

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора

ФГУП «ВНИИОФИ»



Н.П. Муравская

« » июля 2015 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы портативные рентгенофлуоресцентные Delta Element DE-2000, Delta Classic Plus (DCC-2000, DCC-2000-C, DCC-2000-CC), Delta Professional (DPO-2000, DPO-2000-C, DPO-2000-CC), Delta Premium (DP-2000, DP-2000-C, DP-2000-CC)

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

№ МИ 068.Д4-15

н.р.63309-16

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода

« » сентября 2015 г.

Москва
2015 г.

1 Введение

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы портативные рентгенофлуоресцентные Delta Element DE-2000, Delta Classic Plus (DCC-2000, DCC-2000-C, DCC-2000-CC), Delta Professional (DPO-2000, DPO-2000-C, DPO-2000-CC), Delta Premium (DP-2000, DP-2000-C, DP-2000-CC)(далее по тексту – анализаторы), предназначенные для измерения массовой доли химических элементов в сплавах методом энергодисперсионной рентгеновской флуоресценции, и определяет методы и средства первичной и периодической поверок.

Анализаторы выпускаются по технической документации «Olympus Scientific Solutions Americas», 48, Woerd Avenue, Waltham, Massachusetts, 02453, США.

Интервал между поверками – 1 год.

2 Операции поверки

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены следующие операции, указанные в Таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта Методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	7.1	Да	Да
Опробование	7.2	Да	Да
Оценка защиты и идентификация программного обеспечения	7.3	Да	Да
Определение (контроль) метрологических характеристик	7.4		
Определение диапазона измерений массовой доли элементов и пределов допускаемой относительной систематической составляющей погрешности измерений массовой доли элементов	7.4.1	Да	Да
Определение предела допускаемого относительного среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений массовой доли элементов	7.4.2	Да	Да

2.2 При получении отрицательных результатов при проведении любой операции поверка прекращается.

2.3 Поверку средств измерений осуществляют аккредитованные в установленной порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

3 Средства поверки

3.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть использованы следующие средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
7.4.1, 7.4.2	Государственный стандартный образец состава сплава медно-никелевого типа МНМц40-1,5 (комплект М29) ГОСТ 492-2006. Массовая доля меди 56,35 %. Погрешность определения массовой доли 0,07 % при доверительной вероятности $p=0,95$.
7.4.1, 7.4.2	Государственный стандартный образец состава сплава медно-никелевого типа НМЖМц28-2,5-1,5 (комплект М48) ГСО 2145-81 (№ 485). Массовая доля никеля 64,75 %. Погрешность определения массовой доли 0,25 % при доверительной вероятности $p=0,95$.
7.4.1, 7.4.2	Государственный стандартный образец состава стали углеродистой и легированной ГСО 2495-91П (№ УГ7и). Массовая доля титана 0,010 %. Погрешность определения массовой доли 0,001 % при доверительной вероятности $p=0,95$.
7.4.1, 7.4.2	Государственный стандартный образец состава стали углеродистой и легированной ГСО 2497-91П (№ УГ9и). Массовая доля ниобия 0,0046 %. Погрешность определения массовой доли 0,0005 % при доверительной вероятности $p=0,95$.
7.4.1, 7.4.2	Алюминий марки А995. ГОСТ 11069-2001. Алюминий первичный. Марки. Массовая доля алюминия не менее 99,995 %.
7.4.1, 7.4.2	Хром марки РЕСт99,6. ГОСТ 5905-2004. Хром металлический. Технические требования и условия поставки. Массовая доля хрома не менее 99,6 %.

3.2 Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице 2, обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых анализаторов с требуемой точностью.

3.3 Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены и аттестованы в установленном порядке.

4 Требования к безопасности и квалификации поверителей

4.1 Система электрического питания приборов должна быть защищена от колебаний и пиков сетевого напряжения, искровые генераторы не должны устанавливаться вблизи приборов.

4.2 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

4.3 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ 12.1.031-2010, ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда и эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н и Санитарными нормами и правилами устройства и эксплуатации лазеров СанПиН 5804.

4.4 К проведению испытаний допускаются лица, изучившие настоящую методику поверки и руководства по эксплуатации трубок и испытательного

оборудования, имеющих квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда и эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н.

4.5 Для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие операторов, обслуживающих анализаторы (под контролем поверителя).

5 Условия поверки

5.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 15 ± 25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 95;
- номинальное напряжение электропитания, В 110 - 240;
- номинальная частота, Гц 50/60.

5.2 Помещение, где проводится поверка, должно быть чистым и сухим, свободным от пыли, паров кислот и щелочей.

5.3 В помещении, где проводится поверка, должны отсутствовать механические вибрации и посторонние источники излучения, а также мощные постоянные и переменные электрические и магнитные поля.

6 Подготовка к поверке

6.1 Перед началом работы с анализаторами рентгенофлуоресцентных Delta Element DE-2000, Delta Classic Plus(DCC-2000, DCC-2000-C, DCC-2000-CC), Delta Professional(DPO-2000, DPO-2000-C, DPO-2000-CC), Delta Premium(DP-2000, DP-2000-C, DP-2000-CC) необходимо внимательно изучить руководство пользователя: «OLYMPUS.Серия DELTA. Портативный XRF анализатор. Руководство пользователя».

6.2 Проверить наличие средств поверки по таблице 2, укомплектованность их документацией.

6.3 Выдержать анализаторы и вспомогательное оборудование в условиях, указанных в п. 5.1 настоящей Методики поверки не менее 2-3 часов.

6.4 Подготовить к работе анализаторы в следующей последовательности:

- подключить аккумуляторы к анализатору;
 - производят загрузку программного обеспечения анализатора;
 - включают поверяемые анализаторы, дожидаются окончания процесса выхода лазера в рабочий режим.
- проводят калибровку анализаторы согласно РЭ.

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр

7.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено:

- отсутствие видимых механических повреждений;
- наличие и прочность органов управления и коммутации, четкость фиксации их положения;
- чистоту гнезд, разъемов и клемм;
- состояние и четкость маркировок;
- состояние соединительных кабелей и подключение приборов к электрической сети с помощью соответствующих кабелей.

7.1.2 Анализаторы признаются прошедшими операцию поверки, если корпус, внешние элементы, органы управления приборов не повреждены, отсутствуют механические повреждения и ослабления элементов конструкции.

7.2 Опробование

7.2.1 Включите анализатор, используя переключатель Вкл/Выкл.

7.2.2 Ознакомьтесь с правилами радиационной безопасности и подтвердите, что вы являетесь сертифицированным пользователем, нажав кнопку Пуск.

7.2.3 После нажатия кнопки Пуск начнётся инициализация системы. В случае успешного окончания инициализации системы анализатор откроет экран анализа в последнем выбранном режиме.

7.2.4 Перейдите на страницу Тест или Настройки теста и поместите калибровочный образец (Cal Check) из нержавеющей стали 316 из состава анализатора на плоскую поверхность. Разместите измерительное окно анализатора точно над образцом и нажмите кнопку Cal Check, чтобы начать проверку калибровки, которая занимает около 15 секунд. В окне Результаты отображается состояние теста. Сообщение «Проверка системы – Прошёл» указывает, что анализатор успешно прошёл тест.

7.2.5 Анализаторы признаются прошедшим операцию поверки, если все этапы опробования пройдены без сообщений об ошибках.

7.3 Оценка защиты и идентификация программного обеспечения

7.3.1 Проверяют соответствие заявленных идентификационных данных программного обеспечения: наименование программного обеспечения, идентификационное наименование программного обеспечения, номер версии программного обеспечения.

7.3.2 Проводят проверку уровня защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений (уровни низкий, средний или высокий).

7.3.3 Проводят оценку влияния программного обеспечения на метрологические характеристики анализаторов.

7.3.4 Анализаторы признаются прошедшими операцию поверку, если уровень защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений соответствует уровню «средний» согласно Р 50.2.077-2014, а идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Delta Software
Номер версии (идентификационный номер) ПО	2.5.20.380 и выше
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	-

7.4 Определение метрологических характеристик

7.4.1 **Определение диапазона измерений массовой доли элементов и пределов допускаемой относительной систематической составляющей погрешности измерений массовой доли элементов**

7.4.1.1 Определение диапазона измерений массовой доли элементов совмещают с определением пределов допускаемой относительной систематической составляющей погрешности измерений массовой доли элементов.

7.4.1.2 Установите:

- для моделей анализаторов Delta Professional (DPO-2000, DPO-2000-C, DPO-2000-CC) и Delta Premium (DP-2000, DP-2000-C, DP-2000-CC) максимальное время измерения для первого луча 30 с и максимальное время измерения для второго луча 80 с;

- для моделей анализаторов Delta Element DE-2000 и Delta Classic Plus (DCC-2000, DCC-2000-C, DCC-2000-CC) максимальное время измерения для луча 30 с.

7.4.1.3 Проведите десятикратное измерение массовой доли меди в ГСО 1880-80 (№ 295), ниобия в ГСО 2497-91П (№ УГ9и) и алюминия в алюминии марки А995 для моделей анализаторов Delta Professional (DPO-2000, DPO-2000-C, DPO-2000-CC) и Delta Premium (DP-2000, DP-2000-C, DP-2000-CC). Проведите десятикратное измерение массовой доли титана в ГСО 2495-91П (№ УГ7и), никеля в ГСО 2145-81 (№ 485) и хрома в хроме марки RECr99,6 для моделей анализаторов Delta Element DE-2000 и Delta Classic Plus (DCC-2000, DCC-2000-C, DCC-2000-CC).

7.4.1.4 Рассчитать среднее арифметическое значение массовой доли для каждого элемента по формуле (1):

$$\omega_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^{10} \omega_i}{10} \% \quad (1)$$

где ω_i - измеренное значение массовой доли, %

7.4.1.5 Рассчитать относительную систематическую составляющую погрешности измерений массовой доли элемента по формуле (2):

$$\Delta = \frac{\omega_{cp} - \omega_{амт}}{\omega_{амт}} \cdot 100 \% \quad (2)$$

где $\omega_{амт}$ - аттестованное значение массовой доли элемента, %

7.4.1.6 Анализаторы признаются прошедшими операцию поверку, если диапазон измерений массовой доли элемента составляет от 0,01 до 100 % для моделей Delta Element DE-2000, Delta Classic Plus (DCC-2000, DCC-2000-C, DCC-2000-CC) и от 0,004 до 100 % для моделей Delta Professional (DPO-2000, DPO-2000-C, DPO-2000-CC), Delta Premium (DP-2000, DP-2000-C, DP-2000-CC). Относительная систематическая составляющая погрешности измерений массовой доли элемента не превышает ± 45 % для моделей Delta Element DE-2000, Delta Classic Plus (DCC-2000, DCC-2000-C, DCC-2000-CC) и ± 35 % для моделей Delta Professional (DPO-2000, DPO-2000-C, DPO-2000-CC), Delta Premium (DP-2000, DP-2000-C, DP-2000-CC).

7.4.2 Определение предела допускаемого относительного среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений массовой доли элементов

7.4.2.1 Вычисляют относительное среднее квадратическое отклонение случайной составляющей погрешности измерений массовой доли элементов (ОСКО), используя значения массовой доли, полученные в п. 7.4.1:

$$ОСКО = \frac{1}{\omega_{cp}} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (\omega_i - \omega_{cp})^2}{n \cdot (n - 1)}} \times 100 \% \quad (3)$$

7.4.2.2 Анализаторы признаются прошедшими операцию поверки, если относительное среднее квадратическое отклонение случайной составляющей погрешности измерений массовой доли элементов не превышает 5 %.

8 Оформление результатов поверки

8.1 Анализаторы, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдается свидетельство о поверке установленной формы с указанием полученных по п.п. 7.4.1 - 7.4.4 фактических значений метрологических характеристик микроскопов и (или) наносят оттиск поверительного клейма согласно Приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», и комплекс допускают к эксплуатации.

8.2 Анализаторы, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодными, не допускаются к применению и на них выдается свидетельство о непригодности с указанием причин. Свидетельство о предыдущей поверке и (или) оттиск поверительного клейма аннулируют и выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»



А.В. Иванов

Ведущий инженер ФГУП «ВНИИОФИ»



А.Н. Шобина

Инженер ФГУП «ВНИИОФИ»



В.Э. Сысоев

Инженер 2 категории ФГУП «ВНИИОФИ»



В.Н. Котиков

ПРИЛОЖЕНИЕ А

к Методике поверки «Анализаторы портативные рентгенофлуоресцентные Delta Element DE-2000, Delta Classic Plus (DCC-2000, DCC-2000-C, DCC-2000-CC), Delta Professional (DPO-2000, DPO-2000-C, DPO-2000-CC), Delta Premium (DP-2000, DP-2000-C, DP-2000-CC)»

ПРОТОКОЛ

первичной / периодической поверки
от « _____ » _____ 201__ года

Средство измерений: Анализаторы портативные рентгенофлуоресцентные _____
(Наименование СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков)

Delta Element DE-2000, Delta Classic Plus (DCC-2000, DCC-2000-C, DCC-2000-CC),
Delta Professional (DPO-2000, DPO-2000-C, DPO-2000-CC), _____
Delta Premium (DP-2000, DP-2000-C, DP-2000-CC) _____
то приводят их перечень (наименования) и типы с разделением знаком «косая дробь» /)

Зав.№ _____ **№/№** _____
Заводские номера блоков

Принадлежащее _____
Наименование юридического лица, ИНН

Поверено в соответствии с методикой поверки «Анализаторы портативные
рентгенофлуоресцентные Delta Element DE-2000, Delta Classic Plus (DCC-2000,
DCC-2000-C, DCC-2000-CC), Delta Professional (DPO-2000, DPO-2000-C,
DPO-2000-CC), Delta Premium (DP-2000, DP-2000-C, DP-2000-CC). Методика поверки
МП 068.Д4-15», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» « _____ » сентября 2015г
Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата

С применением эталонов _____
(наименование, заводской номер, разряд, класс точности или погрешность)

При следующих значениях влияющих факторов: _____
(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

- температура окружающего воздуха, °С
- относительная влажность, %, не более

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Характеристика	Результат	Требования методики поверки

Рекомендации _____
Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: _____
подписи, ФИО, должность