

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

УТВЕРЖДАЮ

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



С.В. Медведевских

2020 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
Спектрометры рентгеновские флуоресцентные SPECTROCUBE
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 83-241-2020

Екатеринбург

2020

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА УНИИМ - филиалом ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Зеньков Е.О.**
- 3 УТВЕРЖДЕНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в сентябре 2020 г.**

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	6
6	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ	6
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	6
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	6
8.1	ВНЕШНИЙ ОСМОТР	6
8.2	ОПРОБОВАНИЕ	6
8.3	ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК	7
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	8

Государственная система обеспечения единства измерений Спектрометры рентгеновские флуоресцентные SPECTROCUBE Методика поверки	МП 83-241-2020
--	-----------------------

Дата введения: сентябрь 2020 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры рентгеновские флуоресцентные SPECTROCUBE (далее - спектрометры) производства фирмы «Spectro Analytical Instruments GmbH», Германия и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

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:

Приказ Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минтруда России №328н от 24.07.2013 «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

ГОСТ 12.2.007.0-75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

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	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3		
3.1 Проверка относительного среднеквадратического отклонения и относительной погрешности измерений массовой доли элементов	8.3.1	да	да
3.2 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов	8.3.2	да	нет

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, спектрометр бракуется.

3.3 Допускается проведение периодической поверки спектрометров, используемых на меньшем числе поддиапазонов измерений, на основании письменного заявления владельца спектрометра, оформленного в произвольной форме.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- ГСО 8709-2005 (массовая доля хрома 0,000314 %, абс. погрешность аттестованного значения при $P=0,95$: $\pm 0,000017$ %);

- ГСО 4165-91П, 2489-91П-2497-91П (массовая доля меди 0,077 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$: $\pm 0,001$ %, массовая доля меди 0,163 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$: $\pm 0,002$ %, массовая доля вольфрама 0,82 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$: $\pm 0,01$ %);

- ГСО 8876-2007 (массовая доля никеля 4,26 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$: $\pm 0,07$ %);

- ГСО 8440-2003 (массовая доля меди 99,06 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$: $\pm 0,02$ %).

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и диапазон измерений.

5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №328н от 24 июля 2013 г., требования ГОСТ 12.2.007.0. Для выполнения измерений допускаются лица, прошедшие инструктаж и обученные работе со спектрометром.

6 Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия, если иные не оговорены особо:

- температура окружающего воздуха, °С от 18 до 25;
- относительная влажность воздуха, % от 20 до 80.

7 Подготовка к поверке

7.1 Спектрометр подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее - РЭ).

7.2 Подготовить стандартные образцы утвержденных типов (далее – ГСО), предусмотренные в качестве средств поверки в соответствии с инструкциями по применению на ГСО.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование.

8.2.1 Включить спектрометр и запустить пробную процедуру измерения одного из ГСО, указанных в разделе 4. Убедиться, что спектрометр функционирует и результаты измерения выводятся на экран персонального компьютера с использованием программного обеспечения спектрометра.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО спектрометра. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	XRF Analyzer Pro
Номер версии ПО	-
Цифровой идентификатор ПО	-

8.3 Проверка метрологических характеристик

8.3.1 Проверка относительного среднеквадратического отклонения и относительной погрешности измерений массовой доли элементов

Проверку относительного среднеквадратического отклонения и относительной погрешности измерений массовой доли элементов провести с использованием ГСО, указанных в разделе 4. Измерения провести не менее, чем в двух точках каждого поддиапазона измерений.

По результатам не менее 5 измерений для каждого ГСО вычислить среднее арифметическое (\bar{X}_j), относительное СКО (S_{oj}) и относительную погрешность (δ_j) измерений массовой доли элементов по формулам:

$$\bar{X}_j = \frac{\sum_{i=1}^n X_{ij}}{n}, \quad (1)$$

$$S_{oj} = \frac{1}{\bar{X}_j} \cdot \sqrt{\frac{\sum (X_{ij} - \bar{X}_j)^2}{n-1}} \cdot 100, \quad (2)$$

$$\delta_j = \frac{\frac{tS_j}{\sqrt{n}} + |\bar{X}_j - A_j| + |\Delta A_j|}{\left[\frac{S_j}{\sqrt{n}} + \frac{|\bar{X}_j - A_j| + |\Delta A_j|}{\sqrt{3}} \right] A_j} \cdot \sqrt{\frac{(|\bar{X}_j - A_j| + |\Delta A_j|)^2}{3} + \frac{S_j^2}{n}} \cdot 100, \quad (3)$$

где X_{ij} - результат i -го измерения массовой доли элемента в j -ом ГСО, %;

A_j - аттестованное значение массовой доли элемента в j -ом ГСО, %;

ΔA_j - абсолютная погрешность массовой доли элемента в j -ом ГСО, %;

S_j - абсолютное СКО измерений массовой доли элемента в j -ом ГСО, %;

t - коэффициент Стьюдента, который зависит от доверительной вероятности P и числа результатов наблюдений n , равен 2,78 для $n = 5$ $P = 0,95$;

n - число измерений.

Полученные значения относительного среднеквадратического отклонения и относительной погрешности измерений массовой доли элементов должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.2 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов

Проверку диапазона измерений массовой доли элементов провести одновременно с проверкой относительной погрешности по 8.3.1 (провести измерения массовой доли элементов в начале и в конце каждого поддиапазона измерений).

Полученные значения диапазона измерений массовой доли элементов должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой доли элементов, %	от 0,0001 до 99,9
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли элементов, %, в поддиапазонах измерений: - от 0,0001 % до 0,1 % включ. - св. 0,1 % до 1,0 % включ. - св. 1,0 % до 99,9 % включ.	10 5 1
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли элементов, %, в поддиапазонах измерений: - от 0,0001 % до 0,1 % включ. - св. 0,1 % до 1,0 % включ. - св. 1,0 % до 99,9 % включ.	± 20 ± 10 ± 5

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

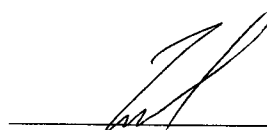
9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815. Знак поверки в виде оттиска поверительного клейма наносится на свидетельство о поверке.

9.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к дальнейшей эксплуатации и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815.

Инженер I кат. лаб. 241

УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ

им. Д.И. Менделеева»



Е.О. Зеньков