

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

Утверждаю
Директор ФГУП «УНИИМ» -
Руководитель ГЦИ СИ

С.В. Медведевских

2015 г.



ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА
ИЗМЕРЕНИЙ

Спектрометры рентгенофлуоресцентные мобильные Spectro xSort

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 48-241-2015

л-р 62303-15

Екатеринбург

2015

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)**
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Зеньков Е.О.**
- 3 УТВЕРЖДЕНА директором ФГУП «УНИИМ» в августе 2015 г.**

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ.....	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ	5
6	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ.....	6
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	6
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	6
8.1	ВНЕШНИЙ ОСМОТР	6
8.2	ОПРОБОВАНИЕ	6
8.3	ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК	7
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	8
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	10

Государственная система обеспечения единства измерений.

Спектрометры рентгенофлуоресцентные мобильные Spectro xSort.

МП 48-241-2015

Методика поверки

Дата введения в действие: август 2015 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные мобильные Spectro xSort (далее - спектрометры) производства фирмы «Spectro Analytical Instruments GmbH», Германия и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

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

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ПР 50.2.006–94 ГСИ. Порядок проведения поверки средств измерений

ГОСТ 12.2.007.0–75 ССБТ. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.003-91 ССБТ. Оборудование производственное. Общие требования безопасности.

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
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3		
3.1 Проверка СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений	8.3.1	да	да
3.2 Проверка нестабильности за 4 ч работы	8.3.2	да	да
3.3 Проверка пределов обнаружения	8.3.3	да	нет
3.4 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов	8.3.4	да	нет

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

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- стандартные образцы состава сталей легированных типов ГСО 4506-92П – 4510-92П (аттестованные значения – массовая доля элементов от 0,0057 до 19,75 %, абсолютная погрешность от $\pm 0,001\%$ до $\pm 0,04\%$).

- стандартные образцы состава сталей углеродистых и легированных: ГСО 4165-91П, ГСО 2489-91 – 2497-91 (аттестованные значения – массовая доля элементов от 0,002 до 2,27 %, абсолютная погрешность от $\pm 0,001\%$ до $\pm 0,02\%$);

- стандартный образец состава порошка железного типа ПЖВЗ ГСО 3011-2002 (массовая доля Fe 99,1 %, абс. погрешность $\pm 0,1\%$, массовая доля Si 0,060 %, абс. погрешность $\pm 0,002\%$, массовая доля Mn 0,329 %, абсолютная погрешность $\pm 0,005\%$).

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

5 Требования безопасности и требования к квалификации поверителей

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила эксплуатации электроустановок потребителем», «Правила технической безопасности при эксплуатации электроустановок потребителем», требования ГОСТ 12.2.007.0-75, ГОСТ 12.2.003-91.

Поверитель перед проведением поверки спектрометров должен ознакомиться с руководством по эксплуатации на спектрометр и пройти обучение по технике безопасности на месте проведения поверки.

6 Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия, если иные не оговорены особо:

- температура окружающего воздуха, °C от 18 до 25
- относительная влажность воздуха, (при $t = 20$ °C), % не более 80

7 Подготовка к поверке

Спектрометр подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее - РЭ).

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре установить:

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

8.2 Опробование

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

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО спектрометра. Идентификационное наименование ПО отображается при включении ПО и должно соответствовать приведенному в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	XRF Analyzer CE
Номер версии ПО	-
Цифровой идентификатор ПО	-
Другие идентификационные данные	-

8.3 Проверка метрологических характеристик

8.3.1 Проверка СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений

Проверку СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений провести с использованием не менее двух ГСО, указанных в разделе 4 настоящей методики.

Выполнить не менее 5 измерений массовой доли нескольких элементов каждого из используемых ГСО (Выбор элементов в ГСО определить в соответствии со спецификой измерений спектрометра у конкретного заказчика. Значения массовой доли выбранных элементов должны охватывать весь используемый диапазон измерений).

По результатам измерений для каждого ГСО вычислить среднее арифметическое (\bar{I}_j) и СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений (S_j) результатов измерений массовой доли компонентов по формулам:

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

$$S_j = \frac{1}{\bar{I}_j} \cdot \sqrt{\frac{\sum (I_{ij} - \bar{I}_j)^2}{n-1}} \cdot 100, \quad (2)$$

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

n - количество измерений.

Полученные значения СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.2 Проверка нестабильности за 4 ч работы

Нестабильность работы проверить в течение 4 часов непрерывной работы. Выполнить не менее трех измерений массовой доли элемента одного из ГСО, указанных в разделе 4 настоящей методики. Рассчитать среднее арифметическое (\bar{I}_{j1}) по формуле (1). Через 1 час повторить измерения массовой доли элемента ГСО. Рассчитать среднее арифметическое (\bar{I}_{j2}). Процедуру выполнить каждый час работы спектрометра в течение 4 часов. Рассчитать нестабильность (V_{k-1}) по формуле

$$V_{k-1} = \left| \frac{\bar{I}_{j1} - \bar{I}_k}{\bar{I}_{j1}} \right| \cdot 100, \quad (3)$$

где \bar{I}_k – измеренное текущее значение, %;

k – номер текущего измерения.

Полученные значения нестабильности за 4 ч работы должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.3 Проверка пределов обнаружения

Проверку пределов обнаружения провести с помощью ГСО с аттестованными значениями массовой доли элементов: Al (0,4 %), Mn (0,02 %), Ni (0,02 %) и V (0,01 %). Провести измерения пределов обнаружения не менее трех раз. Полученные значения пределов обнаружения должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.4 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов

Проверка диапазона измерений массовой доли элементов провести одновременно с определением СКО по 8.3.1 (проводить измерения в начале, середине и в конце диапазонов измерений). Диапазон измерений массовой доли элементов должен соответствовать требованиям таблицы 3.

8.3.5 Спектрометры, которые оснащаются предустановленными на заводе-изготовителе аналитическими модулями, не включающими возможность определения массовых долей Al, Mg, Si, S, P не должны проходить проверку метрологических характеристик, относящихся к этим элементам.

Таблица 3 – Метрологические характеристики спектрометров

Наименование характеристики	Значение характеристики
Диапазон измерений массовой доли элементов, %*	от 0,03 до 99,9
Предел допускаемого среднего квадратического отклонения случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений, %, в диапазонах измерений массовых долей: - от 0,03 до 1,0 вкл.; - св. 1,0 до 99,9 вкл. - вне зависимости от диапазона для Al, Si, Mg, S, P	20 10 20
Нестабильность за 4 ч работы, %	30
Пределы обнаружения элементов, %*	0,4 0,02 0,02 0,01

*Примечание – Значение характеристик может изменяться в зависимости от типа материала или матрицы анализируемого объекта

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения А.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с ПР 50.2.006. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

9.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство, гасят клеймо и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с ПР 50.2.006.

Разработчик:

Инженер I категории лаб. 241 ФГУП «УНИИМ»



Е.О. Зеньков

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Спектрометр рентгенофлуоресцентный мобильный Spectro xSort, зав № _____

Документ на поверку: МП 48-241-2015 «ГСИ. Спектрометры рентгенофлуоресцентные мобильные Spectro xSort. Методика поверки».

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °C _____

- относительная влажность воздуха, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица А.1 – Результаты проверки среднего квадратического отклонения случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений

ГСО _____					
Аттестованное значение массовой доли элемента в ГСО, %	№ измерения	Результаты измерения массовой доли элемента на спектрометре, %	Среднее измеренное значение массовой доли элемента на спектрометре, %	Значение среднего квадратического отклонения случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений, %	Нормируемое значение среднего квадратического отклонения случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений, %
1	1				
	2				
	3				
	4				
	5				

Таблица А.2 – Результаты проверки нестабильности

ГСО _____				
Аттестованное значение массовой доли элемента ГСО, %	Время, ч	Среднее измеренное значение массовой доли элемента на спектрометре, %	Нестабильность, %	Нормируемое значение нестабильности, %
1	1		-	
	2			
	3			
	4			

Таблица А.3 – Результаты проверки пределов обнаружения

Элемент	Полученные значения пределов обнаружения, %	Нормируемые значения пределов обнаружения, %
Al		
Mn		
Ni		
V		

Таблица А.4 – Результаты проверки диапазона измерений массовой доли элементов

Полученные значения диапазона измерений массовой доли элементов, %	Нормируемые значения диапазона измерений массовой доли элементов, %

Результат проведения поверки: _____

Поверитель _____
Подпись _____ (Ф.И.О.)

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от « ____ » 20 __ г., № _____

Организация, проводившая поверку _____