

**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

<b>1</b>	<b>ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ.....</b>	<b>4</b>
<b>2</b>	<b>НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ .....</b>	<b>4</b>
<b>3</b>	<b>ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....</b>	<b>4</b>
<b>4</b>	<b>СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....</b>	<b>5</b>
<b>5</b>	<b>ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ .....</b>	<b>5</b>
<b>6</b>	<b>УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ.....</b>	<b>6</b>
<b>7</b>	<b>ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ .....</b>	<b>6</b>
<b>8</b>	<b>ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ .....</b>	<b>6</b>
	8.1 Внешний осмотр .....	6
	8.2 Опробование .....	6
	8.3 Проверка метрологических характеристик .....	7
<b>9</b>	<b>ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ .....</b>	<b>8</b>
	<b>ПРИЛОЖЕНИЕ А .....</b>	<b>10</b>

Государственная система обеспечения единства измерений. Спектрометры рентгенофлуоресцентные мобильные Spectro xSort. Методика поверки	МП 48-241-2015
---	----------------

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, °С от 18 до 25
- относительная влажность воздуха, (при  $t = 20\text{ °C}$ ), % 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 (провести 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:	20
- от 0,03 до 1,0 вкл.;	10
- св. 1,0 до 99,9 вкл.	20
- вне зависимости от диапазона для Al, Si, Mg, S, P	20
Нестабильность за 4 ч работы, %	30
Пределы обнаружения элементов, %*	
- Al	0,4
- Mn	0,02
- Ni	0,02
- V	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				
	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		-	
	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 \_\_\_\_\_