



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РЕГИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР СТАНДАРТИЗАЦИИ,
МЕТРОЛОГИИ И ИСПЫТАНИЙ В Г. МОСКВЕ И МОСКОВСКОЙ ОБЛАСТИ»
(ФБУ «РОСТЕСТ-МОСКВА»)**

СОГЛАСОВАНО

Заместитель генерального директора
ФБУ «Ростест-Москва»


_____ А.Д. Меньшиков



_____ апреля 2023 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**АНАЛИЗАТОРЫ СЕРЫ
РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ ВОЛНОДИСПЕРСИОННЫЕ
AVRORA-DUBNE 1610**

Методика поверки

РТ-МП-220-448-2023

г. Москва
2023 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы серы рентгенофлуоресцентные волнодисперсионные AVRORA-DUBNE 1610 (далее анализаторы) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

1.2 В целях обеспечения прослеживаемости поверяемого анализатора к государственному первичному эталону единиц величин необходимо соблюдать требования настоящей методики поверки.

Выполнение всех требований настоящей методики обеспечивает прослеживаемость поверяемого средства измерений в соответствии:

- с государственной поверочной схемой для средств измерений массы, утвержденной приказом Росстандарта от 04.07.2022 № 1622 к первичному эталону ГПЭ единицы массы (килограмма) ГЭТ 3-2020;

- с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания органических и элементарноорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта от 10.06.2021 № 988 к ГПЭ 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 ГЭТ 208-2019;

- с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта от 19.02.2021 № 148 к ГПЭ единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019.

1.3 При определении метрологических характеристик поверяемого анализатора используется метод прямого измерения поверяемым средством измерений величины, воспроизводимой стандартным образцом.

1.4 Допускается по заявлению владельца средства измерений проведение периодической поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений (в поддиапазоне измерений, соответствующем поддиапазону эксплуатации (градуировки) средства измерений), с обязательным отражением в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений информации об объеме проведенной поверки.

2 Перечень операций поверки

При проведении первичной и периодической поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (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	8.1
Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	8.2

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Определение метрологических характеристик средства измерений	Да	Да	9
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	10

3 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия влияющих факторов:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 25;
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 75.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению поверки допускаются лица:

- имеющие опыт работы в области измерений физико-химического состава и свойств веществ;
- прошедшие инструктаж по технике безопасности;
- ознакомленные с руководствами по эксплуатации средств поверки и поверяемого анализатора.

Требования к количеству специалистов в целях обеспечения безопасности работ и возможности выполнения процедур поверки отсутствуют.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяют средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2– Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 8.1.1 Контроль условий проведения поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 15°С до 25°С с абсолютной погрешностью $\pm 1,0$ °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 % до 80 %, с абсолютной погрешностью ± 3 %	Приборы комбинированные Testo 608-N1, Testo 608-N2, Testo 610, Testo 622, Testo 623, модификации Testo-608-N1(рег. № 53505-13)

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 9 Определение метрологических характеристик	Стандартный образец массовой доли серы в нефтепродуктах с аттестованным значением массовой доли серы от 0,1 млн ⁻¹ до 0,15 млн ⁻¹ с погрешностью ±15 %	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СО ССН-ПА), ГСО 10202-2013
	Стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле с аттестованным значением массовой доли серы от 0,9 млн ⁻¹ до 1,9 млн ⁻¹ с погрешностью ±6 %	СО массовой доли серы в минеральном масле (СМ-01-СХ), ГСО 11439-2019
	Стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле с аттестованным значением массовой доли серы от 2 мг/кг до 10 мг/кг с погрешностью ±2,5 %	СО массовой доли серы в минеральном масле (СНН01-ЭК), ГСО 11028-2018
	Стандартный образец массовой доли серы в нефтепродуктах с аттестованным значением массовой доли серы от 0,0090 % до 0,0110 % с погрешностью ±2,5 %	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-0,01), ГСО 9032-2008
	Стандартный образец массовой доли серы в нефтепродуктах с аттестованным значением массовой доли серы от 0,0540 % до 0,0660 % с погрешностью ± 2,5 %	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-0,06), ГСО 9034-2008
п. 9 Определение метрологических характеристик	Стандартный образец массовой доли серы в нефтепродуктах с аттестованным значением массовой доли серы от 0,090 % до 0,110 % с погрешностью ±2,5 %	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-0,1), ГСО 9035-2008
	Стандартный образец массовой доли серы в нефтепродуктах с аттестованным значением массовой доли серы от 0,490 % до 0,510 % с погрешностью ±2,5 %	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-2,5), ГСО 9036-2008
	Стандартный образец массовой доли серы в нефтепродуктах с аттестованным значением массовой доли серы от 4,90 % до 5,10 % с погрешностью ±2,5 %	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-5), ГСО 9042-2008
<i>Примечание – Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, поверенные средства измерений утвержденного типа, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.</i>		

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки необходимо соблюдать:

– общие правила техники безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.2.003-91 «Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности»;

– «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Министерства труда и социальной защиты Российской Федерации от 15 декабря 2020 года № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

– указания по технике безопасности, приведённые в эксплуатационной документации на средства поверки;

– указания по технике безопасности, приведённые в эксплуатационной документации на анализаторы.

Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

7 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено:

– соответствие внешнего вида и маркировки описанию типа средства измерений и эксплуатационной документации на анализаторы;

– отсутствие повреждений, препятствующих применению анализатора.

Анализаторы, не отвечающие перечисленным выше требованиям, дальнейшей поверке не подлежат.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

8.1.1 Провести контроль условий поверки: произвести измерение температуры окружающего воздуха и относительной влажности воздуха средствами измерений, указанными в таблице 2. Результаты зафиксировать в протоколе поверки.

8.1.2 Анализатор должен быть выдержан в помещении, в котором проводят поверку, в течение 2 часов.

8.2 Опробование

При проведении опробования выполняется проверка общего функционирования при включении анализатора.

Включить кнопку питания анализатора и проверить, что анализатор проходит режим самодиагностики.

Результаты проверки считают положительными, если:

- режим самодиагностики выполнен положительно;
- анализатор выходит в режим измерений.

9 Определение метрологических характеристик средства измерений

9.1 Определение диапазона измерений, определение относительной погрешности измерений массовой доли серы

9.1.1 Проверку диапазона измерений массовой доли серы проводят одновременно с проверкой относительной погрешности измерений массовой доли серы. Анализатор предоставляется на поверку с предварительно проведенной градуировкой.

9.1.2 Первичную поверку анализатора проводят во всем диапазоне измерений массовой доли серы (от 0,00001 % до 5 %) на заводских градуировках от 0 до 50 мг/кг, от 0 до 500 мг/кг, от 0,04 % до 1 % и от 1 % до 5 % массовой доли серы с применением не менее двух стандартных образцов со значениями массовой доли серы, лежащими в диапазоне градуировки. Рекомендуемые контрольные точки и стандартные образцы для проведения первичной поверки приведены в таблице 3.

Таблица 3

Поддиапазоны измерений массовой доли серы	Регистрационный номер СО, массовая доля серы
от 0,00001 % до 0,0002 % включ. (от 0,1 до 2 мг/кг включ.)	ГСО 10202-2013, 0,1 мг/кг ГСО 11439-2019, 1 мг/кг
св. 0,0002 % до 0,05 % включ. (св. 2 до 500 мг/кг включ.)	ГСО 11028-2018, 10 мг/кг ГСО 9032-2008, 100 мг/кг
св. 0,05 % до 0,5 % включ. (св. 500 до 5000 мг/кг включ.)	ГСО 9034-2008, 600 мг/кг ГСО 9035-2008, 1000 мг/кг
св. 0,5 % до 5 % включ. (св. 5000 до 50000 мг/кг включ.)	ГСО 9036-2008, 0,5 % ГСО 9040-2008, 5 %

9.1.3 Периодическую поверку при градуировке средства измерений, отличающейся от заводских градуировок, проводят с применением не менее двух стандартных образцов и/или контрольных растворов со значениями массовой доли серы, лежащими в диапазоне градуировки средства измерений. Если градуировка владельца средства измерений совпадает с заводской градуировкой, рекомендуемые стандартные образцы для проведения поверки приведены в таблице 3.

9.1.4 Заполняют чистую, сухую кювету стандартным образцом примерно до 75% вместимости. Перед заполнением кюветы может возникнуть необходимость подогрева вязких образцов (с массовой долей серы выше 5 мг/кг) до 28-30 °С для облегчения наливания их в кювету. Между окошком кюветы и стандартным образцом не должно быть воздушных пузырьков.

9.1.5 Проводят по два измерения массовой доли серы (C_{ij}), мг/кг (%) для каждого стандартного образца, каждый раз используя свежеприготовленную кювету и свежую порцию стандартного образца.

9.1.6 Рассчитывают среднее арифметическое значение массовой доли серы (\bar{C}_i), мг/кг (%) по формуле (1):

$$\bar{C}_i = \frac{\sum C_{ij}}{2} \quad (1)$$

10 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Оценка соответствия средства измерений метрологическим требованиям, указанным в описании типа.

10.1.1 По результатам измерений для каждого стандартного образца рассчитывают относительную погрешность измерений массовой доли серы (δ), %, по формуле (2):

$$\delta = \frac{\bar{C}_i - C_{ат}}{C_{ат}} \cdot 100, \quad (2)$$

где $C_{ат}$ - действительное значение массовой доли серы, указанное в паспорте стандартного образца, мг/кг (%).

Результат поверки анализатора считать положительным, если:

- диапазон измерений и относительная погрешность измерений массовой доли серы, полученные при поверке, не превышают значений, указанных в описании типа анализаторов и в Приложении А к настоящей методике поверки.

10.1.2 В случае несоответствия анализатора критериям, изложенным в п. 10.1.1, результат поверки анализатора считать отрицательным.

11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы.

11.2 Сведения о результатах поверки средств измерений передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

11.3 Свидетельство о поверке или извещение о непригодности к применению средства измерений выдаётся по заявлению владельцев средства измерений или лиц, представивших его в поверку. Свидетельство о поверке или извещение о непригодности к применению средства измерений должны быть оформлены в соответствии с требованиями действующих правовых нормативных документов. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

Начальник лаборатории № 448



А.Г. Дубинчик

Таблица А1 -Метрологические характеристики анализаторов серы рентгенофлуоресцентных волнодисперсионных AVRORA-DUBNE 1610

Наименование характеристики	Значение
<p>Диапазон измерений массовой доли серы</p> <ul style="list-style-type: none"> - % - мг/кг* 	<p>от 0,00001 до 5,00000 от 0,1 до 50 000</p>
<p>Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли серы, %, в поддиапазонах измерений:</p> <ul style="list-style-type: none"> - от 0,00001 % до 0,0002% включ.(от 0,1 до 2 мг/кг включ.) - св. 0,0002% до 0,05 % включ. (от 2 до 500 мг/кг включ.)** - св. 0,05 % до 0,5 % включ.(св. 500 до 5000 мг/кг включ.) - св. 0,5 % до 5,00000 % включ.(св. 5000 до 50 000 мг/кг) 	<p>±30 ±15 ±8 ±5</p>
<p>* На дисплее анализатора отображаются ppm ** Поддиапазон включает в себя 2 заводские калибровки: от 0 до 50 мг/кг, от 0 до 500 мг/кг,</p>	