

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ГЦИ СИ ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»



Н.И.Ханов
25.05.2015 г.

СПЕКТРОМЕТРЫ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ

NITON (модели XL2 и XL3t)

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-1913-2015

л.р. 61854-15

Руководитель отдела
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

 Л.А. Конопелько

Старший научный сотрудник
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

 М.А. Мешалкин

Санкт-Петербург

2015 г.

Настоящая методика распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные NITON (модели XL2 и XL3t) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Спектрометры подлежат первичной поверке после ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверке в процессе эксплуатации. Интервал между поверками - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1.

№ п. /п	Наименование операций	Номер пункта мето- дики	Проведение операций поверки при	
			периодиче- ской поверке	первичной поверке
1.	Внешний осмотр.	6.1	да	да
2.	Опробование.	6.2	да	да
3.	Проверка соответствия программного обеспе- чения	6.3		
4.	Определение метрологических характеристик.	6.4	да	да
5.	Определение метрологических характеристик по документу на методику выполнения измере- ний	—	нет	да ¹⁾

Примечания:

¹⁾ Проводится при наличии стандартизованной (аттестованной) методики выполнения измерений с использованием спектрометра рентгенофлуоресцентного NITON (по требованию владельца прибора). В этом случае поверка по п.4 может не проводиться.

Согласно МИ 2531-99 «ГСИ. Анализаторы состава веществ и материалов универсальные. Общие требования к методикам поверки в условиях эксплуатации», допускается проводить периодическую поверку в соответствии с разделами «Контроль точности» аттестованных государственными научными метрологическими центрами методик выполнения измерений (далее – МВИ) или разделов «Контроль точности (погрешности, прецизионности, неопределенности)» или «Обработка результатов измерений» стандартизованных МВИ ¹, реализованных на поверяемом приборе (см. примечания к табл.1).

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

¹ Принятых в виде ГОСТ и введенных в действие постановлением Госстандарта или постановлением Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии.

СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.

2.1. При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2.

П/п	Номер пункта МП	Наименование, тип, марка эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки.	Номер ГСО, нормативный документ и/или метрологические характеристики
1.	6.4	Стандартные образцы состава сталей легированных типов 12Х25Н16Г7АР, 10Х14АГ15, 40Х15Н7Г7Ф2МС, 10Х14Г14Н14Т, 08Х18Г8Н2Т (комплект СО РГ19-РГ23)	ГСО 8456-2003
2.	6.4	Стандартный образец состава руды железной Р8в (комплект СО Р8)	ГСО 1865-8711
3.	4.1	Термометр лабораторный ТЛ4-Б2	ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (0 - 50)° С, цена деления 0,1° С.
1.	4.1	Барометр-анероид М-110	ТУ 25.04-1799-75 (№3745-73 по Госреестру СИ РФ)
2.	4.1	Психрометр аспирационный МВ-4-М или МВ-4-2М	ТУ 25-1607.054-85 (№10069-01 по Госреестру СИ РФ)

Допускается использование других средств поверки, в том числе стандартных образцов с аналогичным химическим составом и метрологическими характеристиками не хуже указанных, допущенных к применению в РФ в установленном порядке.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в руководстве по эксплуатации спектрометра.

3.2. Требования к квалификации поверителей:

К проведению измерений при поверке допускаются лица:

- имеющие навыки работы на поверяемом приборе;
- изучившие методику поверки прибора.

При поверке допускается участие операторов, обслуживающих прибор, в части получения экспериментальных данных.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от 15 до 25
- атмосферное давление, кПа от 90, до 104,8
- относительная влажность воздуха, % не более 80
- питание - сети переменного тока
 - напряжением, В от 187 до 232
 - частотой, Гц от 49 до 51

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Визуально проверить чистоту поверхности стандартных образцов и при необходимости провести зачистку.

5.2. Подготовка спектрометра к выполнению операций при проведении поверочных измерений осуществляется в соответствии с эксплуатационной документацией.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра проверяют:

- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности прибора технической документации;
- надежность крепления соединительных элементов.

6.2. Опробование

6.2.1. Опробование прибора происходит в автоматическом режиме.

6.2.2. Включить питание прибора. После включения питания происходит автоматическая загрузка основного программного обеспечения и процедура тестирования прибора. В случае успешного прохождения тестирования на дисплее появляется стартовое окно программного обеспечения спектрометра.

6.3. Проверка соответствия программного обеспечения

6.3.1. Определение номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Определение осуществляется следующим образом:

- в главном окне выбрать пиктограмму анализатора «*System*», затем выбрать иконку окна спецификации «*Specs*». Окно спецификации включает в себя серийный номер анализатора NITON и версию его ПО в правом верхнем углу экрана как показано на рис.1. Для возврата в главное меню дважды нажать кратко кнопку включения прибора. Копия экрана с окном спецификации приведена на рисунке 1.

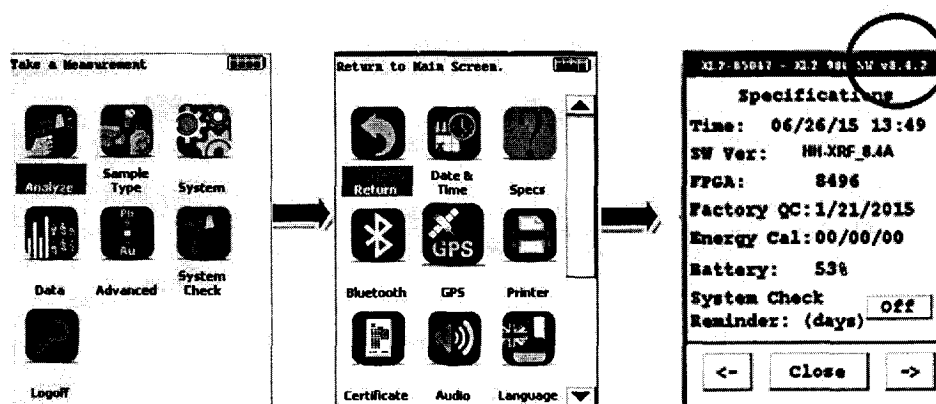


Рис.1. Окно с названием и номером версии ПО

6.3.2. Спектрометр считается выдержавшим проверку по п.6.3, если номер версии ПО не ниже 8.4.1. Версия ПО может иметь дополнительные цифровые или буквенные суффиксы после указанных трех цифр.

6.4. Определение метрологических характеристик

6.4.1. Определение относительной погрешности спектрометра при измерении массовой доли контрольных элементов.

6.4.1.1. Для приборов исполнений 800 и 900 (при поверке по СО сталей) войти в меню выбора первичной калибровки «*Sample Type*», выбрать режим анализа сплавов «*Metals*», затем выбрать режим «*General Metals*» (см. Рисунок 1).

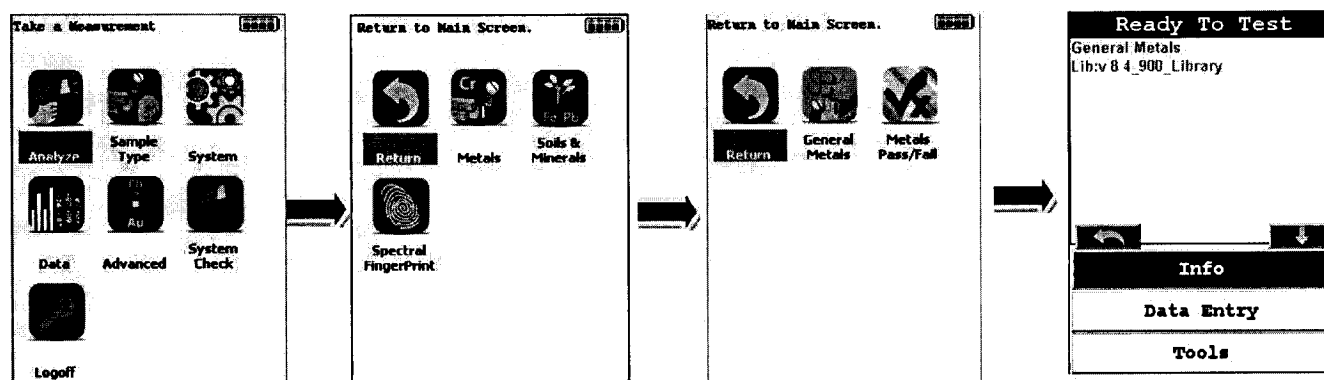


Рисунок 1

6.4.1.2. Для приборов исполнений 500 и 900 (при поверке по СО руды) войти в меню выбора первичной «*Sample Type*», выбрать режим анализа рудных и нерудных материалов «*Soils & Minerals*», и, наконец, режим «*Mining Cu/Zn*» (см. Рисунок 2).

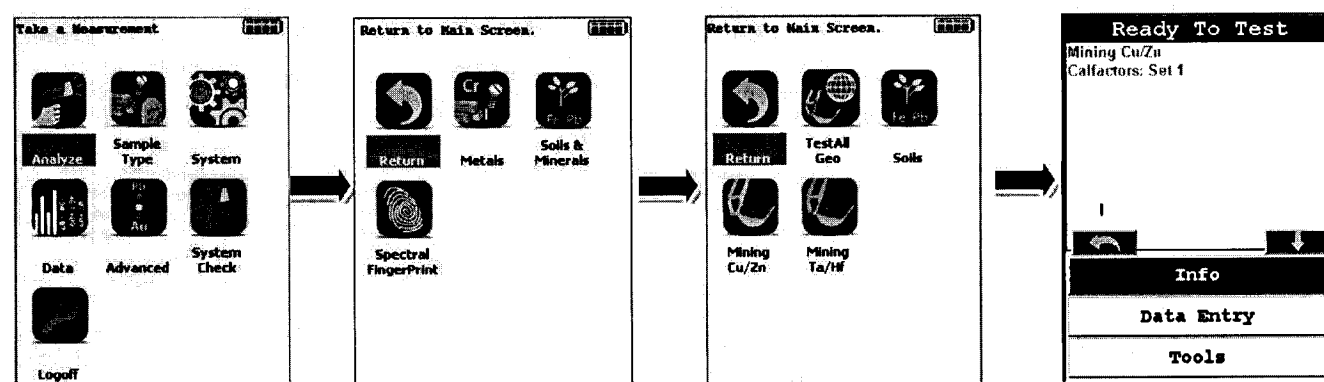


Рисунок 2

6.4.1.3. Для приборов исполнений 600 и 900 (при поверке по СО руды) войти в меню выбора первичной калибровки «*Sample Type*», выбрать режим анализа рудных и нерудных материалов «*Soils&Minerals*», и, наконец, режим «*Soils*» (см. Рисунок 3).

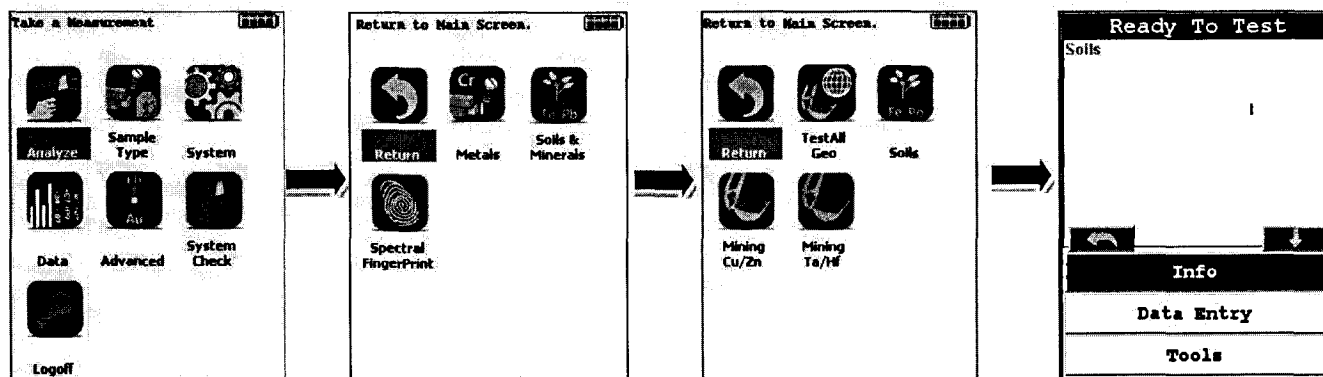


Рисунок 3

6.4.1.4. Установить на ровную поверхность стандартный образец, взять прибор в руки и установить его на образец.

Провести измерение, нажимая на пускатель не менее 30 секунд.

На дисплее найти измеряемый элемент и вписать в протокол (Приложение 1) данные из столбца «%» (массовая доля элементов).

Измерения повторить.

6.4.1.5. Определить относительную погрешность спектрометра по формуле:

$$\delta_i = \frac{C_i - C_{\text{пасп}}}{C_{\text{пасп}}} \times 100, \% \quad (1)$$

где: C_i – результат i -го измерения массовой доли элемента в стандартном образце.

$C_{\text{пасп}}$ – паспортное значение массовой доли элемента в стандартном образце.

Примечание: спектрометр определяет массовые доли элементов, а при использовании стандартного образца состава железной руды в паспорте ГСО указываются массовые доли оксидов элементов. Необходимо рассчитать массовые доли элементов, содержащихся в стандартных образцах железной руды по следующим формулам:

$$C(\text{Mn}) = 0,7745 \times C(\text{MnO})$$

$$C(\text{Ni}) = 0,7858 \times C(\text{NiO})$$

$$C(\text{Cr}) = 0,6842 \times C(\text{Cr}_2\text{O}_3)$$

6.4.1.6. За погрешность спектрометра принять наибольшее значение относительной погрешности, полученной в п. 6.4.1.5.

6.4.1.7. Спектрометр считается прошедшим поверку по п.6.4, если значение δ для контрольных элементов при использовании стандартных образцов состава сталей легированных (комплект РГ19а – РГ23а или аналогичный) не превышает значений, указанных в таблице 2.

Таблица 2

Пределы допускаемой относительной погрешности спектрометра (при измерении массовой доли контрольных элементов в сталях), %

Mn (в диапазоне массовых долей от 7,5 до 16,0 %)	± 7
Ni (в диапазоне массовых долей от 4,0 до 18,0 %)	± 5
Cr (в диапазоне массовых долей от 13,0 до 25,0 %)	± 4

6.4.1.8. Спектрометр считается прошедшим поверку по п.6.4, если значение δ для контрольных элементов при использовании стандартных образцов состава руды железной (комплект СО Р8 или аналогичный) не превышает значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3

Пределы допускаемой относительной погрешности спектрометра (при измерении массовой доли контрольных элементов в рудах), %

Mn (в диапазоне массовых долей от 0,1 до 1,0 %)	± 20
Ni (в диапазоне массовых долей от 0,1 до 1,0 %)	± 20
Cr (в диапазоне массовых долей от 1,0 до 2,0 %)	± 20

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений. Форма протокола приведена в Приложении 1.

7.2. Спектрометры, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными.

7.3. При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке установленной формы.

7.4. Спектрометры, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на них выдается извещение о непригодности.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

спектрометр рентгенофлуоресцентный модели _____ исполнения _____

Зав.№ _____

Владелец _____ ИНН владельца _____

Дата поверки _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °С;

атмосферное давление _____ кПа;

относительная влажность _____ %.

Напряжение питания _____ В

1. Средства поверки:

2. Результаты поверки

Таблица 2

Наименование параметра	Допускаемое значение параметра по техническому описанию и инструкции по эксплуатации	Установленное значение параметра по результатам поверки	Заключение о пригодности прибора по поверяемым параметрам (годен, не годен)
1	2	3	4
1. Проведение внешнего осмотра	Визуально		
2. Опробование прибора	Визуально		
3 Определение относительной погрешности, %: Mn в диапазоне массовых долей от ___ до ___ % Ni в диапазоне массовых долей от ___ до ___ % Cr в диапазоне массовых долей от ___ до ___ %	(в зависимости от исполнения)		

На основании результатов поверки выдано свидетельство (извещение о непригодности) № _____

Поверитель _____ (подпись)

Дата поверки _____