

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ «УРАЛЬСКИЙ
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ» (ФГУП «УНИИМ»)
ФЕДЕРАЛЬНОГО АГЕНТСТВА ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ
И МЕТРОЛОГИИ



УТВЕРЖДАЮ
Директор
ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских
2015 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

**СПЕКТРОМЕТРЫ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ
ВОЛНОДИСПЕРСИОННЫЕ SUPERMINI 200**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 76-223-2015

н.р. 63810-16

Екатеринбург
2015

Предисловие

1 РАЗРАБОТАНА
ФГУП “Уральский научно-исследовательский институт метрологии”
(ФГУП “УНИИМ”)

2 ИСПОЛНИТЕЛИ
Терентьев Г.И., Кузнецова М.Ф. (ФГУП «УНИИМ»)

3 УТВЕРЖДЕНА
ФГУП “УНИИМ”

2015 г.

4 ВВЕДЕНА ВПЕРВЫЕ

Содержание

1 Область применения.....	1
2 Нормативные ссылки.....	1
3 Операции поверки.....	1
4 Средства поверки.....	2
5 Требования безопасности.....	2
6 Условия поверки и подготовка к ней.....	2
7 Проведение поверки.....	3
8 Оформление результатов поверки.....	6
Приложение А (рекомендуемое) Форма протокола поверки.....	7

**Государственная система обеспечения единства измерений
СПЕКТРОМЕТРЫ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ
ВОЛНОДИСПЕРСИОННЫЕ SUPERMINI 200
Методика поверки**

Дата введения 2015- -

1 Область применения

Настоящая методика распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные волнодисперсионные Supermini 200 (далее по тексту – спектрометры), предназначенные для качественного и количественного рентгенофлуоресцентного анализа твердых, порошковых, жидких и пленочных проб в соответствии с методиками измерений, аттестованными или стандартизованными в установленном порядке.

Методика устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок спектрометров.

Интервал между поверками – два года.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике использованы ссылки на следующие нормативные документы:
ГОСТ 8.395-80 ГСИ. Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования
ГОСТ Р 8.563-2009 ГСИ. Методики (методы) измерений
ГОСТ Р 8.736-2011 ГСИ. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. основные положения

ГОСТ Р 51350-99 Безопасность электрических контрольно-измерительных приборов и лабораторного оборудования. Часть 1. Общие требования

3 Операции поверки

3.1 При проведении поверки спектрометра выполняют операции, указанные в таблице 1.

3.2 При получении отрицательных результатов по одному из пунктов таблицы 1 поверка прекращается, спектрометр бракуется.

Т а б л и ц а 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта документа по поверке	проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	7.1	Да	Да
2 Проверка прочности электрической изоляции	7.2	Да	Нет
3 Проверка сопротивления изоляции электрических цепей	7.3	Да	Нет
4 Опробование	7.4	Да	Да
5 Определение скорости счета	7.5	Да	Да
6 Определение диапазона определяемых элементов	7.6	Да	Нет
7 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала	7.7	Да	Да

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

4.1.1 ГСО 10020-2011 СО массовой доли титана в твердой основе (КО-100), массовая доля титана 1,0 %, границы относительной погрешности ± 5 %.

4.1.2 ГСО 10018-2011 СО массовой доли свинца в твердой основе (КО-91), массовая доля свинца 1,00 %, границы относительной погрешности ± 5 %.

4.1.3 ГСО 10016-2011 СО массовой доли оксида кремния в твердой основе (КО-81), массовая доля оксида кремния 99,90 %, границы относительной погрешности $\pm 0,1$ %.

4.1.4 ГСО 10022-2011 СО массовой доли борной кислоты в твердой основе (КО-163), массовая доля борной кислоты 99,90 %, границы относительной погрешности $\pm 0,10$ %.

4.1.5 ГСО 9441-2009 СО высокочистого кремния (ВАМ-У003), массовая доля кремния 0,99991 кг/кг, границы расширенной неопределенности аттестованного значения СО $\pm 0,00007$ кг/кг.

4.1.6 ГСО 6320-92 СО состава латуни оловянно-свинцовой ЛЦ25С2 (комплект М171), индекс СО в составе комплекта 1712, аттестованные значения массовых долей элементов: олово ($1,56 \pm 0,11$) %; свинец ($2,70 \pm 0,20$) %; кремний ($0,23 \pm 0,02$) %; сурьма ($0,11 \pm 0,01$) %; марганец ($0,84 \pm 0,04$) %; железо ($1,12 \pm 0,07$) %; алюминий ($0,70 \pm 0,05$) %; никель ($0,60 \pm 0,03$) %; медь ($65,4 \pm 0,6$) %; цинк ($26,8 \pm 0,6$) %.

4.1.7 Мегомметр М4100/3, диапазон измерений от 0 до 100 МОм, класс точности 1.

4.1.8 Прибор для испытаний электрической прочности изоляции УПУ-10, выходное напряжение от 0 до 10 кВ, относительная погрешность ± 4 %.

4.1.9 Секундомер механический СОСпр-26-2 2 класса точности, диапазоны измерений от 0 до 60 с, цена деления шкалы 0,2 с и от 0 до 60 мин, цена деления шкалы 1 минута.

4.1.10 Термогигрометр Ива-6А-КП-Д, относительная влажность (0 ... 98) %, $\Delta = \pm 2$ %, температура (0 ... 60) °С, $\Delta = \pm 0,3$ °С, атмосферное давление (70,00 ... 110,00) кПа, $\Delta = \pm 0,25$ кПа.

4.2 Допускается применение других средств поверки с аналогичными метрологическими характеристиками.

5 Требования безопасности

При проведении поверки спектрометра следует соблюдать требования электробезопасности по ГОСТ Р 51350.

6 Условия поверки и подготовка к ней

6.1 При проведении поверки спектрометра соблюдают следующие условия измерений:

- температура окружающего воздуха от 15 °С до 28 °С;
- относительная влажность воздуха не более 75 %;
- атмосферное давление (84 – 106) кПа.

6.2 Перед проведением поверки следует проверить наличие «Руководства по эксплуатации» спектрометра.

6.3. Проводят подготовку спектрометра к измерениям в соответствии с «Руководством по эксплуатации».

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие комплектности поверяемого спектрометра требованиям, установленным в эксплуатационной документации (ЭД);
- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность и метрологические характеристики поверяемого спектрометра.
- наличие заземления;
- наличие на передней и задней панелях обозначения, заводского номера и товарного знака фирмы-изготовителя, обозначений переключателей, соединительных разъемов.

7.2 Проверка прочности электрической изоляции

Требования к прочности электрической изоляции распространяются на электрические цепи спектрометра, доступ к которым возможен без вскрытия спектрометра, т.е. на первичные электрические цепи (подводящие провода).

Электрическую прочность изоляции первичных электрических цепей спектрометра проверяют приложением синусоидального напряжения от пробойной установки к контактам сетевой вилки в течение 1 мин, испытательное напряжение – 1,5 кВ.

При этом электрическое питание должно быть отключено. Тумблер включения питания спектрометра в положении ВЫКЛ. Сетевые предохранители должны быть извлечены. Подводящие провода отключены от спектрометра.

Повышение и понижение испытательного напряжения проводят плавно со скоростью, допускающей возможность снятия показаний, но не более 100 В/с. Изоляцию выдерживают под действием испытательного напряжения в течение 1 мин. Затем напряжение снижают плавно до нуля.

Результаты испытаний считаются положительными, если не произошло электрического пробоя изоляции.

7.3 Проверка сопротивления изоляции электрических цепей

Требования к сопротивлению изоляции распространяются на электрические цепи спектрометра, доступ к которым возможен без вскрытия спектрометра, т.е. на первичные электрические цепи (подводящие провода).

При этом электрическое питание должно быть отключено. Тумблер включения питания спектрометра в положении ВЫКЛ. Сетевые предохранители должны быть извлечены. Подводящие провода отключены от спектрометра.

Проверку электрического сопротивления изоляции первичных электрических цепей спектрометра проводят мегомметром при напряжении 500 В. Сопротивление изоляции должно быть не менее 20 МОм при нормальных климатических условиях.

7.4 Опробование

7.4.1 Процедура опробования включает в себя проверку работоспособности и проверку идентификационных данных программного обеспечения (ПО) поверяемого спектрометра.

7.4.2 Включают спектрометр, как указано в «Руководстве по эксплуатации». Проверяют, что все режимы работы, а также параметры, соответствующие заданному режиму, высвечиваются на мониторе управляющего компьютера спектрометра. Выбор необходимого режима измерений, а также выполнение команд, производят в соответствии с «Руководством по эксплуатации».

7.4.2 Проводят проверку идентификационных данных ПО поверяемого спектрометра

Проверку идентификационных данных ПО поверяемого спектрометра проводят путем запуска программы ZSX и вывода на монитор управляющего компьютера спектрометра идентификационного наименования и номера версии ПО. Идентификационное наименование и номер версии ПО должны соответствовать данным, приведенным в таблице 2. Цифровой идентификатор ПО проверяют с помощью программы MD5 (программа находится в свободном доступе в сети интернет). Для этого выполняемый файл ZMonitor.exe в папке

Rigaku/SX/Win открывают через окно «Обзор» программы MD5. Вычисленный цифровой идентификатор ПО должен соответствовать указанному в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	ZSX
Номер версии (идентификационный номер) ПО	7.35
Цифровой идентификатор ПО	9CD66D1F4C1ED2D334A2782C842A2739
Другие идентификационные данные	-

7.5 Определение скорости счета, контрастности

7.5.1 Определение скоростей счета, соответствующих определяемым элементам, проводят с использованием ГСО 10020-2011 (аналитическая линия титана), ГСО 10018-2011 (аналитическая линия свинца), ГСО 10016-2011 (аналитическая линия кислорода), – при наличии кристалла RX25. При отсутствии кристалла RX25 используют ГСО 10020-2011 (аналитическая линия титана), ГСО 10018-2011 (аналитическая линия свинца), ГСО 6320-92 (аналитическая линия алюминия). Время экспозиции 100 с.

7.5.2 Устанавливают стандартный образец в отделение для образцов. Проводят десять измерений скорости счета на линии определяемого элемента. Вычисляют среднее арифметическое значение скорости счета по формуле

$$\bar{N}_i = \frac{\sum_{j=1}^{10} N_{ij}}{10}, \quad (1)$$

где N_{ij} - результат j -го измерения скорости счета на линии i -го элемента, с^{-1} .

7.5.3 Операции по 7.5.2 повторяют для всех стандартных образцов, указанных в 7.5.1. Значения скорости счета должны быть не менее указанных в таблице 3.

Таблица 3

Определяемый элемент	Скорость счета, с^{-1}
O (при наличии кристалла RX25)	120
Al (при отсутствии кристалла RX25)	500
Ti	3000
Pb	40000

7.5.4 Устанавливают в отделение для образца ГСО 10022-2011 (фоновый образец). Проводят десять измерений скорости счета на линиях титана, свинца.

7.5.5 Помещают ГСО 9441-2009 (фоновый образец) в отделение для образца. Проводят десять измерений скорости счета на линии кислорода (при наличии кристалла RX25).

7.5.6 Рассчитывают средние арифметические значения скорости счета на фоновом образце по формуле

$$\bar{N}_{\text{фон}i} = \frac{\sum_{j=1}^{10} N_{\text{фон}ij}}{10}, \quad (2)$$

где $N_{\text{фон}ij}$ - результат j -го измерения скорости счета на фоновом образце на линии i -го элемента, с^{-1} .

7.5.7 Рассчитывают контрастность для кислорода, титана, свинца (при наличии кристалла RX25) или для титана и свинца (при отсутствии кристалла RX25) по формуле

$$K_i = \frac{\bar{N}_i}{\bar{N}_{\text{фон}i}}. \quad (3)$$

Значения контрастности, рассчитанные по формуле (3), должны быть не менее указанных в таблице 4.

Таблица 4

Определяемый элемент	Контрастность, отн. ед.
О (при наличии кристалла RX25)	3
Ti	200
Pb	20

7.6 Определение диапазона определяемых элементов

Диапазон определяемых элементов установлен в «Руководстве по эксплуатации» на спектрометр: от кислорода (от алюминия при отсутствии кристалла RX25) до урана.

Диапазон определяемых элементов подтверждают при определении скорости счета в соответствии с 7.5 на стандартных образцах, содержащих кислород, титан и свинец (при наличии кристалла RX25) или на стандартных образцах, содержащих алюминий, титан, свинец (при отсутствии кристалла RX25).

Спектрометр считают выдержавшим поверку по 7.6, если скорость счета не менее указанной в таблице 3.

7.7 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала проводят с использованием ГСО 6320-92. Время экспозиции 100 с.

В соответствии с «Руководством по эксплуатации» выполняют десятикратные измерения ($n = 10$) выходного сигнала (скорости счета) на линии i -го элемента.

По результатам n измерений скорости счета на линии i -го элемента рассчитывают относительное СКО выходного сигнала по формуле

$$S_i = \frac{100}{\bar{X}_i} \sqrt{\frac{1}{(n-1)} \sum_{j=1}^n (X_{ij} - \bar{X}_i)^2}, \quad (4)$$

где X_{ij} - j -ое измеренное значение скорости счета на линии i -го элемента, c^{-1} ;

\bar{X}_i - среднее арифметическое значение результатов измерений скорости счета на линии i -го элемента, c^{-1} ,

$$\bar{X}_i = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n X_{ij}, \quad (5)$$

Относительное СКО выходного сигнала не должно превышать:

- в диапазоне измерений от 10^{-4} % до 1 % вкл.: 5 %;
- в диапазоне измерений свыше 1 % до 100 % вкл.: 1 %.

8 Оформление результатов поверки

8.1 Результаты поверки заносят в протокол поверки, форма которого приведена в рекомендуемом приложении А. Протокол поверки хранят до следующей поверки.

8.2 Положительные результаты поверки оформляют свидетельством о поверке.

8.3 В случае отрицательных результатов поверки спектрометр признают непригодным к применению, свидетельство о предыдущей поверке аннулируют и выдают извещение о непригодности с указанием причин.

Зав. лабораторией ФГУП «УНИИМ»



Г.И. Терентьев

Зам. зав. лабораторией ФГУП «УНИИМ»



М.Ф. Кузнецова

Приложение А
(рекомендуемое)

Форма протокола поверки

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № _____ от « ____ » _____ 20__ г.

Наименование и тип спектрометра _____

Принадлежит _____

Зав. № _____ Дата выпуска _____

Изготовитель _____

Средства поверки _____

Условия поверки _____

Методика поверки «ГСИ. Спектрометры рентгенофлуоресцентные волнодисперсионные Supermini 200. Методика поверки. МП 76-223-2015», ФГУП «УНИИМ», 2015 г.

Результаты поверки

1. Внешний осмотр _____

2. Проверка прочности электрической изоляции _____

3. Проверка сопротивления изоляции электрических цепей _____

4. Опробование _____

5. Определение скорости счета

Таблица А.1 – Результаты определения скорости счета (при наличии кристалла RX25)

Номер СО	Результаты измерений скорости счета на линии элемента, с ⁻¹		
	ГСО 10020-2011	ГСО 10018-2011	ГСО 10016-2011
Элемент	титан	свинец	кислород
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
Среднее арифметическое значение скорости счета, с ⁻¹			

Таблица А.2 – Результаты определения скорости счета (при отсутствии кристалла RX25)

Номер СО	Результаты измерений скорости счета на линии элемента, с ⁻¹		
	ГСО 10020-2011	ГСО 10018-2011	ГСО 6320-92
Элемент	титан	свинец	алюминий
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
Среднее арифметическое значение скорости счета, с ⁻¹			

Значения скорости счета не менее (менее) указанных в таблице А.3.

Таблица А.3

Определяемый элемент	Скорость счета, с ⁻¹
О (при наличии кристалла RX25)	120
Al (при отсутствии кристалла RX25)	500
Ti	3000
Pb	40000

6. Определение контрастности

Таблица А.4 – Результаты определения контрастности (при наличии кристалла RX25)

Номер СО	Результаты измерений скорости счета на линии элемента, с ⁻¹		
	ГСО 10022-2011	ГСО 10022-2011	ГСО 9441-2009
Элемент	фоновый образец, аналитическая линия титана	фоновый образец, аналитическая линия свинца	фоновый образец, аналитическая линия кислорода
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
Среднее арифметическое значение скорости счета, с ⁻¹			
Контрастность, отн. ед.			

Таблица А.5 – Результаты определения контрастности (при отсутствии кристалла RX25)

Номер СО	Результаты измерений скорости счета на линии элемента, с ⁻¹	
	ГСО 10022-2011	ГСО 10022-2011
Элемент	фоновый образец, аналитическая линия титана	фоновый образец, аналитическая линия свинца
1		
2		
3		
4		
5		
6		
7		
8		
9		
10		
Среднее арифметическое значение скорости счета, с ⁻¹		
Контрастность, отн. ед.		

Значения контрастности не менее (менее) указанных в таблице А.6.

Таблица А.6

Определяемый элемент	Контрастность, отн. ед.
О (при наличии кристалла RX25)	3
Ti	200
Pb	20

6. Проверка диапазона определяемых элементов

Диапазон определяемых элементов составляет (не составляет) _____

7. Определение относительного СКО выходного сигнала

Таблица А.7 – Результаты определения относительного СКО выходного сигнала

Номер СО Элемент	Результаты измерений скорости счета, с ⁻¹		
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
Среднее арифметическое значение результатов измерений скорости счета, с ⁻¹			
Относительное СКО выходного сигнала, %			

Относительное СКО выходного сигнала не превышает (превышает):

- в диапазоне измерений от 10⁻⁴ % до 1 % вкл.: 5 %;
- в диапазоне измерений свыше 1 % до 100 % вкл.: 1 %.

Заключение:

Спектрометр рентгенофлуоресцентный волнодисперсионный Supermini 200 годен (не годен) к применению.

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности) № _____ от _____.

Срок действия свидетельства до _____.

Поверитель

_____ (Ф. И. О.)

Организация, проводившая поверку _____.