

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



С.В. Медведевских

2017 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

**СПЕКТРОМЕТРЫ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ
ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННЫЕ NEX DE**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 60-223-2017

Екатеринбург
2017

Предисловие

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

2 ИСПОЛНИТЕЛИ
Собина А.В., Кузнецова М.Ф. (ФГУП «УНИИМ»)

3 УТВЕРЖДЕНА
ФГУП “УНИИМ” 2017 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.....	2
8 Оформление результатов поверки.....	5
Приложение А (рекомендуемое) Форма протокола поверки.....	6

**Государственная система обеспечения единства измерений
СПЕКТРОМЕТРЫ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ
ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННЫЕ NEX DE
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

Дата введения 2017- -

1 Область применения

Настоящая методика распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные энергодисперсионные NEX DE (далее по тексту – спектрометры), предназначенные для измерения массовой доли элементов в твердых, порошковых, жидких и пленочных пробах 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 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 12.2.091-2002 Безопасность электрических контрольно-измерительных приборов и лабораторного оборудования. Часть 1. Общие требования

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

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 Опробование	7.2	Да	Да
3 Определение скорости счета, контрастности	7.3	Да	Да
4 Определение диапазона определяемых элементов	7.4	Да	Нет
5 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала	7.5	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 10021-2011 СО массовой доли натрия и хлора в твердой основе (КО-107), массовая доля натрия 39,3 %, границы относительной погрешности ± 3 %.

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 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 ($26,8 \pm 0,6$) %.

4.1.6 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 12.2.091.

6 Условия поверки и подготовка к ней

6.1 При проведении поверки спектрометра соблюдают следующие условия измерений:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °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 Опробование

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

7.2.2 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».

7.2.3 Проводят проверку идентификационных данных ПО поверяемого спектрометра

Проверку идентификационных данных ПО поверяемого спектрометра проводят путем запуска программы NEX и вывода на монитор управляющего компьютера спектрометра идентификационного наименования и номера версии ПО. Идентификационное наименование должно соответствовать указанному в таблице 2, номер версии ПО должен быть не ниже указанного в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационное наименование ПО	NEX
Номер версии (идентификационный номер) ПО	4.30

7.3 Определение скорости счета, контрастности

7.3.1 Определение скоростей счета, соответствующих определяемым элементам, проводят с использованием ГСО 10020-2011 (аналитическая линия Ка титана), ГСО 10018-2011 (аналитическая линия La свинца), ГСО 10021-2011 (аналитическая линия Ка натрия). Время экспозиции 100 с. Фильтр трубки Орп, напряжение трубки 6.5 кВ, ток трубки 300 мкА, для натрия. Фильтр трубки С, напряжение трубки 35 кВ, ток трубки 300 мкА для титана и свинца. Прибор выдает показания интенсивностей в числе импульсов в секунду, деленные на силу тока трубки в мкА. Чтобы получить скорость счета, необходимо умножить полученную величину на 300.

7.3.2 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, c^{-1} .

7.3.3 Операции по 7.3.2 повторяют для всех стандартных образцов, указанных в 7.3.1. Значения скорости счета должны быть не менее указанных в таблице 3.

Т а б л и ц а 3

Определяемый элемент	Скорость счета, c^{-1}
Na	300
Ti	1000
Pb	10000

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

7.3.5 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} .

7.3.6 Рассчитывают контрастность для натрия, титана, свинца 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.

Т а б л и ц а 4

Определяемый элемент	Контрастность, отн. ед.
Na	5
Ti	20
Pb	200

7.4 Определение диапазона определяемых элементов

Диапазон определяемых элементов установлен в «Руководстве по эксплуатации» на спектрометр: от натрия до урана.

Диапазон определяемых элементов подтверждают при определении скорости счета в соответствии с 7.3 на стандартных образцах, содержащих натрий, титан и свинец.

Спектрометр считают выдержавшим поверку по 7.4, если скорость счета не менее указанной в таблице 3.

7.5 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, с^{-1} ;

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

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

Относительное СКО выходного сигнала не должно превышать 3 %.

Допускается определять СКО выходного сигнала элементов, для определения которых применяется спектрометр. При этом допускается использование других СО с метрологическими характеристиками, аналогичными указанным в 4.1.5.

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 в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства 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 в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

Зам. зав. лабораторией ФГУП «УНИИМ»



М.Ф. Кузнецова

Ведущий инженер ФГУП «УНИИМ»



Н.А. Ким

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 энергодисперсионные NEX DE. Методика поверки. МП 60-223-2017», ФГУП «УНИИМ», 2017 г.

Результаты поверки

1. Внешний осмотр _____

2. Опробование _____

3. Определение скорости счета

Таблица А.1 – Результаты определения скорости счета

Номер СО	Результаты измерений скорости счета на линии элемента, с ⁻¹		
	ГСО 10020-2011	ГСО 10018-2011	ГСО 10021-2011
Элемент	титан	свинец	натрий
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.2.

Таблица А.2

Определяемый элемент	Скорость счета, с ⁻¹
Na	300
Ti	1000
Pb	10000

6. Определение контрастности

Таблица А.3 – Результаты определения контрастности

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

Таблица А.4 – Результаты определения контрастности

Номер СО	Результаты измерений скорости счета на линии элемента, с ⁻¹		
	ГСО 10020-2011	ГСО 10018-2011	ГСО 10021-2011
Элемент	титан	свинец	натрий
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.5.

Таблица А.5

Определяемый элемент	Контрастность, отн. ед.
Na	5
Ti	20
Pb	200

6. Проверка диапазона определяемых элементов

Диапазон определяемых элементов составляет (не составляет) _____

7. Определение относительного СКО выходного сигнала

Таблица А.6 – Результаты определения относительного СКО выходного сигнала

	Результаты измерений скорости счета, с ⁻¹		
Номер СО			
Элемент			
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) 3 %.

Заключение:

Спектрометр рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный NEX DE годен (не годен) к применению.

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

Срок действия свидетельства до _____.

Поверитель

_____ (Ф. И. О.)

Организация, проводившая поверку _____.