text{Me})_{ij}$ - i -ое измеренное значение массовой доли металла в j -ом СО, %;

$\omega(\text{Me})_j^A$ - аттестованное значение массовой доли металла в j -ом СО, %.

Полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли каждого металла (из числа медь, железо, марганец, никель, ванадий) должны соответствовать требованиям таблицы 3.

8.3.3 Проверка диапазонов измерений массовой доли серы, металлов (медь, железо, марганец, никель, ванадий)

Проверку диапазона измерений массовой доли серы, металлов (медь, железо, марганец, никель, ванадий) проводят одновременно с проверкой относительной погрешности измерений массовой доли серы, металлов (медь, железо, марганец, никель, ванадий) по п. 8.3.1-8.3.2. (Проводят измерения массовой доли серы, металлов (медь, железо, марганец, никель, ванадий) в начале, середине и в конце диапазона измерений). Полученные значения диапазонов массовой доли серы, металлов (медь, железо, марганец, никель, ванадий) измерений должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение для модификации	
	Petra 4294	Petra Max
Диапазон измерений массовой доли серы общей, %	от 0,00078 до 10,0	от 0,00168 до 10,0
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли серы общей, %, в диапазонах измерений:		
- св. 0,00078 до 0,00168 включ.	±25	-
- св. 0,00168 до 0,01 включ.	±20	±20
- св. 0,01 до 0,25 включ.	±10	±10
- св. 0,25 до 2 включ.	±6	±6
- св. 2 до 10 включ.	±4	±4
Диапазоны измерений массовой доли металлов (медь, железо, марганец, никель, ванадий), мг/кг	-	от 0,5 до 500
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли металлов (медь, железо, марганец, никель, ванадий), %	-	±10

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки в свободной форме.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815. Знак поверки наносится на лицевую панель анализатора в соответствии с рисунком 1, приведенным в Описании типа.

9.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815.

Зав. лаб.241 ФГУП «УНИИМ»



М.Ю. Медведевских