

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

Утверждаю
Директор ФГУП «УНИИМ» -



С.В. Медведевских

2016 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
Спектрометры рентгенофлуоресцентные мобильные SpectroScout.**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 40-241-2016

к.р. 65071-16

Екатеринбург

2016

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)**
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Зеньков Е.О.**
- 3 УТВЕРЖДЕНА ФГУП «УНИИМ» в апреле 2016 г.**

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ	5
6	УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ	5
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	6
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	6
	8.1 ВНЕШНИЙ ОСМОТР.....	6
	8.2 ОПРОБОВАНИЕ.	6
	8.3 ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК.....	6
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	8
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	10

Государственная система обеспечения единства измерений Спектрометры рентгенофлуоресцентные мобильные SpectroScout Методика поверки	МП 40-241-2016
--	----------------

Дата введения в действие: апрель 2016 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные мобильные SpectroScout (далее – спектрометры) производства фирмы «Spectro Analytical Instruments GmbH», Германия и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России N 1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минтруда России №328н от 24.07.2013 "Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок"

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

ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

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		

<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
3.1 Проверка СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений	8.3.1	да	да
3.2 Проверка относительной погрешности результатов измерений массовой доли элементов	8.3.2	да	да
3.2 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов	8.3.3	да	нет

3.2 В случае 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 состава доломита ГСО 1521-86П (массовая доля компонентов от 0,034 до 31,2 %, абс. погрешность от $\pm 0,003$ до $\pm 0,1$ %);

- стандартный образец состава руды железной ГСО 1865-87П (массовая доля компонентов от 0,0031 до 38,2 %, абс. погрешность от $\pm 0,001$ до $\pm 0,1$ %);

- стандартный образец состава пелагических осадочных отложений (комплект ООПЕ) ГСО 5368-90/5376-90 (массовая доля компонентов от 0,00010 до 56,90 %, абс. погрешность от $\pm 0,00004$ до $\pm 0,30$ %);

- стандартный образец состава огнеупора динасового ГСО 170-85П (массовая доля оксида кремния 96,1 %, абс. погрешность $\pm 0,1$ %).

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и диапазоны измерений.

5 Требования безопасности и требования к квалификации поверителей

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №328н от 24 июля 2013 г., требования ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.2.003.

Поверитель перед проведением поверки спектрометров должен ознакомиться с руководством по эксплуатации на спектрометр и пройти обучение по технике безопасности на месте проведения поверки.

6 Условия проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 18 до 25
- относительная влажность воздуха, (при $t = 20$ °С), %, не более 80

6.2 Спектрометры устанавливаются вдали от источников магнитных и электрических полей.

7 Подготовка к поверке

7.1 Спектрометр подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее - РЭ).

7.2 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготовить в соответствии с их 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 Проверить работоспособность органов управления и регулировки спектрометра при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО спектрометра. Идентификационное наименование ПО идентифицируется при включении спектрометра или при обращении к соответствующему подпункту меню. Идентификационное наименование ПО должно соответствовать указанному в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	XRF Analyzer
Номер версии ПО	-
Цифровой идентификатор ПО	-
Другие идентификационные данные	-

8.3 Проверка метрологических характеристик.

8.3.1 Проверка СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений

Проверку СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений массовой доли элементов провести с использованием не менее двух ГСО, указанных в разделе 4 настоящей методики. Выбрать несколько компонентов в разных ГСО так, чтобы массовые доли выбранных для проверки компонентов в ГСО находились в начале, середине и в конце диапазона измерений.

Выполнить не менее 5 измерений массовой доли элементов каждого из используемых ГСО.

По результатам измерений для каждого ГСО рассчитать среднее арифметическое (I_j) и СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений (S_{oj}) по формулам:

$$\bar{I}_j = \frac{\sum_{i=1}^n I_{ij}}{n}, \quad (1)$$

$$S_{oj} = \frac{1}{\bar{I}_j} \cdot \sqrt{\frac{\sum (I_{ij} - \bar{I}_j)^2}{n-1}} \cdot 100, \quad (2)$$

где I_{ij} - результат i -го измерения массовой доли j -го элемента, %;

n - количество измерений.

Полученные значения СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.2 Проверка относительной погрешности результатов измерений массовой доли элементов

Проверку относительной погрешности результатов измерений массовой доли элементов провести с использованием не менее двух ГСО, указанных в разделе 4 настоящей методики. Выбрать несколько компонентов в разных ГСО так, чтобы массовые доли выбранных для проверки компонентов в ГСО находились в начале, середине и в конце диапазона измерений.

На основании результатов измерений, полученных по 8.3.1, рассчитать относительную погрешность результатов измерений массовой доли элементов по формуле

$$\delta_i = \frac{\frac{tS_i}{\sqrt{n}} + \sqrt{(\bar{X}_i - A_i)^2 + \Delta A_i^2}}{A_i \left[\frac{S_i}{\sqrt{n}} + \sqrt{\frac{(\bar{X}_i - A_i)^2 + \Delta A_i^2}{3}} \right]} \cdot \sqrt{\frac{\Delta A_i^2 + (\bar{X}_i - A_i)^2}{3} + \frac{S_i^2}{n}} \cdot 100, \quad (3)$$

где t - коэффициент Стьюдента, который зависит от доверительной вероятности P и числа результатов наблюдений n , равен 2,78 для $n=5$ $P=0,95$;

n - количество измерений;

A_i и ΔA_i - аттестованное значение и абсолютная погрешность массовой доли элемента в ГСО, %;

S_i - СКО результатов измерений массовой доли элементов, рассчитанное по формуле

$$S_i = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_{ij} - \bar{I}_j)^2}{n-1}}. \quad (4)$$

8.3.3 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов

Проверку диапазона измерений массовой доли элементов провести одновременно с определением СКО и относительной погрешности по 8.3.1-8.3.2 (провести измерения массовой доли элементов в начале, середине и в конце диапазона измерений).

Полученные значения диапазона измерений массовой доли элементов должны удовлетворять требованиям Таблицы 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики спектрометров

Наименование характеристики	Значение характеристики
Анализируемые элементы	от Na (Z=11) до U (Z=92)
Диапазон измерений массовой доли элементов, %*	от 0,0001 до 99,9
Предел допускаемого среднего квадратического отклонения случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений для диапазона массовых долей, %	
от 0,0001 до 0,01 % включ.	25
св. 0,01 до 1 % включ.	10
св. 1 до 99,9 % включ.	5
Пределы допускаемой относительной погрешности результатов измерений массовой доли элементов для диапазона массовых долей, %	
от 0,0001 до 0,01 % включ.	± 50
св. 0,01 до 1 % включ.	± 20
св. 1 до 99,9 % включ.	± 10

8.3.3 Если спектрометр используется не в полном диапазоне измерений, допускается поверку проводить в более узком диапазоне измерений с указанием этого диапазона измерений в свидетельстве о поверке. В этом случае поверку СКО и относительной погрешности результатов измерений и диапазона измерений провести в трех точках используемого диапазона измерений (провести измерения в начале, середине и в конце используемого диапазона измерений).

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 № 1815. Знак поверки наносится на лицевую панель спектрометра в соответствии с рисунком 1, приведенным в Описании типа.

9.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство о поверке, гасят клеймо и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815.

Разработчик:

Инженер I категории лаб. 241 ФГУП «УНИИМ»



Е.О. Зеньков

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(рекомендуемое)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Спектрометр рентгенофлуоресцентный мобильный SpectroScout, зав № _____

Документ на поверку: МП 40-241-2016 «ГСИ. Спектрометры рентгенофлуоресцентные мобильные SpectroScout. Методика поверки».

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °С _____

- относительная влажность воздуха, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица А.1 – Результаты проверки СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений

Значение массовой доли компонента в ГСО	№ измерения	Результаты измерения массовой доли компонента на спектрометре, %	Среднее арифметическое измеренное значение массовой доли компонента на спектрометре, %	Значение СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений, %	Нормируемое значение СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений, %
	1				
	2				
	3				
	4				
	5				

Таблица А.2 – Результаты проверки диапазонов измерений массовой доли компонентов

Полученные значения диапазона измерений, %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «___» _____ 20__ г, № _____

Поверитель _____

подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____