

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

К.В. Гоголинский

20.12.2016 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Спектрометры рентгенофлуоресцентные ARL Perform'X

Методика поверки

МП-242-2071-2016

Руководитель НИО
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

Л.А. Конопелько

Разработчик
Старший научный сотрудник
ФГУП "ВНИИМ им.Д.И.Менделеева"

М.А. Мешалкин

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные ARL Perform'X, (далее по тексту – спектрометры) и устанавливает методы и средства их первичной поверки до ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

Таблица 1 – Операции поверки

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			периодическая поверка	первичная поверка
1.	Подготовка к поверке.	5	да	да
2.	Внешний осмотр. Проверка комплектности.	6.1	да	да
3.	Опробование.	6.2	да	да
4.	Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.3	да	да
5.	Определение метрологических характеристик.	6.4	да	да

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

Таблица 2 – Средства поверки

№ п/п	Номер пункта МП	Наименование, тип, марка эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки.	Номер ГСО, ГОСТ, ТУ или основные технические и (или) метрологические характеристики
1.	6.4	Стандартный образец состава сталей углеродистых и легированных индекс ИСО УГ7к	из комплекта ГСО 10504-2014
2.	4.1	Термогигрометр электронный (любого типа, зарегистрированный в Федеральном информационном фонде по ОЕИ)	Диапазон измерений отн. влажности от 10 до 100 %; абсл. погрешность не более 3,0 % Диапазон измерений температуры от +10 до +40 °С; абсл. погрешность не более 0,5 °С.
3.	4.1	Барометр-анероид М-110	Зарегистрирован под №3745-73 в Федеральном информационном фонде по ОЕИ

2.1 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых спектрометров с требуемой точностью (стандартных образцов с концентрацией (массовой долей) элементов не менее 0,2 % и средств измерений температуры, влажности и давления окружающего воздуха).

2.2. Все средства поверки, указанные в п.2, должны иметь действующие свидетельства о поверке, а ГСО – действующие паспорта.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации на приборы.

3.2. К проведению измерений при поверке допускаются лица изучившие методику поверки прибора, руководство по эксплуатации прибора и имеющие удостоверение поверителя. Для получения данных по поверке допускается участие операторов, обслуживающих прибор (под контролем поверителя).

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

диапазон температуры окружающей среды	$(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
диапазон атмосферного давления	от 84 до 106,7 кПа;
диапазон относительной влажности воздуха	не более 80 %;
напряжение питания	$(220^{+22}_{-33}) \text{ В}$;
частота питания переменного тока	$(50 \pm 1) \text{ Гц}$.

Напряжение линии должно быть устойчивым и свободным от скачков.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. К моменту проведения поверки прибор должен находиться во включенном состоянии не менее 8 часов.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра проверяют:

- отсутствие механических повреждений корпуса;
- целостность кнопок и индикаторов.

6.2. Опробование

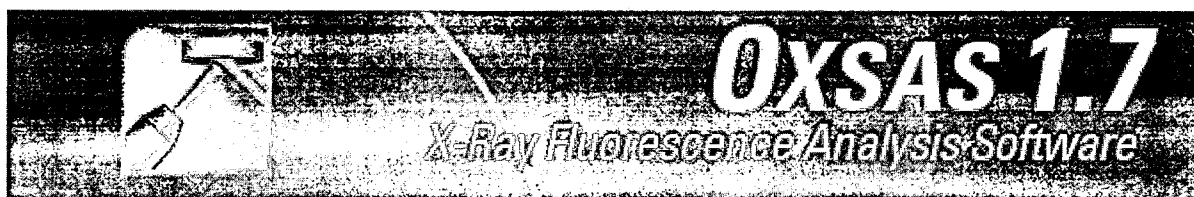
6.2.1. Опробование спектрометра заключается во включении спектрометра и выполнении операции инициализации.

6.2.2. Спектрометр считать выдержавшим опробование, если все операции по включению и инициализации спектрометра прошли в соответствии с процедурой, описанной в технической документации. В случае если спектрометр постоянно включён, с целью сохранения установившихся стабильных параметров, допускается не выключать и снова не включать спектрометр.

6.3. Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.3.1. Определение номера версии программного обеспечения.

Для определения номера версии следует в главном (верхнем) меню основного окна программы в пункте «Помощь» выбрать подпункт «О программе». В открывшемся окне приведено наименование ПО и номер версии. Пример окна приведен на рисунке 1.



Версия прикладной программы: 1.7.1.1729d (26.06.2013 13:28)
 Лицензионная версия программы: 1.7.1.1729
 Версия аналитической БД: 229
 Текущая версия БД: 229

Прибор: PERFORMX-146 (17224)
 Лицензия: OJSC ORION SPEZSPLAV GATCHINA - RU

This product uses 'WinWrap(r) Basic, Copyright 1993-2008 Polar Engineering and Consulting, <http://www.winwrap.com/>
 This product uses 'Open Source Computer Vision Library, Copyright (C) 2000-2006, Intel Corporation, all rights reserved.'
 This product uses 'Boost Library, Boost Software License - Version 1.0 - August 17th, 2003.'
 (c)2013 Thermo Fisher Scientific Inc. <http://www.thermofisher.com/>

Закреть



Рисунок 1- Окно с информацией о версии программного обеспечения

6.3.2. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.3, если версия ПО не ниже 1.5. Версия ПО может иметь дополнительные цифровые или буквенные суффиксы после 1.5.

6.4. Определение метрологических характеристик

6.4.1. Определение чувствительности

6.4.1.1. Установить стандартный образец в отделение для образцов. Создать аналитическую программу (метод) измерений скорости счета на линиях $W La_1$, $Mn Ka$ и $Ni Ka$ с условиями измерений, указанными в таблице 3.

Таблица 3- Условия измерений

Параметр	Значение параметра
U, kV	50
I, mA	30
Время регистрации, с	60

Кристалл-анализатор	LiF200
Коллиматор	присутствует
Угол 2θ для:	
- W (SC детектор)	43,02
- Mn (FPC детектор)	62,97
- Ni (SC детектор)	48,67
Среда анализа	Вакуум

6.4.1.2. Провести измерения скорости счета и рассчитать чувствительность (S) по формуле:

$$S=N/C \quad (1)$$

Где: N – скорость счета кимп/с

C – массовая доля контрольного элемента.

6.4.1.3. Спектрометр считается прошедшим поверку по п. 6.4.1, если полученные значения чувствительности не менее значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4 – Чувствительность по контрольным элементам

№п.п.	Аналитическая линия	Чувствительность по контрольным элементам (кимп/с)/%, не менее
1	W $L\alpha_1$	80
2	Mn $K\alpha$	15
3	Ni $K\alpha$	8

6.4.2. Определение относительного СКО выходного сигнала

6.4.2.1. Провести 10 измерений скоростей счёта на каждой аналитической линии (W $L\alpha_1$, Mn $K\alpha$ и Ni $K\alpha$) стандартного образца.

6.4.2.2. Относительное СКО выходного сигнала, выраженное в процентах, определяется на основе данных, полученных в п.6.4.2.1 в электронных таблицах EXCEL или по формуле:

$$СКО_r = \frac{\sqrt{[\sum_1^n (N_i - N_{cp})^2]/(n-1)}}{N_{cp}} \times 100, \% \quad (2)$$

где N_{cp} - среднее значение скорости счета на аналитической линии контрольного элемента;

N_i – скорость счета при i -ом измерении;

$n = 10$ (число измерений).

6.4.2.3. В том случае, если в аналитической программе, созданной при выполнении п. 6.4.1.1, запрограммирован автоматический расчет относительного СКО, то расчеты в электронных таблицах EXCEL не проводят, а используют данные расчета, проведенные в ПО спектрометра.

6.4.2.4. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.4.2, если значение относительного СКО выходного сигнала (скорости счета) на каждой аналитической линии не превышает 1,0 %.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в произвольной форме.

7.2. Спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годными и на него оформляется свидетельство о поверке по форме, установленной в ПР 50.2.006.

На оборотной стороне свидетельства приводится следующая информация:

- результаты опробования и внешнего осмотра;
- результат проверки соответствия ПО;
- результаты определения метрологических характеристик;

7.3. Спектрометры, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на них выдается извещение о непригодности по форме, установленной в ПР 50.2.006.

7.4. Знак поверки наносится на лицевую панель спектрометра и (или) на свидетельство о поверке.