

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

УТВЕРЖДАЮ



Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских

12 августа 2019 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Спектрометр рентгенофлуоресцентный

S8 LION

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 66-251-2019

г. Екатеринбург

2019 г.

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** и.о. зав. лаб. 251, к.х.н., Собина Е.П.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** директором ФГУП «УНИИМ» в августе 2019 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Область применения.....	4
2	Нормативные ссылки	4
3	Операции поверки	4
4	Средства поверки.....	4
5	Требования к квалификации поверителя	5
6	Требования безопасности	5
7	Условия поверки	5
8	Подготовка к поверке.....	5
9	Проведение поверки.....	5
10	Оформление результатов поверки	8
	ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	9

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометр рентгенофлуоресцентный S8 LION, выпущенный 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	9.1	да	да
2 Опробование	9.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	9.3	да	да
3.1 Проверка чувствительности	9.3.1	да	да
3.2 Проверка относительного СКО выходного сигнала	9.3.2	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.

3.3 Допускается проводить поверку отдельных измерительных каналов спектрометра. Данную информацию приводят на обороте свидетельства о поверке.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующее средства поверки:

– ГСО 1895-90П стандартный образец шлака сталеплавильного (Ш4): интервал аттестованных значений массовой доли компонентов от 0,01 % до 30 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,0008$ % до $\pm 0,21$ %.

Для контроля внешних влияющих факторов применяют средства измерений температуры и относительной влажности окружающей среды, а также напряжения и частоты переменного тока с диапазонами измерений охватывающими условия по п. 7.

4.2 Допускается применение других стандартных образцов утвержденных типов с метрологическими характеристиками не хуже приведенных в 4.1.

5 Требования к квалификации поверителя

К проведению работ по поверке спектрометра допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в порядке, установленном Росстандартом, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на спектрометр.

6 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.

7 Условия поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- | | |
|---------------------------------------|-----------------------------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | 22±5 |
| - относительная влажность воздуха, % | не более 80 |
| - напряжение переменного тока, В | 220 ⁺¹⁰ ₋₁₂ |
| - частота переменного тока, Гц | 50/60 |

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.

8 Подготовка к поверке

7.1 Спектрометр подготовить к работе в соответствии с РЭ.

7.2 Стандартный образец, используемый при поверке, подготовить в соответствии с их эксплуатационной документацией.

9 Проведение поверки

9.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

9.2 Опробование

9.2.1 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 спектрометра. В случае, если спектрометр не прошел тестирование, на дисплее появляется сообщение об ошибке.

9.2.2 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» («Programs and Features»). В открывшемся окне найти строку SPECTRAplus S8

LION / DRAGON и убедиться в корректности номера версии. На рисунке 1 приведено окно с названием и номером версии ПО.

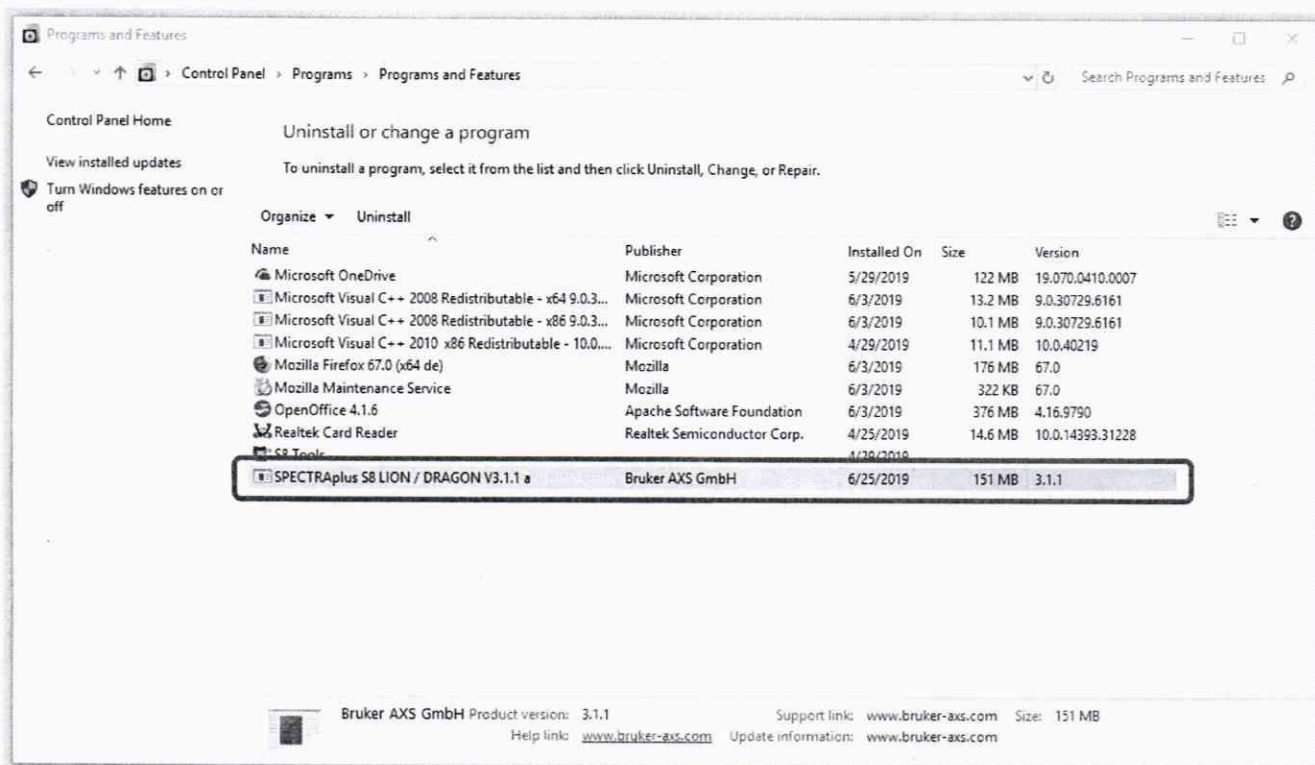


Рисунок 1 - Окно с названием и номером версии ПО

Спектрометр считается выдержавшим проверку ПО, если идентификационные данные ПО соответствуют таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	SPECTRAplus
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 3.0
Цифровой идентификатор ПО	-

9.3 Проверка метрологических характеристик

9.3.1 Проверка чувствительности

9.3.1.1 Проверку чувствительности спектрометра провести с использованием стандартного образца утвержденного типа согласно п. 4.1 (далее - ГСО). Провести подготовку ГСО к измерениям (прессование с борной кислотой), установить ГСО на измерительную позицию спектрометра.

9.3.1.2 Перед началом измерений задать следующие параметры работы высоковольтного генератора спектрометра для всех измеряемых элементов:

- сила тока 75 мА;
- напряжение 40 кВ;
- время накопления выходного сигнала не менее 30 с на элемент.

Провести 10 измерений выходного сигнала спектрометра (скорость счета) для элементов Si, Al, Fe, Ca, Mg на линии K α .

9.3.1.3 Рассчитать чувствительность K_i , кимп/(с·мА·%), для элементов Si, Al, Fe, Ca, Mg по формуле

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

где I – величина силы тока рентгеновской трубки, которая задается и измеряется при помощи спектрометра, мА;

w_i – значение массовой доли i -го элемента в ГСО, %;

\bar{Y}_i – среднее арифметическое значение интенсивности сигнала спектрометра для i -го элемента, кимп/с, которое вычисляется по формуле

$$\bar{Y}_i = \frac{\sum_{j=1}^n Y_{ij}}{n}, \quad (2)$$

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

n – количество измерений.

Примечание

Значение массовой доли i -го элемента рассчитать по формуле

$$w_i = \frac{A_{ki}}{M_{ki}} \cdot (m_i \cdot M_i), \quad (3)$$

где A_{ki} – аттестованное значение массовой доли компонента ГСО, содержащего i -ый элемент, %;

M_{ki} – молярная масса компонента ГСО, содержащего i -ый элемент, г/моль;

M_i – молярная масса i -го элемента, г/моль;

m_i – количество атомов i -го элемента, приходящихся на одну молекулу компонента ГСО.

9.3.1.4. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п. 9.3.1, если чувствительность по линии $K\alpha$ для элементов Si, Al, Fe, Ca, Mg соответствует требованиям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики

Наименование характеристик	Значение
Регистрируемые элементы ¹⁾	от натрия ($z=11$) до урана ($z=92$)
Чувствительность, кимп/(с·мА·%), не менее ²⁾	
Si (на линии $K\alpha$)	0,030
Al (на линии $K\alpha$)	0,030
Fe (на линии $K\alpha$)	0,10
Ca (на линии $K\alpha$)	0,20
Mg (на линии $K\alpha$)	0,010
Предел допускаемого относительного СКО выходного сигнала элементов ²⁾ , %	0,4

¹⁾ При измерении в режиме энергодисперсионного рентгенофлуоресцентного анализа.

²⁾ При измерении скорости счёта импульсов для Si, Al, Fe, Ca, Mg с помощью ГСО 1895-90П в режиме волнодисперсионного рентгенофлуоресцентного анализа.

9.3.2 Проверка относительного СКО выходного сигнала

9.3.2.1 По данным, полученным в п. 9.3.1, вычислить значение относительного СКО выходного сигнала, S_{ri} , %, для элементов Si, Al, Fe, Ca, Mg по формуле

$$S_{ri} = \frac{S_i}{\bar{Y}_i} \cdot 100, \quad (4)$$

где S_i – стандартное отклонение выходного сигнала спектрометра i -го элемента, которое вычисляется по формуле

$$S_i = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (Y_{ij} - \bar{Y}_i)^2}{n - 1}}. \quad (5)$$

9.3.2.2. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п. 9.3.2, если значения относительного СКО выходного сигнала сигнала для элементов Si, Al, Fe, Ca, Mg соответствуют требованиям, приведенным в таблице 3.

10 Оформление результатов поверки

10.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения А.

10.2 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 боковую панель спектрометра.

10.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815.

И.о. зав. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ», к.х.н.



Е.П. Собина

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(рекомендуемое)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Спектрометр рентгенофлуоресцентный S8 LION, зав. № 213915

Документ на поверку:

МП 66-251-2019 «ГСИ. Спектрометр рентгенофлуоресцентный S8 LION. Методика поверки»

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °C
- относительная влажность воздуха, %
- напряжение переменного тока, В
- частота переменного тока, Гц

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица А.1 – Проверка чувствительности спектрометра

Элемент (I, мА)	ГСО	Компонент / Аттестованное значение массовой доли компонента в ГСО A_{ki} , %	Рассчитанное значение массовой доли элемента в ГСО w_i , %	Результаты измерений выходного сигнала Y_{ij} , кимп/(с·мА)	Чувствительность K_i , кимп/(с·мА·%)
1	2	3	4	5	6

Таблица А.2 - Проверка относительного СКО выходного сигнала

Элемент (I, мА)	ГСО	Компонент / Аттестованное значение массовой доли компонента в ГСО A_{ki} , %	Рассчитанное значение массовой доли элемента в ГСО w_i , %	Результаты измерений выходного сигнала Y_{ij} , кИмп/(с·мА)	Значение относительного СКО выходного сигнала S_{ri} , %
1	2	3	4	5	6

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г, № _____

Поверитель _____

Подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____