

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



УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских

"19" 02 2016 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы сцинтилляционные САМ-ДТ-01-2

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 07-251-2016

и.р. 64278-16

Екатеринбург

2016

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»
(ФГУП «УНИИМ»)

2 ИСПОЛНИТЕЛЬ зав. лаб. 251, к.х.н., Собина Е.П.

3 УТВЕРЖДЕНА директором ФГУП «УНИИМ» в 2016 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	4
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....	5
6	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ.....	5
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	5
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	5
	8.1 ВНЕШНИЙ ОСМОТР.....	5
	8.2 ОПРОБОВАНИЕ.....	5
	8.3 ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК.....	6
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	8
	ПРИЛОЖЕНИЕ А (ОБЯЗАТЕЛЬНОЕ) ПРИГОТОВЛЕНИЕ ПОВЕРОЧНЫХ РАСТВОРОВ (ПР) С ИЗВЕСТНОЙ МАССОВОЙ ДОЛЕЙ РАСТВОРЕННЫХ ЭЛЕМЕНТОВ.....	9
	ПРИЛОЖЕНИЕ Б (ОБЯЗАТЕЛЬНОЕ) ПРИГОТОВЛЕНИЕ ПОВЕРОЧНЫХ РАСТВОРОВ (ПР) С ИЗВЕСТНОЙ СУММАРНОЙ МАССОВОЙ ДОЛЕЙ ЭЛЕМЕНТОВ В РАСТВОРЕННОМ ВИДЕ И ТВЕРДЫХ ЧАСТИЦАХ	10
	ПРИЛОЖЕНИЕ В (ОБЯЗАТЕЛЬНОЕ) ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ	12

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы сцинтилляционные САМ-ДТ-01-2 (далее-анализаторы), выпускаемые фирмой ООО «ДТ», Россия, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка анализатора должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

Интервал между поверками – 1 год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие нормативные документы:

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

Нормативный правовой акт: Приказ Минтруда России от 24.07.2013 N 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Нормативный правовой акт: Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке».

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 операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3	да	да
3.1 Проверка диапазона и абсолютной погрешности измерений массовой доли элементов в растворенном виде	8.3.1	да	да
3.2 Проверка диапазона и абсолютной погрешности измерений массовой доли элементов в растворенном виде и твердых частицах	8.3.2	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка и градуировка анализаторов 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.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- стандартный образец ГСО 10696-2015 состава продуктов изнашивания авиационного газотурбинного двигателя (СОЧПИ ГТД) (интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,01 % до 7,0 %, интервал границ относительной погрешности аттестованных значений при P=0,95 от ±3 % до ±8 %);

- стандартный образец ГСО 10695-2015 массовой доли элементов в нефтепродукте (МДЭН 21) (интервал аттестованных значений массовой доли металлов от 9,0 до 110,0 млн⁻¹, границы относительной погрешности аттестованных значений при P=0,95 ± 2 %);
- весы I (специального) класса точности (НПВ= 200 г, Δ= ± 0,001 г);
- весы II (специального) класса точности (НПВ= 2000 г, Δ= ± 0,05 г);
- термогигрометр (диапазон измерений относительной влажности воздуха (20 - 95) %; пределы абсолютной погрешности Δ= ± 3 %; диапазон измерений температуры (10 – 30) °С; пределы абсолютной погрешности Δ= ± 0,5 °С).

4.2 Допускается применение других стандартных образцов и средств измерений с метрологическими характеристиками не хуже приведенных в 4.1.

5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 20 ± 5
- относительная влажность воздуха, (при t= 20 °С), % 50 ± 20

6.2 Анализатор устанавливается вдали от источников магнитных и электрических полей. Анализатор должен находиться на ровной и устойчивой поверхности, без возможности тряски; необходимо соблюдать дистанцию между задней панелью анализатора и стеной в соответствии с РЭ. Анализатор не должен находиться в комнате химического анализа.

7 Подготовка к поверке

7.1 Анализатор подготовить к работе в соответствии с РЭ.

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

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование

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

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора.

Идентификационное наименование ПО, номер версии ПО идентифицируется при включении анализатора путем вывода на экран номера версии во вкладке о программе. Наименование ПО анализатора должно соответствовать приведенным в таблице 2 идентификационным данным.

Таблица 2 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Регистрация
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	не ниже 2.0.0 Build 573
Цифровой идентификатор ПО	4D3E81C1A9126C78CB821 6F544AA3EF7E3DB5433
Другие идентификационные данные (алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО)	SHA1 (Reg_Win.exe)

8.3 Проверка метрологических характеристик

8.3.1 Проверка диапазона и абсолютной погрешности измерений массовой доли элементов в растворенном виде

Подготавливают поверочные растворы CON на основе стандартного образца ГСО 10695-2015 по приложению А.

Выполнить не менее 5 измерений результатов измерений массовой доли Cu, Fe, Mg для каждого из поверочных растворов.

По результатам измерений для каждого металла и каждого ПР CON вычислить среднее арифметическое результатов измерений массовой доли элементов в анализируемом масле в виде раствора (\bar{W}_j) и абсолютную погрешность результатов измерений массовой доли элементов в растворенном виде, по формулам:

$$\bar{W}_j = \frac{\sum_{i=1}^n W_{ij}}{n}, \quad (1)$$

$$S_j = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (W_{ij} - \bar{W}_j)^2}{n-1}}, \quad (2)$$

$$\Delta_{cj} = |\bar{W}_j - A_j| + \Delta A_j, \quad (3)$$

$$\Delta_j = \left[\frac{\frac{tS_j}{\sqrt{n}} + \Delta_{cj}}{\frac{S_j}{\sqrt{n}} + \frac{\Delta_{cj}}{\sqrt{3}}} \right] \sqrt{\frac{S_j^2}{n} + \frac{\Delta_{cj}^2}{3}}, \quad (4)$$

где W_{ij} - результат i -го измерения массовой доли j -го элемента, %;

n - количество измерений;

A_j и ΔA_j - аттестованное значение и погрешность аттестованного значения массовой доли j -го элемента в поверочном растворе, определенные по приложению А.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений массовой доли элементов в растворе анализируемого масла должны удовлетворять требованиям таблицы 3. В случае соответствия требований к погрешности диапазон измерений соответствует указанному в таблице 3.

8.3.2 Проверка диапазона и абсолютной погрешности измерений массовой доли элементов в растворенном виде и твердых частицах

Подготавливают поверочные растворы МОС на основе стандартного образца ГСО 10696-2015 по приложению Б.

Выполнить не менее 5 измерений результатов измерений массовой доли Cu, Fe, Mg, Ag, Ni, Cr в твердых частицах анализируемого масла для каждого из поверочных растворов МОС.

По результатам измерений для каждого металла и каждого поверочного раствора МОС вычислить среднее арифметическое результатов измерений массовой доли элементов в растворенном виде и твердых частицах в анализируемом масле (\bar{W}_j) и абсолютную погрешность результатов измерений массовой доли элементов в растворенном виде и твердых частицах по формулам (1)-(4). При этом в качестве аттестованных значений и их погрешности используются значения для поверочных растворов МОС, указанные в Приложении Б.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений массовой доли элементов, находящихся в анализируемом масле в виде твердых металлических частиц, должны удовлетворять требованиям таблицы 3. В случае соответствия требований к погрешности диапазон измерений соответствует указанному в таблице 3.

В случае соответствия требований к погрешности и диапазону измерений по 8.3.1 (элементы в растворенном виде) и 8.3.2 (элементы в растворенном виде и твердых частицах), пределы допускаемой абсолютной погрешности и диапазон измерений для элементов в твердых частицах принимается в соответствии с таблицей 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значения характеристик
1	2
Диапазон измерений массовой доли меди, млн ⁻¹ : - в растворенном виде; - в твердых частицах; - в растворенном виде и твердых частицах	от 0,2 до 3,0 от 0,35 до 2,1 от 0,05 до 5,1
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли меди, млн ⁻¹ : - в растворенном виде; - в твердых частицах; - в растворенном виде и твердых частицах	± 0,2 ± (0,22 + 0,33·C _x) ± (0,02 + 0,33·C _x)
Диапазон измерений массовой доли железа, млн ⁻¹ : - в растворенном виде; - в твердых частицах; - в растворенном виде и твердых частицах	от 0,3 до 3,0 от 0,5 до 6,9 от 0,09 до 9,9
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли железа, млн ⁻¹ : - в растворенном виде; - в твердых частицах; - в растворенном виде и твердых частицах	± 0,3 ± (0,36 + 0,33·C _x) ± (0,06 + 0,33·C _x)
Диапазон измерений массовой доли магния, млн ⁻¹ : - в растворенном виде; - в твердых частицах; - в растворенном виде и твердых частицах	От 0,3 до 3,0 От 0,6 до 1,2 От 0,05 до 4,2
Пределы допускаемой абсолютной погрешности массовой доли магния, млн ⁻¹ : - в растворенном виде; - в твердых частицах; - в растворенном виде и твердых частицах	± 0,3 ± (0,33 + 0,4·C _x) ± (0,025 + 0,4·C _x)

продолжение таблицы 3

1	2
Диапазон измерений массовой доли серебра в растворенном виде и твердых частицах, млн ⁻¹	От 0,02 до 0,4
Пределы допускаемой абсолютной погрешности массовой доли серебра в растворенном виде и твердых частицах, млн ⁻¹	$\pm (0,01 + 0,93 \cdot C_x)$
Диапазон измерений массовой доли никеля в растворенном виде и твердых частицах, млн ⁻¹	От 0,05 до 0,25
Пределы допускаемой абсолютной погрешности массовой доли никеля в растворенном виде и твердых частицах, млн ⁻¹	$\pm (0,015 + 0,88 \cdot C_x)$
Диапазон измерений массовой доли хрома в растворенном виде и твердых частицах, млн ⁻¹	От 0,12 до 0,70
Пределы допускаемой абсолютной погрешности массовой доли хрома в растворенном виде и твердых частицах, млн ⁻¹	$\pm (0,06 + 0,5 \cdot C_x)$

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения В.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

9.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство, гасят клеймо и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815.

Зав. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ», к.х.н.

 Е.П. Соби́на

**Приложение А
(обязательное)**

Приготовление поверочных растворов (ПР) с известной массовой долей растворенных элементов

Образцы ПР CON изготавливают, разбавляя стандартный образец ГСО 10695-2015 «чистым» авиационным маслом (масло моторное авиационное МС-8П, по ТУ 38-011-63) до массовых долей элементов по таблице А.1. Порядок разбавления показан в таблице А.1

Таблица А.1 - Приготовление поверочных растворов CON с известной массовой долей растворенных элементов

№ образца	Масса ГСО 10695-2015*, г	Чистое масло, г	Номинальное значение массовой доли в ПР, А, млн ⁻¹ (ppm)	Границы относительной погрешности аттестованного значения при P=0,95 δА, %
CON 0,5	20	380	0,5	± 3
CON 1	40	360	1	
CON 2	80	320	2	
CON 3	120	280	3	

* - в таблице А.1 приведены данные для приготовления поверочных растворов при номинальной массовой доле элементов в ГСО 10695-2015 - 10 млн⁻¹. При использовании ГСО 10695-2015 с другим номинальными значениями массовых долей элементов процедура приготовления должна быть скорректирована.

При приготовлении ПР CON используют весы II класса точности и конические колбы. Колбу устанавливают на весы и обнуляют. Вначале в колбу с помощью пипеток заливают нужную массу ГСО 10695-2015 m_1 , затем доливают чистое масло m_2 (масло моторное авиационное МС-8П, по ТУ 38-011-63) по таблице А.1. Полученную смесь, прямо в колбах, подвергают ультразвуковой обработке в течение 1 часа, затем перемешиванию вручную или на механической мешалке.

Аттестованное значение массовой доли каждого элемента в ПР CON рассчитывают по уравнению:

$$A = \frac{m_1 A_0}{m_1 + m_2}, \quad (A.1)$$

где A_0 - аттестованное значение массовой доли металла в исходном ГСО 10695-2015, млн⁻¹;

m_1 - масса исходного ГСО 10695-2015, г;

m_2 - масса чистого масла, г.

Приготовленные ПР CON, хранят в герметично закрытых пластиковых бутылках вдали от источников вибрации и магнитных полей. Каждый раз перед использованием образцы в бутылке встряхивают в течение 5 мин и обрабатывают 30 мин в ультразвуковой ванне для устранения расслаивания, возникающего при хранении. Срок хранения ПР CON не более 30 дней.

**Приложение Б
(обязательное)**

Приготовление поверочных растворов (ПР) с известной суммарной массовой долей элементов в растворенном виде и твердых частицах

Образцы ПР МОС изготавливают из «исходного образца ПР МОС-10» с высоким содержанием элементов – примесей (номинальное значение массовой доли меди 10 млн^{-1} (ppm)). Для этого, с помощью весов I (специального) класса точности отбирают навеску 0,3230 г порошка ГСО 10696-2015 и помещают его в коническую колбу вместимостью 800 см^3 . Колбу устанавливают на весы II (высокого) класса точности, обнуляют и заливают в нее 400 г «чистого» масла (масло моторное авиационное МС-8П, по ТУ 38-011-63). Затем колбу помещают в ультразвуковую ванну и обрабатывают в течение 1 часа. Полученный образец весовым методом разбавляют «чистым» маслом в 2,5 раза, обрабатывают ультразвуком в течение 30 минут, переливают в пластиковую бутылку, герметично закрывают винтовой крышкой. Перед работой головной образец взбалтывают в течение 5 минут вручную или на механической мешалке.

Аттестованное значение массовой доли каждого элемента в «исходном образце ПР МОС-10», A_{10} , рассчитывают по уравнению:

$$A_{10} = \frac{m_1 A_o}{m_1 + m_2} \cdot k \cdot 10^4, \quad (\text{Б.1})$$

где A_o - аттестованное значение массовой доли металла в исходном ГСО 10696-2015, %;

m_1 - масса исходного ГСО 10696-2015, г;

m_2 - масса чистого масла, г;

k - коэффициент разбавления (номинальное значение 2,5), точное значение коэффициента разбавления рассчитывается каждый раз из действительных значений массы при приготовлении исходного образца ПР МОС-10.

Массовая доля элементов-примесей в приготовленном головном образце приведена в таблице Б.1.

Таблица Б.1 Суммарная массовая доля элементов-примесей в исходном образце ПР МОС 10

Элемент	Cu	Fe	Mg	Ag	Ni	Cr
Массовая доля, млн^{-1}	10,17	20,16	4,10	1,32	0,74	1,84

* - в таблице Б.1 приведены данные для приготовления ПР МОС при следующих аттестованных значениях массовой доли элементов в ГСО 10696-2015 ($A(\text{Ag}) = 0,41 \%$, $A(\text{Cr}) = 0,57 \%$, $A(\text{Cu}) = 3,15 \%$, $A(\text{Fe}) = 6,24 \%$, $A(\text{Mg}) = 1,27 \%$, $A(\text{Ni}) = 0,23 \%$). При использовании ГСО 10695-2015 с другими аттестованными значениями массовых долей элементов процедура приготовления должна быть скорректирована.

Из «исходного образца ПР МОС-10» весовым методом, путем последовательного разбавления получают масляные образцы ПР МОС с заданными массовыми долями элементов. Порядок разбавления показан в таблице Б.2, а массовые доли элементов-примесей в приготовленных ПР МОС указаны в таблице Б.3

Таблица Б.2 - Приготовление образцов ПР МОС последовательным разбавлением

Шифр ПР	Массовая доля меди С, млн^{-1}	Исходный материал, масса, г	Масса «чистого» масла, г	Масса ПР МОС, г
МОС-3	3	МОС-10, 120	280	400
МОС-2	2	МОС-10, 80	320	400
МОС-1	1	МОС 3, 133,3	266,7	400
МОС-03	0,3	МОС1, 120	280	400
МОС-01	0,1	МОС 03, 133,3	266,7	400

Таблица Б.3 Массовая доля элементов в масляных образцах МОС

Шифр ПР	Массовая доля элементов в ПР МОС, млн ⁻¹					
	Ag	Cr	Cu	Fe	Mg	Ni
МОС-10	1,32	1,84	10,17	20,16	4,10	0,74
МОС-3	0,40	0,55	3,05	6,05	1,23	0,22
МОС-2	0,26	0,37	2,03	4,03	0,82	0,15
МОС-1	0,13	0,18	1,02	2,02	0,41	0,07
МОС-03	0,04	0,06	0,31	0,60	0,12	0,02
МОС-01	0,013	0,018	0,102	0,201	0,041	0,007

С учетом погрешности разбавления весовым методом, относительные погрешности массовых долей элементов в образцах МОС составляют при $P=0,95$ - $\delta A = \pm 15\%$.

Приготовленные ПР МОС, хранят в герметично закрытых пластиковых бутылках вдали от источников вибрации и магнитных полей. Каждый раз перед использованием образцы в бутылке встряхивают в течение 5 мин и обрабатывают 30 мин в ультразвуковой ванне для устранения расслаивания, возникающего при хранении.

При вычислениях массовой доли элементов необходимо фиксировать точные массы навесок на весах II высокого класса точности и аттестованное значение массовой доли в каждом ПР рассчитывают по уравнению:

$$A = \frac{m_1 A_i}{m_1 + m_2}, \quad (\text{Б.2})$$

где A_i - аттестованное значение массовой доли металлов i -го ПР МОС, который разбавляется в соответствии с таблицей Б.2, млн⁻¹;

m_1 - масса исходного материала ПР МОС-10, г;

m_2 - масса чистого масла, г.

Приготовленные ПР МОС, хранят в герметично закрытых пластиковых бутылках вдали от источников вибрации и магнитных полей. Каждый раз перед использованием образцы в бутылке встряхивают в течение 5 мин и обрабатывают 30 мин в ультразвуковой ванне для устранения расслаивания, возникающего при хранении. Срок хранения ПР МОС не более 30 дней.

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(обязательное)
ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ
ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализатор сцинтилляционный САМ-ДТ-01-2, зав № _____

Документ на поверку: МП ___-251-2016 «ГСИ. Анализаторы сцинтилляционные САМ-ДТ-01-2.

Методика поверки».

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °С _____

- относительная влажность воздуха, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица В.1 – Результаты проверки диапазона и абсолютной погрешности измерений массовой доли элементов растворенном виде

Элемент	Результаты измерений массовой доли элемента, млн ⁻¹	Среднее арифметическое значение результатов измерений массовой доли элемента, млн ⁻¹	Абсолютная погрешность измерений массовой доли элемента, млн ⁻¹	Пределы допускаемой погрешности измерений массовой доли, млн ⁻¹
...				

Таблица В.2 – Результаты проверки диапазона и абсолютной погрешности измерений массовой доли элементов в растворенном виде и твердых частицах

Элемент	Результаты измерений массовой доли элемента, млн ⁻¹	Среднее арифметическое значение результатов измерений массовой доли элемента, млн ⁻¹	Абсолютная погрешность измерений массовой доли элемента, млн ⁻¹	Пределы допускаемой погрешности измерений массовой доли, млн ⁻¹
...				

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от « ___ » _____ 20__ г, № _____

Поверитель _____

Подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____