

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»

(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»)

УТВЕРЖДАЮ

Директор УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

С.В. Медведевских



04 2020 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

**Спектрометры рентгенофлуоресцентные
энергодисперсионные S2 POLAR
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 16-251-2020**

Екатеринбург

2020

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** и.о. зав. лаб. 251, к.х.н., Соби́на Е.П.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2020 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ.....	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....	4
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	5
6	ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПЕРСОНАЛА	5
7	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ.....	5
8	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	5
9	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	5
	9.1 Внешний осмотр	5
	9.2 Опробование	5
	9.3 Проверка метрологических характеристик	6
10	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	8
	ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	9

Государственная система обеспечения единства измерений. Спектрометры рентгенофлуоресцентные энергодисперсионные S2 POLAR. Методика поверки	МП 16-251-2020
---	-----------------------

Дата введения в действие:

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные энергодисперсионные S2 POLAR, выпускаемые фирмой «BRUKER AXS GmbH», Германия. Спектрометры подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке.

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:

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
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.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- стандартный образец стали легированной ГСО 8876-2007 (индекс ЛГ 58) (интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,001 до 38 %, интервал границ допускаемых значений абсолютной погрешности при P=0,95 от ±0,0006 до ±0,3 %).

4.2 Для контроля внешних влияющих факторов применяют средства измерений температуры и относительной влажности окружающей среды с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 7.

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

5 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.

6 Требования к квалификации персонала

6.1 К проведению работ по поверке спектрометров допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие РЭ на спектрометры и настоящую методику поверки.

7 Условия поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- | | |
|------------------------------------|---------------|
| - температура окружающей среды, °С | от +10 до +35 |
| - относительная влажность, % | не более 80 |

7.2 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

8.1 Спектрометр подготовить к работе в соответствии с РЭ.

8.2 Стандартный образец, используемый при поверке, подготовить в соответствии с его инструкцией по применению.

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 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) спектрометра следующим образом: в главном окне программы открыть меню «Справка (Help)» и выбрать меню «О программе (About)». В результате чего откроется окно, в котором приведены наименование ПО и номер версии ПО. Копия экрана приведена на рисунке 1.

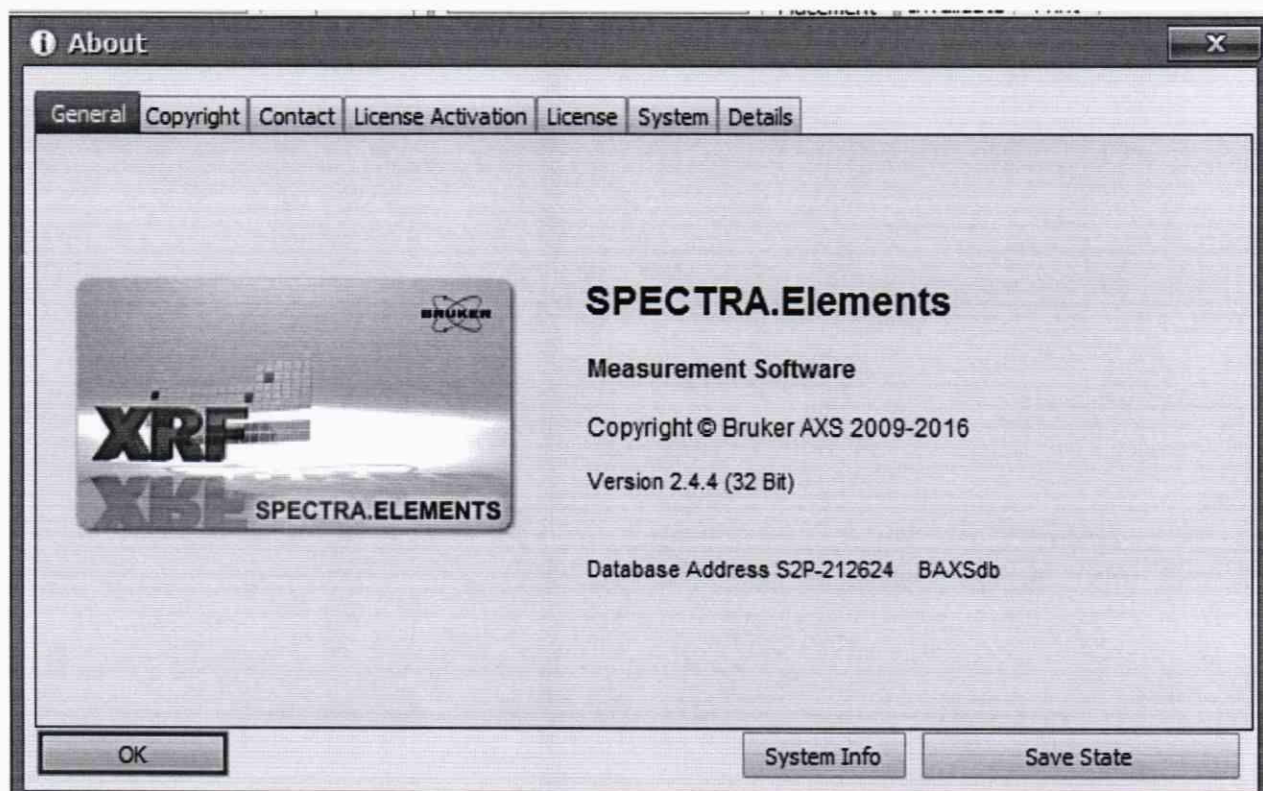


Рисунок 1 – Окно с наименованием ПО и номером версии ПО.

Спектрометр считается выдержавшим проверку ПО, если номер версии ПО не ниже 2.4. Версия ПО может иметь дополнительные цифровые и/или буквенные суффиксы.

9.3 Проверка метрологических характеристик

9.3.1 Проверка чувствительности

9.3.1.1 Проверку чувствительности спектрометра проводят с использованием стандартного образца утвержденного типа согласно п.4.1 (далее - ГСО) с аттестованными значениями массовой доли S от 0,001 до 0,04 %, массовой доли Cr – от 9 до 28 %. Установить на измерительную позицию спектрометра ГСО.

9.3.1.2 Выбрать из списка аналитическую программу POVERKA (Поверка) и запустить измерение (выходные параметры на высоковольтном генераторе: 1000 мкА, Cr Ka1 - 40 кВ, S Ka1-25 кВ, время накопления выходного сигнала не менее 100 с на элемент). В результате выполнения программы будет измерен выходной сигнал спектрометра (скорость счета) для элементов S и Cr (на линии Ka). Проводят не менее 10 измерений выходного сигнала спектрометра для каждого элемента.

9.3.1.3 Рассчитывают чувствительность для элементов S и Cr, имп/(с·мА·%), по формуле

$$K_{ai} = \frac{\bar{Y}_i}{I \cdot A_i}, \quad (1)$$

где A_i - аттестованное значение массовой доли i -го элемента, указанная в паспорте ГСО, %;

I - величина тока рентгеновской трубки, которая задается при измерении с помощью программного обеспечения спектрометра, мА;

\bar{Y}_i - среднее арифметическое значение интенсивности сигнала спектрометра для i -го элемента, имп/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, имп/с;

n - число измерений.

9.3.1.4. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п. 9.3.1, если чувствительность по линии $K\alpha$ для элементов S и Cr соответствует требованиям, приведенным в таблице 2.

9.3.2 Проверка относительного среднего квадратического отклонения (далее - СКО) выходного сигнала

9.3.2.1 По полученным данным в п. 9.3.1 вычисляют значение относительного СКО выходного сигнала, S_{ri} , %, для элементов S и Cr по формуле

$$S_{ri} = \frac{S_i}{\bar{Y}_i} \cdot 100, \quad (3)$$

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

$$S_i = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (Y_{ij} - \bar{Y}_i)^2}{n-1}}. \quad (4)$$

9.3.2.2. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.9.3.2, если значения относительного СКО выходного сигнала для элементов S и Cr соответствуют требованиям, приведенным в таблице 2.

Таблица 2 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Чувствительность, имп/(с·мА·%), не менее	
- S (на линии $K\alpha$)	5000
- Cr (на линии $K\alpha$)	15
Предел допускаемого относительного СКО выходного сигнала, %:	
- S (на линии $K\alpha$)	1,0
- Cr (на линии $K\alpha$)	1,0

10 Оформление результатов поверки

10.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения А настоящей методики поверки.

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 спектрометр в соответствии с рисунком общего вида, приведенным в описании типа.

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 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»**


_____ **Е.П. Соби́на**

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)
ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ
 ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Спектрометр рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный S2 POLAR, зав № _____
 Документ на поверку: МП 16-251-2020 «ГСИ. Спектрометры рентгенофлуоресцентные энергодисперсионные S2 POLAR. Методика поверки».

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающей среды, °С _____

- относительная влажность, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица А.1 - Проверка чувствительности спектрометра

Элемент (I, мА)	Аттестованное значение массовой доли элемента в ГСО, %	Результаты измерений выходного сигнала, имп/с	Чувствительность, имп/(с·мА·%)
S (1 мА)			
Cr (1 мА)			

Таблица А.2 - Проверка относительного СКО выходного сигнала

Элемент	Аттестованное значение массовой доли элемента в ГСО, %	Результаты измерений выходного сигнала, имп/с	Значение относительного СКО выходного сигнала, %
S (1 мА)			
Cr (1 мА)			

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г, № _____

Поверитель _____

Подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____