

Республиканское государственное предприятие
на праве хозяйственного ведения «Казахстанский институт стандартизации и метрологии»
Комитета технического регулирования и метрологии
Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

СОГЛАСОВАНО
Исполнительный директор
ТОО «ТехноАналит»

А.И. Наумик
« » 2022 г.


УТВЕРЖДАЮ
Руководитель
ВКФ РГП «КазСтандарт»

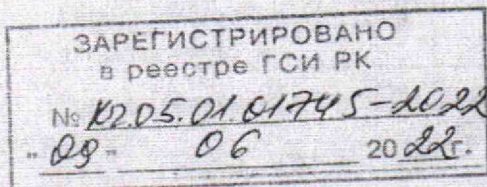
А.А. Радаев
«05» 05 2022 г.

Спектрометры рентгенофлуоресцентные СРВ-1
(модели СРВ-1В, СРВ-1М, СРВ-1Н),
производства ТОО «ТехноАналит», Республика Казахстан

Методика поверки

РАЗРАБОТАЛ

Главный специалист
ВКФ РГП «КазСтандарт»

О.В. Савинкова
«01» февраль 2022 г.



г. Усть-Каменогорск, 2022 г.



Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные СРВ-1 (модели СРВ-1В, СРВ-1М, СРВ-1Н) (далее - спектрометры), производства ТОО «ТехноАналит», Республика Казахстан и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

Настоящая методика поверки разработана в соответствии с требованиями СТ РК 2.63-2018.

Межповерочный интервал – 2 года.

1 Операции поверки

При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции		
			при первичной поверке		при периодической поверке
			при выпуске из производства	после ремонта	
1	Внешний осмотр	7.1	да	да	да
2	Проверка электрической прочности изоляции	7.2	да	да	да
3	Проверка электрического сопротивления изоляции	7.3	да	да	да
4	Проверка мощности экспозиционной дозы гамма-излучения	7.4	да	да	нет
5	Опробование	7.5	да	да	да
6	Определение метрологических характеристик	7.6	да	да	да
	Проверка энергетического разрешения	7.6.1	да	нет	нет
	Определение аппаратурной погрешности	7.6.2	да	да	да

При получении отрицательного результата на любом из этапов, поверка прекращается.

2 Средства поверки

При проведении поверки должны быть применены средства поверки с характеристиками, указанными в таблице 2.

Таблица 2 – Перечень основных и вспомогательных средств измерений

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного и вспомогательных средств поверки, их метрологические и основные технические характеристики
п.п. 7.1 – 7.6	Барометр-анероид типа БАММ-1, диапазон измерений от 84,0 до 106,7 кПа, погрешность: основная $\pm 0,2$ кПа; дополнительная $\pm 0,5$ кПа



п.п. 7.1 – 7.6	Психрометр аспирационный типа МВ-4М, диапазон измерений от 10 % до 100 %, погрешность не более ± 3 %
п.п. 7.1 – 7.6	Термометр лабораторный типа ТЛ 4, диапазон измерения от 0 до $+50$ °С, цена деления $0,1$ °С
п. 7.2	Установка пробойная типа УПУ-1М, диапазон измерения от 0 до 2 кВ, погрешность ± 5 %
п. 7.2	Секундомер типа СО Спр.-26, емкость шкалы 30 мин., 30 с
п.7.3	Мегаомметр типа М4100/3 класс точности 1,0, выходное напряжение 500 В
п.7.3	Частотомер типа Ф-246, диапазон измерений от 48 до 52 Гц, погрешность $\pm 0,04$ %
п.7.3	Вольтметр переменного тока, диапазон измерений от 75 до 600 В, класс точности 1,5
7.4	Радиометр-дозиметр типа МКС-01 Р, диапазон измерений от 0,01 до 3000 мкЗв/ч; относительная погрешность ± 20 %
7.6	Стандартные образцы (СО): – ГСО состава концентрата свинцового из руды баритсодержащей, KZ.04.01.00003-2019 (МСО 2275:2021); ✓ – ГСО состава концентрата свинцового типа КС1, РК ГСО 2036-2001 (МСО 0566:2003); – ГСО состава раствора ионов марганца (II), СО-17, KZ.03.01.00293-2011 (МСО 1816:2013)

Примечание: Допускается применение других средств измерений, не приведенных в таблице, обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик спектрометра с требуемой точностью.

Все средства поверки должны быть внесены в Реестр государственной системы обеспечения единства измерений Республики Казахстан в соответствии с СТ РК 2.21 и СТ РК 2.30 и должны иметь действующие сертификаты о поверке.

Стандартные образцы должны быть утверждены в качестве государственных стандартных образцов (ГСО) в соответствии с ГОСТ 8.315 или стандартных образцов зарубежного выпуска и допущены к применению в соответствии с СТ РК 2.79.

3 Требования к квалификации поверителей

К проведению поверки спектрометров допускаются специалисты, имеющие высшее образование, профессиональную подготовку, опыт работы со спектрометрами данного типа, аттестованные в качестве поверителей средств измерений на проведение поверки средств физико-химических измерений, изучившие Руководство по эксплуатации, данную методику поверки, устройство и принцип действия средств поверки и поверяемых спектрометров.

4 Требования безопасности

4.1 При проведении поверки, все работы должны проводиться с соблюдением требований:

- «Правил техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей»;
- «Правил техники безопасности при работе с химическими реактивами» по ГОСТ 12.1.007-76;



- правил техники безопасности, указанных в руководстве по эксплуатации на спектрометр;
- корпус спектрометра должны быть надежно заземлен.

5 Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.);
- относительная влажность воздуха от 30 до 80 %;
- напряжение питания от 210 до 230 В;
- частота (50 ± 1) Гц.

Совмещение двух или более операций разрешается только в случаях, оговоренных в настоящей методике.

6 Подготовка к поверке

Перед проведением поверки выполнить следующие подготовительные работы:

- выполнить мероприятия по обеспечению требований безопасности;
- выдержать спектрометр и необходимые для проведения средства измерения не менее трех часов в помещении, где проводят поверку;
- подготовить к работе основные и вспомогательные средства измерений и применяемые ГСО в соответствии с требованиями эксплуатационной документации.

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр

Проверка внешнего вида, комплектности, маркировки проводится визуально на соответствие документации фирмы-изготовителя.

При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие спектрометров следующим требованиям:

- отсутствие видимых повреждений и дефектов, препятствующих правильной эксплуатации спектрометров и ухудшающих их эксплуатационные характеристики;
- наличие товарного знака предприятия-изготовителя, обозначение типа спектрометра, порядкового номера по системе нумерации предприятия изготовителя, года выпуска;
- на спектрометрах должны быть указаны: параметры питания, верхнее и нижнее предельные значения входных и выходных сигналов; органы управления и соединения должны иметь отчетливые обозначения;
- комплектность спектрометров должна соответствовать технической документации фирмы-изготовителя.

Спектрометры считают выдержавшими внешний осмотр, если все значения параметров соответствуют значениям, указанным в технической документации на спектрометры.

7.2 Проверка электрической прочности изоляции

Проверку электрической прочности изоляции цепей питания относительно корпуса проводить на пробойной установке типа АПУ. Изоляцию электрических цепей испытывать при воздействии напряжения 1500 ± 150 В, частотой 50 Гц в течение 10 минут.

Испытательное напряжение прикладывать к замкнутым между собой контактам сетевой вилки и контакту заземления прибора. При этом электрическое питание должно быть отключено. Сетевые предохранители должны быть вынуты.



Подачу испытательного напряжения проводить со значения, не превышающего рабочего напряжения 220 В.

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

Результаты поверки считаются положительными, если не произошло электрического пробоя или перекрытия изоляции.

7.3 Проверка электрического сопротивления изоляции

Измерение электрического сопротивления изоляции первичных электрических цепей проводить мегаомметром испытательным напряжением 500 В. Испытательное напряжение прикладывать к каждому контакту вилки сетевого питания 220 В и клемме «Земля» корпуса блока прибора. При этом электрическое питание должно быть отключено, сетевые предохранители должны быть вынуты. Измерение сопротивления проводить через 1 минуту после приложения испытательного напряжения.

Результаты поверки считаются положительными, если сопротивление изоляции составляет не менее 20 МОм.

7.4 Проверка мощности экспозиционной дозы гамма-излучения

Проверка мощности экспозиционной дозы гамма-излучения проводится радиометром-дозиметром, датчик которого устанавливается на верхних и боковых панелях спектрометра, а затем на расстоянии 1 м.

Результаты испытаний считаются положительными, если мощность экспозиционной дозы гамма-излучения не превышает общий фон в помещении на расстоянии 0,1 м от поверхности спектрометра более чем на 1 мкЗв/ч и на расстоянии 1 м – 0,3 мкЗв/ч.

7.5 Опробование

При опробовании проверяют работоспособность спектрометров в соответствии с руководством по установке и эксплуатации путем задания рабочих режимов измерения (без определения метрологических характеристик).

Результаты опробования считаются удовлетворительными, если приборы соответствуют требованиям технической документации фирмы-изготовителя.

7.6 Определение метрологических характеристик

7.6.1 Проверка энергетического разрешения

Подготовить спектрометр к работе согласно руководству по эксплуатации. Установить в спектрометр ГСО с содержанием марганца не менее 1,0 % масс. Записать спектр рентгеновского излучения линии $Mn K\alpha$, скорость счета импульсов в канале не должна превышать 10^3 имп/сек. Определить ширину спектральной линии на половине высоты, в единицах энергии эВ. Полученная величина не должна превышать 180 эВ.

7.6.2 Определение аппаратурной погрешности

Для прибора настроенного для работы в области энергии от 2 до 30 кэВ измерения проводить на линиях свинца Pb_{La} с энергией 10,5 кэВ, цинка $Zn_{K\alpha}$ с энергией 8,6 кэВ, меди $Cu_{K\alpha}$ с энергией 8,0 кэВ, для прибора настроенного для работы в области энергии от 2 до 10 кэВ измерения проводить на линии свинца Pb_{Ma} с энергией 2,3 кэВ. Установить время измерения пробы 3 мин. Установить количество измерений равное 11. Вывести на печать измеренные значения площадей пиков всех 11 измерений. Аналогично провести действия для второй и третьей серии измерений.

Для каждой серии измерений рассчитать среднее арифметическое значение площадей пиков линии определяемого элемента по формуле:



$$\bar{N}_{лjk} = \frac{\sum_{i=1}^m N_{лjk}}{m}, \quad (1)$$

где $N_{лjk}$ – i -тый результат измерения площади пика линии определяемого элемента;
 k – номер серии (1, 2, 3);
 j – символ химического элемента.

Для каждой серии измерений площадей пиков линии определяемого элемента рассчитывают дисперсию по формуле:

$$S_{jk}^2 = \frac{\sum_{i=1}^m (N_{лjk} - \bar{N}_{лjk})^2}{m-1}, \quad (2)$$

где $\sum_{i=1}^m (N_{лjk} - \bar{N}_{лjk})^2$ – сумма квадрата разности i -го результата измерения площади пика линии определяемого элемента и среднего арифметического значения площадей пиков линии определяемого элемента данной серии измерений.

Дисперсии проверяют на однородность (по Кохрену), путем расчета $G_{j\text{макс}}$ для трех серий измерений определяемого элемента по формуле:

$$G_{j\text{макс}} = \frac{S_{j\text{макс}}^2}{\sum_{i=1}^{k=3} S_{jk}^2} \quad (3)$$

где $S_{j\text{макс}}^2$ – максимальная дисперсия из рассчитанных для линии определяемого элемента для трех серий измерений;

$\sum_{i=1}^{k=3} S_{jk}^2$ – сумма дисперсий, рассчитанных для линии определяемого элемента трех серий измерений.

При однопроцентном уровне значимости для числа серий $k=3$ и числа степеней свободы $f=(m-1)=10$ табличное значение $G=0,674$.

Если $G_{j\text{макс}}$ больше соответствующего табличного значения G , то после выяснения и устранения причин проводят повторные три серии измерений.

Если $G_{j\text{макс}}$ меньше соответствующего табличного значения G , то приступают к определению основной аппаратурной погрешности спектрометра.

Основная аппаратурная погрешность спектрометра, в процентах, определяется по формуле:

$$A_{oj} = \frac{100}{\bar{N}_{nj}} \times \sqrt{(\bar{S}_j^2 - \sigma_{\text{теор}}^2)}, \quad (4)$$

где \bar{N}_{nj} – среднее арифметическое значение средних арифметических значений площадей пиков линии определяемого элемента трех серий измерений, равно:

$$\bar{N}_{lj} = \frac{\sum_{i=1}^{k=3} \bar{N}_{лjk}}{3} \quad (5)$$

\bar{S}_j^2 – среднее арифметическое значение дисперсий, рассчитанных для линии определяемого элемента трех серий измерений, равно:

$$\bar{S}_j^2 = \frac{\sum_{i=1}^{k=3} S_{jk}^2}{3}$$



$\sigma_{\text{теор}j}^2$ - теоретическая погрешность измерения площади пика линии определяемого элемента трех серий измерений, равно:

$$\sigma_{\text{теор}j}^2 = \bar{N}_{lj}. \quad (7)$$

Спектрометр считается выдержавшим испытания, если аппаратурная погрешность для каждого элемента находится в пределах $\pm 1\%$.

8 Оформление результатов поверки

8.1 При проведении поверки спектрометра оформляется протокол.

8.2 Спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признается годным. Положительные результаты поверки оформляются сертификатом о поверке, согласно СТ РК 2.4 – 2019.

8.3 При отрицательных результатах поверки применение спектрометра запрещается и оформляется извещение о непригодности к применению согласно СТ РК 2.4-2019 с соответствующим обоснованием.

