

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

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУП «УНИИМ»
С.В. Медведевских
"23" 06 2017 г.



ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

**Спектрометры рентгенофлуоресцентные
последовательного типа S8 TIGER
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 88-251-2017**

Екатеринбург

2017

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** зав. лаб. 251, к.х.н., Собина Е.П.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** директором ФГУП «УНИИМ» в 2017 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	4
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....	5
6	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ.....	5
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	5
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	5
	8.1 Внешний осмотр.....	5
	8.2 Опробование.....	5
	8.3 Проверка метрологических характеристик.....	6
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	7
	ПРИЛОЖЕНИЕ А (ОБЯЗАТЕЛЬНОЕ) ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ	8

Дата введения в действие: июнь 2017 г.

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные последовательного типа S8 TIGER моделей: S8 TIGER Серия I, S8 TIGER Серия II, S8 TIGER ECO, выпускаемые фирмой «BRUKER AXS GmbH», Германия, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка спектрометра должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

Интервал между поверками – 1 год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

Приказ Минтруда России от 24.07.2013 N 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке».

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
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3	да	да
3.1 Проверка чувствительности	8.3.1	да	да
3.2 Проверка относительного СКО выходного сигнала	8.3.2	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций проводится настройка спектрометра в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, спектрометр бракуется.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- стандартный образец стали легированной ГСО 8876-2007 (индекс ЛГ 58) (интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,039 % до 23,4 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при P=0,95 от ±0,0018 % до ±0,3 %);

- термогигрометр CENTER, (10 - 100) %; Δ= ± 3 %; (10 - 30) °C; Δ= ± 0,7 °C.

4.2 Допускается применение других стандартных образцов утвержденных типов сталей, имеющих аттестованные значения в интервале массовой доли элементов от 0,2 % до 99 %, границы относительной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,3$ % до ± 20 %).

4.3 Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками не хуже приведенных в 4.1.

5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 N 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C от 17 до 25
- относительная влажность воздуха, (при $t=20$ °C), % не более 80

6.2 Спектрометр устанавливается вдали от источников магнитных и электрических полей. Спектрометр должен находиться на ровной и устойчивой поверхности, без возможности тряски; необходимо соблюдать дистанцию между задней панелью спектрометра и стеной в соответствии с РЭ.

7 Подготовка к поверке

7.1 Спектрометр подготовить к работе в соответствии с РЭ.

7.2 Стандартный образец, используемый при поверке, подготовить в соответствии с его инструкцией по применению.

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 Опробование спектрометра происходит в автоматическом режиме. Включить питание спектрометра. После включения питания происходит автоматическое тестирование спектрометра. В случае успешного прохождения тестирования на дисплее появляется стандартное окно программного обеспечения анализатора. В случае, если спектрометр не прошел тестирование, на дисплее появляется сообщение об ошибке.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО спектрометра.

Проверка соответствия ПО заключается в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения. Для проверки номера версии ПО в панели инструментов операционной системы WINDOWS выбрать пункт «Программы и компоненты». В открывшемся окне найти стоку SPECTRA PLUS S8 TIGER и убедиться в корректности номера версии. Копия экрана с окном с номером версии ПО приведена на рисунке 1.

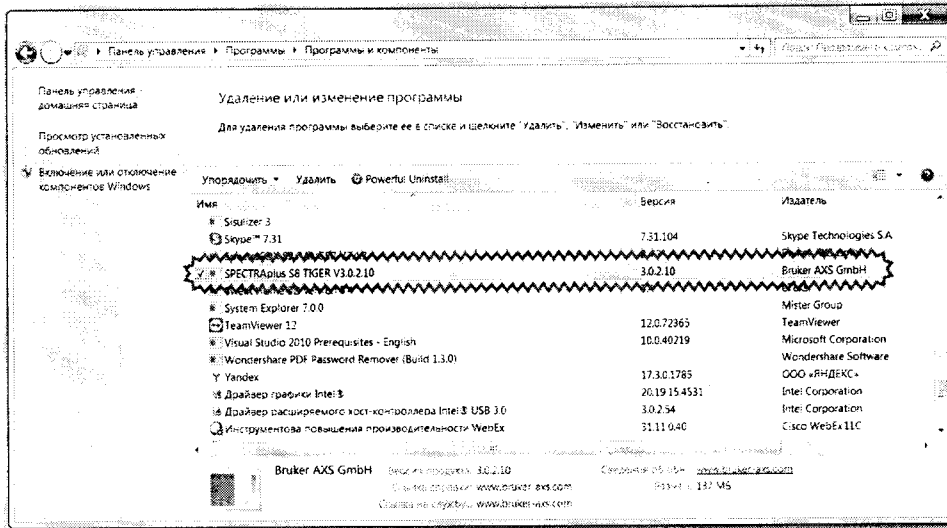


Рисунок 1 - Окно с названием и номером версии ПО

Спектрометр считается выдержавшим проверку ПО, если номер версии ПО не ниже 2.2. Версия ПО может иметь дополнительные цифровые и/или буквенные суффиксы.

8.3 Проверка метрологических характеристик

8.3.1 Проверка чувствительности

8.3.1.1 Проверку чувствительности спектрометра провести с использованием стандартного образца утвержденного типа согласно п.4.1 (далее - ГСО). Установить на измерительную позицию спектрометра ГСО.

8.3.1.2 Выбрать из списка аналитическую программу ПОВЕРКА (Поверка) и запустить измерение (выходные параметры на высоковольтном генераторе: 20 мА, 50 кВ, время накопления выходного сигнала 100 с). В результате выполнения программы будет измерен выходной сигнал спектрометра (скорость счета) для элементов Cu и Cr (на линии Ka). Провести 10 измерений выходного сигнала спектрометра для каждого элемента.

8.3.1.3 Рассчитывают чувствительность для элементов Cu и Cr, K , кимп/(с·мА·%), по формуле

$$K_i = \frac{\bar{Y}_i}{I \cdot A_i}, \quad (1)$$

где \bar{Y}_i - среднее арифметическое значение интенсивности сигнала спектрометра для i -го

элемента, кимп/с, которое вычисляется по формуле $\bar{Y}_i = \frac{\sum_{j=1}^n Y_{ij}}{n}$;

Y_{ij} - j -й результат измерений интенсивности для i -го элемента, кимп/с;

n - число измерений;

A_i - аттестованное значение массовой доли i -го элемента, приведенная в паспорте ГСО, %;

I - величина тока рентгеновской трубки, которая задается при измерении с помощью программного обеспечения спектрометра, мА.

8.3.1.4. Спектрометр считается выдержавшим проверку по п. 8.3.1, если чувствительность по линии Ka для элементов Cu и Cr соответствует требованиям, приведенным в таблице 2.

8.3.2 Проверка относительного СКО выходного сигнала

8.3.2.1 По полученным данным в п. 8.3.1 вычислить значение относительного СКО выходного сигнала, S_r , %, для элементов Cu и Cr по формуле

$$S_{ri} = \frac{S_i}{\bar{Y}_i} \cdot 100, \quad (2)$$

где S_i - стандартное отклонение выходного сигнала спектрометра i -го элемента, которое

вычисляется по формуле
$$S_i = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (Y_{ij} - \bar{Y}_i)^2}{n-1}}.$$

8.3.2.2. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.8.3.2, если значения относительного СКО выходного сигнала для элементов Cu и Cr соответствуют требованиям, приведенным в таблице 2.

Таблица 2 – Метрологические характеристики

Наименование характеристик	Значение		
	Модель S8 TIGER Серия I	Модель S8 TIGER Серия II	Модель S8 TIGER ECO
Регистрируемые элементы	от 4 (Be) до 95 (Am)		
Чувствительность, кимп/(с·мА·%), не менее			
- Cu (на линии K α)	0,8	1,0	0,3
- Cr (на линии K α)	1,0	1,0	1,0
Предел допускаемого значения относительного СКО выходного сигнала, %:			
- Cu (на линии K α)		0,5	
- Cr (на линии K α)		0,3	

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 Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке и на спектрометр в соответствии с рисунком внешнего вида, приведенным в описании типа.

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 Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815.

Зав. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ», к.х.н.



Е.П. Собина

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)
ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ
ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Спектрометр рентгенофлуоресцентный последовательного типа S8 TIGER модель _____, зав № _____

Документ на поверку: МП 88-251-2017 «ГСИ. Спектрометры рентгенофлуоресцентные последовательного типа S8 TIGER. 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 - Проверка чувствительности спектрометра

Элемент (I, мА)	Аттестованное значение массовой доли элемента в ГСО, %	Результаты измерений выходного сигнала, кмп/с	Чувствительность, кмп/(с·мА·%)
Cu (20 мА)			

Cr (20 мА)			

Таблица А.2 - Проверка относительного СКО выходного сигнала

Элемент	Аттестованное значение массовой доли элемента в ГСО, %	Результаты измерений выходного сигнала, кимп/с	Значение относительного СКО выходного сигнала, %
Cu (20 мА)			
Cr (20 мА)			

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г, № _____

Поверитель _____

Подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____