

УТВЕРЖДАЮ
Директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Н.И. Ханов
20.09.2015 г.

Спектрометры рентгенофлуоресцентные многоэлементные
HD MAXINE

Методика поверки

МП 242-1795-2015

н.р. 63203-16

Руководитель отдела
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Л.А. Конопелько

Старший научный сотрудник
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

М.А. Мешалкин

С.Петербург
2015 г.

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные многоэлементные HD MAXINE (далее по тексту спектрометры) и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

Таблица 1

N п/п	Наименование операций	Номер пункта методи- ки	Обязательность проведения	
			в эксплуатации	после ремонта
1.	Внешний осмотр. Проверка комплектности.	6.1	да	да
2.	Опробование.	6.2	да	да
3.	Проверка соответствия ПО	6.3	да	да
4.	Определение метрологиче- ских характеристик.	6.4	да	да

Примечание:

При отрицательных результатах поверки по какому-либо пункту настоящей методики дальнейшая поверка спектрометра прекращается, и он признается прошедшим поверку с отрицательным результатом.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

1. Барометр-анероид М-110.
2. Термогигрометр «Метеоскоп».
3. Стандартный образец содержания металлов в нефтепродуктах ГСО 10066-2012 или аналогичный по составу и метрологическим характеристикам.
4. Стандартные образцы состава водных растворов ионов кобальта ГСО 7880-2001, ионов свинца ГСО 7878-2000, ионов меди 7836-2000 или аналогичные по составу и метрологическим характеристикам.
5. Изооктан эталонный по ГОСТ 12433-83.
6. Вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005.
7. Меры вместимости 2-го класса точности по ГОСТ 29227, 29169, 1770

Допускается применение других средств поверки, допущенные к применению в установленном порядке и имеющих метрологические характеристики не хуже указанных.

Все средства должны иметь действующие свидетельства о поверке, а ГСО – действующие паспорта.

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

3.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

диапазон температуры окружающей среды	$(20 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$;
диапазон атмосферного давления	от 84 до 106,7 кПа;
диапазон относительной влажности воздуха	не более 80 %;
напряжение питания	$(220^{+22}_{-33})\text{В}$;
частота питания переменного тока	$(50 \pm 1) \text{ Гц}$.

3.2. Напряжение линии питания должно быть устойчивым и свободным от скачков.

3.3. Механические воздействия, наличие пыли, агрессивных примесей, внешние электрические и магнитные поля (кроме земного) и отклонения от рабочего положения не допускаются.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ и ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации спектрометров.

К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие руководство по эксплуатации и методику поверки и имеющие навык работы с прибором.

Для получения данных, необходимых для поверки, опускается участие в поверке оператора, обслуживающего спектрометр или сервис-инженера (под контролем поверителя).

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

При подготовке к поверке необходимо выполнить следующие операции:

- включить питание прибора от сети переменного тока;
- осуществить прогрев прибора (не менее двух часов)

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр

6.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие маркировки спектрометра технической документации.
- отсутствие внешних повреждений и загрязнений, влияющих на работоспособность спектрометра;
- четкость всех надписей;
- исправность органов управления.

Спектрометр считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

6.2. Опробование.

Опробование (самотестирование прибора) производится автоматически после включения питания. В случае успешного прохождения опробования (тестирования) на экране монитора появляется стартовое окно программы управления прибором.

6.3. Проверка соответствия программного обеспечения

6.3.1 Определение номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Определение осуществляется следующим образом:

- в интерфейсе пользователя на сенсоре в строке команд щелкнуть мышью на вкладке System Info. В открывшемся окне номер версии находится в пункте Firmware Version после наименования ПО. Копия экрана с окном приведена на рисунке 1.

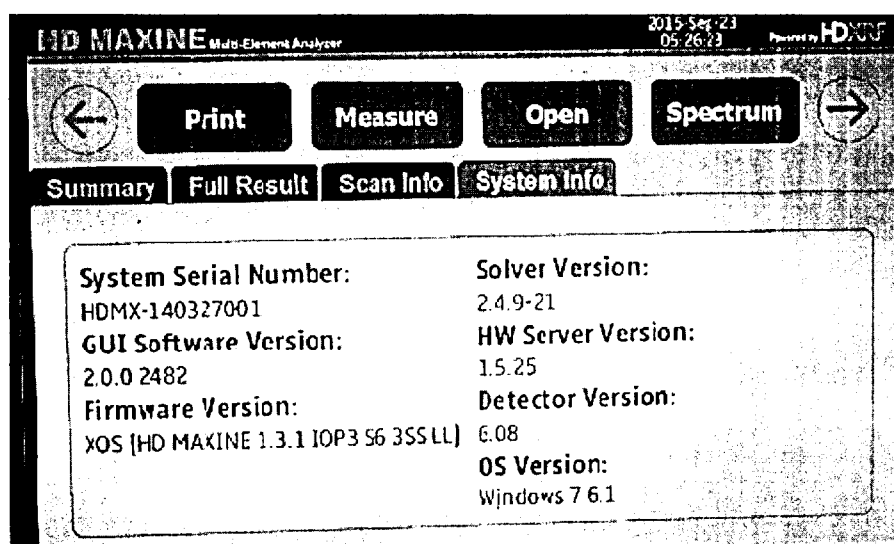


Рис.1 Окно с названием и номером версии ПО

Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.3, если номер версии ПО не ниже 1.3.1. Версия ПО может иметь дополнительные цифровые или буквенные суффиксы после указанных трех цифр.

6.4. Определение метрологических характеристик

6.4.1. Для проведения поверки должны быть установлены параметры прибора, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Колонка и поле	Описание
Колонка «SAMPLE» (образец):	
Раскрывающийся список «Matrix» (матрица)	Выбирают материал для измерения:
	<ul style="list-style-type: none"> • Water (вода) • Oil (нефтепродукты) • Powder (порошок)
Поле «Name» (наименование)	Вводят наименование для сканирования.
Поле «Lot» (партия, серия)	При сканировании нескольких различных образцов можно идентифицировать их с использованием уникальных наименований партии или серии
Поле «Description» (описание)	Вводят текстовое описание для сканирования
Поле «Date/Time» (дата/время) (заполняется автоматически)	Это поле содержит месяц, день, год и время сканирования
Колонка «OPTIMIZATION» (оптимизация):	
Раскрывающийся список «Optimization»	Для оптимизации результатов измерения можно выбрать несколько параметров: <ul style="list-style-type: none"> • All_Elements-300s (все элементы-300 с) – используют этот параметр для быстрого получения результатов всех детектированных элементов (300-секундное сканирование). • All_Elements-600s (все элементы-600 с) (рекомендуемое значение по умолчанию) – используют этот параметр (10-минутное сканирование) для получения более точных концентраций всех детектированных элементов.

Колонка «OPERATOR» (оператор):	
Поле «Last Name» (фамилия)	Вводят фамилию оператора
Поле «First Name» (имя)	Вводят имя оператора
Колонка «STANDARD» (стандарт):	
Раскрывающийся список «Standard»	Выбирают требуемый предел измерения для каждого измеряемого элемента в ppm (млн ⁻¹)

6.4.2. Для проведения поверки должны быть приготовлены поверочные растворы, указанные в п.п. 6.4.2.1 - 6.4.2.4.

6.4.2.1. Согласно указаниям приложения 1, из стандартных образцов, указанных в разделе 2, пункт 4, приготовить поверочный раствор №4 на основе воды для лабораторного анализа, содержащий элементы со следующими массовыми концентрациями:

$$\begin{aligned} C_o & - 100 \pm 10 \text{ мг/дм}^3 \text{ (млн}^{-1}\text{);} \\ P_b & - 100 \pm 10 \text{ мг/дм}^3 \text{ (млн}^{-1}\text{);} \\ C_u & - 100 \pm 10 \text{ мг/дм}^3 \text{ (млн}^{-1}\text{);} \end{aligned}$$

6.4.2.2. Поверочным (фоновым) раствором №1 является вода для лабораторного анализа.

6.4.2.3. Поверочным (фоновым) раствором №2 является изокотан эталонный.

6.4.2.4. В качестве поверочного раствора №3 используется стандартный образец содержания металлов в нефтепродуктах ГСО 10066-2012 с номинальным содержанием элементов (железа, марганца, свинца) 100 млн⁻¹. Действительное значение содержания указано в паспорте на ГСО.

6.4.3. Определение относительного СКО выходного сигнала.

6.4.3.1. Используя контрольный раствор №3 измерить интенсивность спектральных линий каждого указанного элемента.

6.4.3.2. Операцию по п. 6.4.2.1 повторить еще 9 раз. Вычислить среднее значение интенсивности каждой линии (\bar{I}_i).

6.4.3.3. Используя контрольный раствор №4 измерить интенсивность спектральных линий каждого указанного элемента.

6.4.3.4. Операцию по п. 6.4.2.3 повторить еще 9 раз. Вычислить среднее значение интенсивности каждой линии (\bar{I}_i).

6.4.3.5. По полученным данным для каждого элемента, применяя программное обеспечение спектрометра или электронные таблицы EXCEL, вычислить СКО выходного сигнала (S).

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_i - \bar{I}_i)^2}{n-1}} \quad (1)$$

6.4.3.6. Вычислить относительное СКО выходного сигнала (S_r) по формуле:

$$S_r = \frac{S}{\bar{I}_i} \times 100\% \quad (2)$$

6.4.3.7. Прибор считается выдержавшим поверку по п.6.4.3, если ни одно из полученных значений относительного СКО не превышает значений указанных в таблице 3.

Таблица 3

Относительное СКО выходного сигнала

Относительное СКО выходного сигнала ¹ (n=10), %, не более:	
-марганец	10
-железо	4,0
-свинец	6,0
Относительное СКО выходного сигнала ² (n=10), %, не более	
-кобальт	5,0
-свинец	1,0
-медь	5,0

6.4.4. Определение пределов обнаружения.

6.4.4.1. Измерить интенсивность выходного сигнала при использовании поверочного (фонового) раствора №1. Измерение повторить еще 9 раз.

6.4.4.2. Измерить интенсивность выходного сигнала при использовании поверочно-го(фонового) раствора №2. Измерение повторить еще 9 раз.

6.4.4.3. По полученным данным для каждого элемента, применяя программное обеспечение спектрометра или электронные таблицы EXCEL, вычислить СКО выходного сигнала (S) для каждого элемента отдельно.

6.4.4.4. Вычислить предел обнаружения элемента по следующей формуле:

$$\text{PrO} = 3 \times S_{\text{фона}} \times \frac{C_{\text{пробы}}}{I_{\text{пробы}} - I_{\text{фона}}} \quad (3)$$

где: $S_{\text{фона}}$ - стандартное отклонение интенсивности фонового сигнала;

$C_{\text{пробы}}$ - содержание металла в пробе;

$I_{\text{пробы}}$ - интенсивность сигнала пробы (среднее по 10 измерениям);

$I_{\text{фона}}$ - интенсивность фонового сигнала (среднее по 10 измерениям).

6.4.4.5. Спектрометр считается прошедшим поверку по п. 6.4.4, если пределы обнаружения не превышают значений, указанных в таблице 4.

¹Для поверочного раствора №3.

²Для поверочного раствора №4

Таблица 4
Пределы обнаружения элементов

Пределы обнаружения контрольных элементов в жидких углеводородах ³ , млн ⁻¹ , не более:	
-марганец	0,5
-железо	0,5
-свинец	0,5
Пределы обнаружения контрольных элементов в водных растворах ⁴ , млн ⁻¹ , не более:	
-кобальт	0,5
-свинец	1,0
-медь	0,5

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Спектрометры, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными. Результаты поверки регистрируются в протоколе, форма которого представлена в Приложении 1.

7.2. При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке установленной формы.

7.4. Спектрометры, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на них выдается извещение о непригодности.

³ Для расчета используются данные, полученные с использованием фонового раствора №2 и поверочного раствора №3;

⁴ Для расчета используются данные, полученные с использованием фонового раствора №1 и поверочного раствора №4.

Приготовление раствора ионов металлов в дистиллированной воде массовой концентрации 100 мг/дм³ (100 млн⁻¹)

1. При помощи градуированной пипетки номинальной вместимостью 10 см³ переносят 5 см³ каждого стандартного образца с номинальным значением массовой концентрации 1 г/дм³ (действительное значение указано в паспорте) в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 50 см³, разбавляют до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации металла в растворе (C_1 , мг/дм³) вычисляют по формуле:

$$C_1 = C_o \cdot \frac{V_o}{V_k},$$

где C_o - действительное значение массовой концентрации иона металла в стандартном образце, мг/дм³;

V_o - объем исходного раствора (стандартного образца), использованный для приготовления данного раствора;

V_k - объем приготовленного раствора.