

СОГЛАСОВАНО
Генеральный директор ООО НИПП
«Грин Стар Инструментс»



Г.Е. Скакун

«16» апреля 2013 г.

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИСТРИИ»
А.Н. Иванушев



«27»

2013 г.

АНАЛИЗАТОРЫ СОСТАВА ВЕЩЕСТВА РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ

«РеСТАР»

Методика поверки

Г А С Т . 4 1 5 4 4 1 . 4 0 0 М П

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы состава вещества рентгенофлуоресцентные РеСТАР (далее - анализаторы), изготавливаемые ООО НИПП "ГРИН СТАР ИНСТРУМЕНТС", г. Москва, устанавливает методику их первичной, периодической и внеочередной поверок.

Интервал между поверками один год.

1 Операции поверки

1.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1. Внешний осмотр	5.1	+	+
2 Опробование	5.2	+	+
3. Определение спектрального (энергетического) разрешения анализатора по линии K_{α} Mn (5,9 кэВ)	5.2.1	+	+
4 Определение основной относительной погрешности измерения массовой концентрации элементов	5.2.2	+	+
5 Проверка ПО	6	+	+

2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки используются средства поверки, перечисленные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству поверки
5.2.1	ГСО 3206-85 (СО состава сплава медно-цинкового типа ЛЦ14К3С3(комплект 89, индекс 895)(массовая доля элементов от 0,12 до 80,8 % (абсолютная погрешность от $\pm 0,006$ до $\pm 0,5$ %), или ГСО сплава с концентрацией марганца не менее 1 %
5.2.2	ГСО 3206-85 (СО состава сплава медно-цинкового типа ЛЦ14К3С3(комплект 89, индекс 891)(массовая доля элементов от 0,12 до 80,8 % (абсолютная погрешность от $\pm 0,006$ до $\pm 0,5$ %)

2.2 Допускается применение других стандартных образцов состава российского производства и иностранных стандартных образцов, имеющих аналогичные или лучшие

метрологические характеристики и допущенных к применению в Российской Федерации в установленном порядке.

3 Требования безопасности

3.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности в соответствии с руководством по эксплуатации ГАСТ.415441.400 РЭ.

3.2 Основных санитарных правил обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ- 99/2010), Норм радиационной безопасности (НРБ-99/2009) и СП 2.6.1.1282-03.

4 Условия поверки и подготовки к ней

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены нормальные климатические условия по ГОСТ 8.395-80:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С, допускаемое колебание температуры за время поверки ± 2 °С;
- относительная влажность воздуха (45 – 80) %;
- атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа;

4.2 Перед проведением поверки необходимо ознакомиться с руководством по эксплуатации ГАСТ.415441.400 РЭ. Должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- поверяемый анализатор и средства поверки должны быть установлены так, чтобы они не нагревались от внешних источников тепла и не испытывали толчков и ударов;
- поверку анализатора проводить после установления рабочего режима.

4.3 К поверке допускаются лица, аттестованными в качестве поверителя, с опытом работы с рентгенофлуоресцентными анализаторами (спектрометрами).

5 Проведение поверки

5.1 Внешний осмотр

5.1.1. При внешнем осмотре установить соответствие анализатора следующим требованиям: комплектности, маркировки, упаковки. Анализатор не должен иметь механических повреждений или неисправности регулировочных и соединительных элементов.

5.2 Опробование

При опробовании необходимо выполнить следующие операции:

- произвести подготовку к работе анализатор, его включение, установление рабочего режима в соответствии с разделом «Порядок использования» РЭ;
- провести измерение спектра образца в соответствии с руководством оператора на программу «Эмулятор анализатора».

Анализатор считать успешно опробованным, если все операции по включению и набору спектра прошли в соответствии с процедурой описанной в технической документации.

5.2 Определение метрологических характеристик

5.2.1 Определение энергетической разрешающей способности анализатора на линии K_{α} Mn (5,9 кэВ) проводят с использованием образца ГСО 3206-85 (СО состава сплава медно-цинкового типа ЛЦ14К3С3(комплект 89, индекс 895).

Определение энергетической разрешающей способности проводить с помощью программы «Эмулятор анализатора», входящей в комплект поставки в следующей последовательности:

- Установить в прободержатель стандартный образец ГСО 3206-85 (индекс 895);
- Провести измерение спектра образца (время набора 300 с).

Значения энергетической разрешающей способности на линии K_{α} Mn (5,9 кэВ) определяется согласно руководства оператора на программу «Эмулятор анализатора».

Значения энергетической разрешающей способности анализатора на линии K_{α} Mn (5,9 кэВ) не должно превышать 180 эВ. В противном случае анализатор признается непригодным к применению.

5.2.2 Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации проводить согласно ГОСТ 8.207-76 в следующей последовательности:

- Установить кювету (прободержатель) со стандартным образцом ГСО 3206-85 (индекс 891).
- Провести измерение спектра образца (время набора 300 с).
- Рассчитать результат измерения массовой концентрации по указанным в таблице 1 элементам C_i , как среднее арифметическое пяти измерений

$$\bar{C}_i = \frac{\sum_{i=1}^n C_i}{n}, \quad \%$$

где n – число наблюдений, $n = 5$.

Таблица 1 Массовые доля определяемых элементов в ГСО 3206-85.

Индекс СО	Номер СО	Массовая доля элементов, в процентах					
		Zn	Pb	Fe	Mn	Ni	Cu
891	ГСО 3206-85	10,6	4,2	0,79	0,40	1,07	80,8

- Рассчитать не исключенные систематические погрешности измерения массовой концентрации для каждого элемента ГСО:

$$\Theta_1 = (\bar{C}_i - C_a), \quad \%$$

где C_a – аттестованное значение массовой доли данного химического элемента в ГСО.

- Рассчитать границы неисклученной систематической погрешности результата измерения массовой концентрации при доверительной вероятности $P = 0,95$:

$$\Theta = 1,1 \sqrt{(\Theta_1^2 + \Theta_0^2)}, \quad \%$$

где Θ_0 – погрешность аттестации массовой доли данного химического элемента в ГСО.

- Рассчитать среднее квадратическое отклонение (СКО) результатов измерений:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C}_i)^2}{(n-1)}}, \quad \%$$

- Рассчитать доверительные границы случайной погрешности результата измерений:

$$\varepsilon = t(\alpha, n) \cdot S, \quad \%$$

где $t(\alpha, n)$ – коэффициент Стьюдента, который при $P = 0,95$ и числе измерений $n = 5$ принимается равным 2,776.

- Определить предел абсолютной погрешности результата измерений:

$$\Delta = \varepsilon, \text{ если } \Theta/S < 0,8$$

$$\Delta = \Theta, \text{ если } \Theta/S > 8$$

В случае если неравенства не выполняются то:

$$\Delta = K \cdot S_c, \%$$

где:

$$S_c = \sqrt{((\Theta_1^2 + \Theta_0^2)/3 + S^2)};$$

$$K = \frac{\varepsilon + \Theta}{S + \sqrt{(\Theta_1^2 + \Theta_0^2)/3}}$$

- Предел относительной погрешности результата измерения вычислить по формуле:

$$\Delta_{\text{отн}} = \Delta / C_a \cdot 100, \%$$

- Результат проверки считать положительным, если значения относительной погрешности по каждому элементу находятся в пределах $\pm 20 \%$.

6 Проверка программного обеспечения

6.1 Проверку соответствия заявленных идентификационных данных программного обеспечения проводить в соответствии с Руководством по эксплуатации ГАСТ.415441.400 РЭ.

6.2 Результаты проверки считать положительными, если идентификационные данные программного обеспечения соответствуют, данным приведенным в таблице 3.

Таблица 3

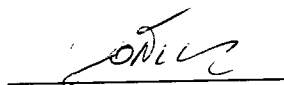
Наименование программного обеспечения	Идентификационное наименование СПО	Номер версии (идентификационный номер) СПО	Цифровой идентификатор СПО (контрольная сумма исполняемого кода)	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора СПО
Специализированное программное обеспечение анализа рентгенофлуоресцентных спектров	«XRF_Pro»	643.71351625.00009-01	0525887e63a43ddca 083144bc4e82ac3	md5

6 Оформление результатов поверки

6.1 Если по результатам поверки анализатор признан пригодным к применению, то выполняется запись в формуляре на анализатор, заверенная поверителем с нанесением оттиска поверительного клейма и даты поверки или выдается «Свидетельство о поверке».

6.2 Если анализатор по результатам поверки признан непригодным к применению, в формуляре делается соответствующая запись и поверительное клеймо гасится. Или аннулируется «Свидетельство о поверке» и выписывается «Извещение о непригодности».

Начальник лаборатории
НИО-4 ФГУП «ВНИИФТРИ»



Ю.В. Пермяков