

УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор
ООО «НПО «СПЕКТРОН»



К.Ю. Яшин

« 25 » сентября 2016 г

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



К.В. Гоголинский

« 25 » сентября 2016 г.

Анализаторы рентгеновские флуоресцентные
волнодисперсионные «СПЕКТРОСКАН MSW»

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-2040-2016

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

 Л.А.Конопелько

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

 М.А.Мешалкин

Санкт-Петербург

2016 г

Введение

Настоящая методика распространяется на анализаторы рентгеновские флуоресцентные волнодисперсионные «СПЕКТРОКАН MSW» изготовленные ООО «НПО «СПЕКТРОН», г. Санкт-Петербург.

Анализаторы подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками - 2 года.

1 Операции поверки

При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – операции поверки

№	Наименование операции	Номер пункта методики	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.	Проверка метрологических характеристик: абсолютной погрешности, предела повторяемости	6.4	Да	Да

2 Средства поверки

2.1 Стандартные образцы массовой доли серы в минеральном масле: ГСО 9513-2010 (СН-0,0003-НС), ГСО 9405-2009 (СН-0,030-НС), ГСО 9407-2009 (СН-0,100-НС), ГСО 9416-2009 (СН-5,000-НС).

2.2 Стандартные образцы содержания металлов в нефтепродуктах ГСО 10066-2012 (СО СМН-ПА): СО СМН-ПА (Mn, Fe, Pb)-2, СО СМН-ПА (Mn, Fe, Pb)-50.

Метрологические характеристики СО приведены в таблице 2.

Таблица 2- метрологические характеристики СО

№ п/п	№ стандартного образца	Аттестованная характеристика	Аттестованное значение (интервал аттестованных значений)	Границы допускаемых значений относительной погрешности, при P = 0,95, %
1.	ГСО 10066-2012 СО СМН-ПА (Mn, Fe, Pb)-2	Массовая доля свинца, железа и марганца, мг/кг	2,0	± 4

2.	ГСО 10066-2012 СО СМН-ПА (Mn, Fe, Pb)-50	Массовая доля свинца, железа и марганца, мг/кг	50,0	± 4
3.	ГСО 9513-2010	Массовая доля серы, %	0,0003	± 20
4.	ГСО 9405-2009		0,030	± 2
5.	ГСО 9407-2009		0,100	± 2
6.	ГСО 9416-2009		5,000	± 2

Разрешается применение других стандартных образцов утвержденного типа, допущенных к применению в Российской Федерации или внесенных в Реестр межгосударственных стандартных образцов (МСО) в установленном порядке и обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

3 Условия поверки и подготовка к ней

3.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

Таблица 3

Температура окружающего воздуха	(20 ± 5) °С;
Относительная влажность	до 80%;
Напряжение питания переменного тока	(220 ⁺²² ₋₃₃) В; (50±1) Гц;
Время прогрева анализатора	1 ч

3.2 Установка и подготовка анализатора к поверке, включение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с эксплуатационной документацией.

3.3 Если анализатор используется потребителем в режиме измерения не всех 4-х указанных элементов, то при периодической поверке при письменном обращении заявителя допускается определение метрологических характеристик по ограниченному количеству определяемых элементов с обязательным указанием об этом в свидетельстве о поверке согласно приказу Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015 г.

4 Требования безопасности

4.1 Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в эксплуатационных документах на анализатор.

4.2 Должны соблюдаться «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденные Минэнерго 13.01.2003 г.

5 Требования к квалификации поверителей

К проведению измерений по поверке допускаются лица:

- имеющие опыт работы с анализаторами элементного состава;
- изучившие эксплуатационную документацию на анализатор СПЕКТРОСКАН MSW и настоящую методику;
- обученные в соответствии с ССБТ по ГОСТ 12.0.004-90.
- имеющие удостоверение поверителя.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие анализатора следующим требованиям:

- наличие эксплуатационной документации;
- соответствие комплектности прибора паспорту;
- отсутствие механических повреждений и дефектов покрытия;
- целостность показывающих приборов;
- надписи и обозначения на приборе должны быть чёткими;

6.2 Опробование

При опробовании должны быть выполнены следующие операции:

- включить питание прибора от сети переменного тока;
- подать высокое напряжение на рентгеновскую трубку, повернув ключ на задней панели;
- осуществить прогрев прибора не менее 1 часа;

Анализатор считается прошедшим опробование, если после выполнения указанных процедур на экране появляется информация, показанная на рис. 1.

СПЕКТРОСКАН MSW	с / в 12001
Изл. : 40.0 4.00	
Вак. : 1500 (норм)	
Вода: 50 (норм)	
Enter - далее	
Тт=35 Тб=32 (F1-ВИП)	

Рисунок 1 - Вид экрана при положительном результате опробования
Для перехода в следующее диалоговое окно нажать кнопку «Enter».

6.3 Проверка соответствия ПО

6.3.1 Проверка соответствия встроенного ПО

Информация о серийном номере прибора и версии управляющей программы появляется после загрузки встроенного программного обеспечения, при включении анализатора.

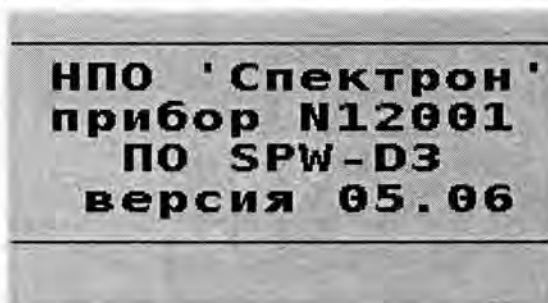


Рисунок 2 - Окно с версией ПО

Диалоговое окно с версией встроенного ПО можно также посмотреть, если нажать кнопку «Esc», в диалоговом окне, отображающем состояние прибора (Рисунок 1).

Версия ПО должна быть 5.00 и выше.

6.3.2. Проверка соответствия автономного ПО

Для того чтобы выполнить идентификацию программного обеспечения «Количественный анализ», необходимо запустить программную оболочку «Спектр-Квант 6.0» и выбрать из пункта меню «Справка» команду «О программе».

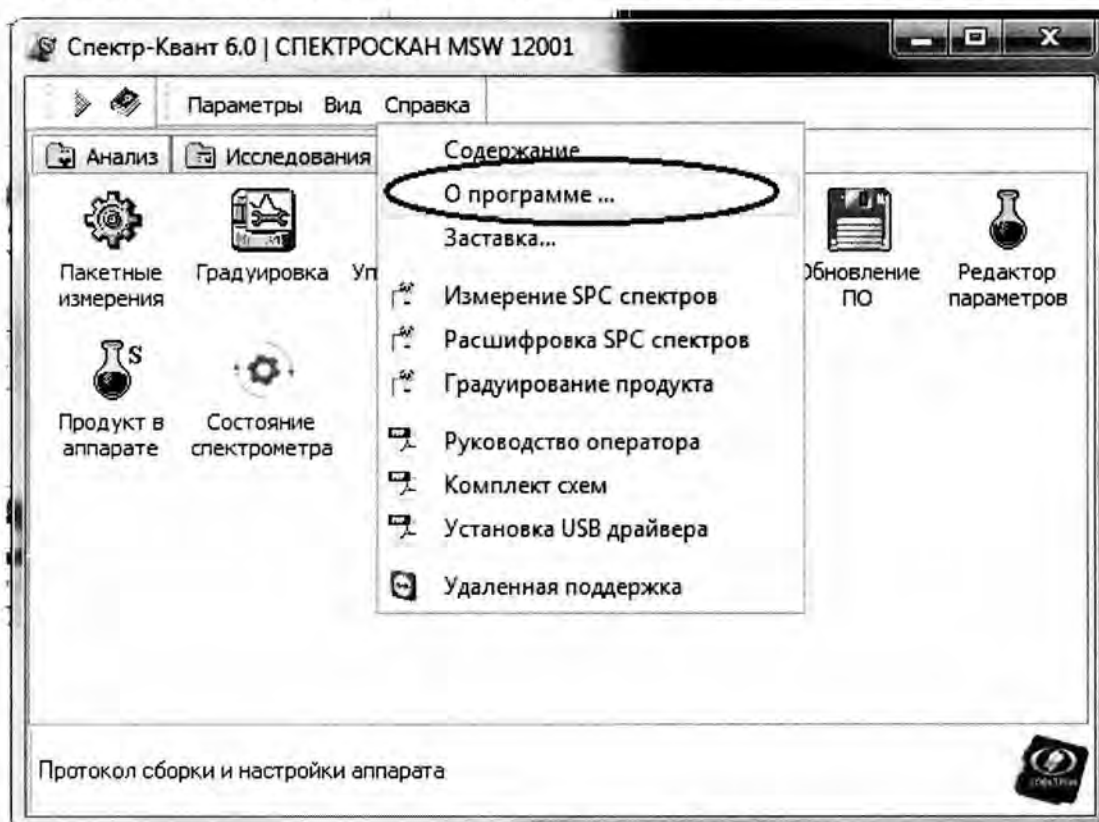


Рисунок 3 – Окно оболочки «Спектр-Квант 6.0»

При выборе этой команды на экране появится окно, показанное на Рис.4

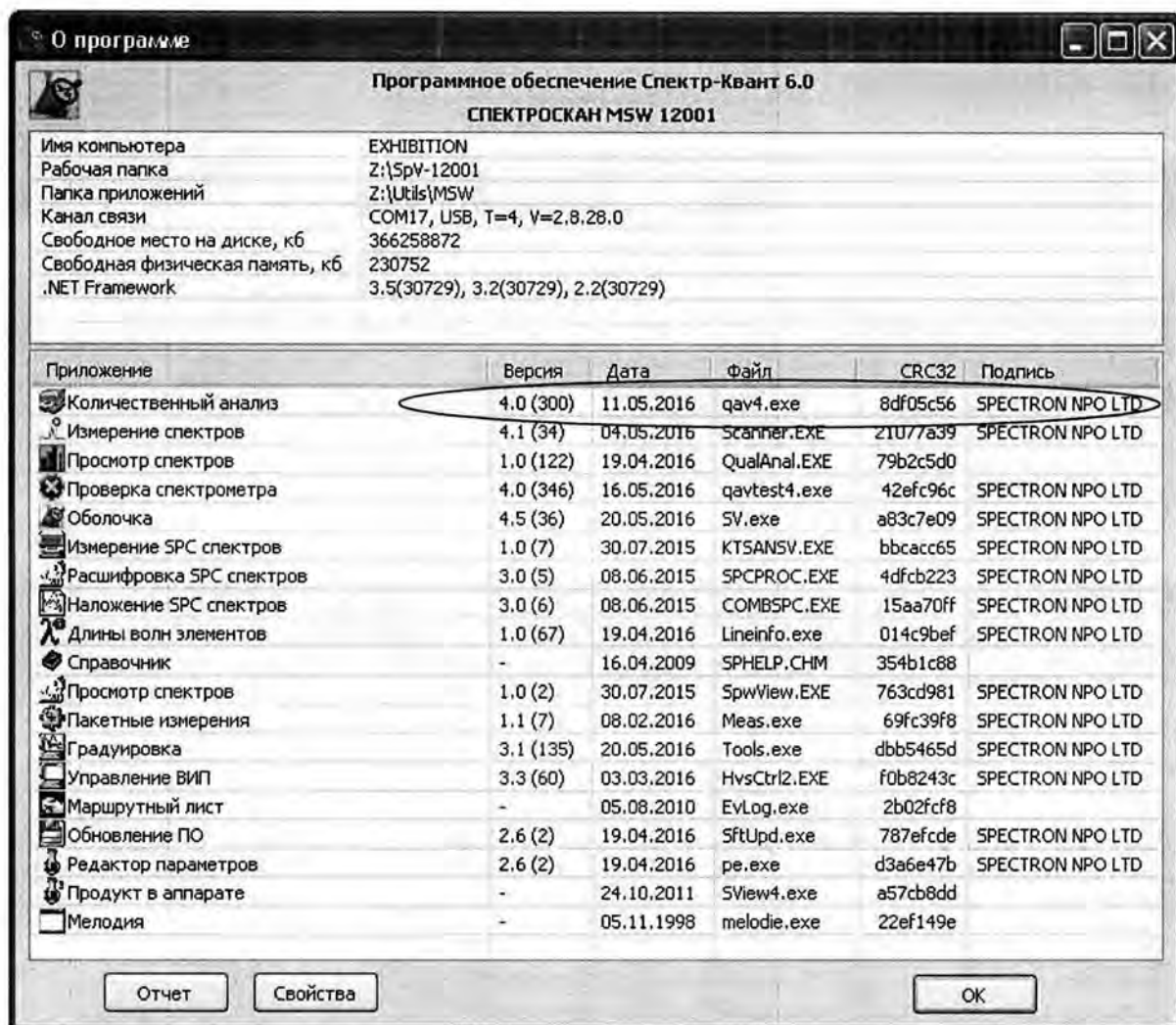


Рисунок 4 – Окно «О программе»

Необходимо убедиться, что версия программы «Количественный анализ» соответствует указанной в таблице 4 и подтверждена электронной подписью SPECTRON NPO LTD.

Таблица 4

Наименование компонента ПО	Номер версии (идентификационный номер) компонента ПО
«Количественный анализ»	4.0.300 и выше

6.4 Определение метрологических характеристик

6.4.1 Определение абсолютной погрешности анализатора и повторяемости результатов единичных измерений проводится в диапазоне измерений массовой доли серы, железа, марганца и свинца с использованием стандартных образцов согласно таблице 2. При использовании стандартных образцов других типов, их аттестованные значения должны быть максимально близкими к указанным в перечисленных СО.

6.4.2 В соответствии с руководством по эксплуатации проводят по 2 измерения содержания серы, свинца, железа и марганца в каждом стандартном образце (С1, С2), всякий раз заново заполняя кювету. По окончании измерений результаты каждого измерения: среднее арифметическое значение массовой доли каждого элемента в каждом стандартном образце и разница между значениями массовой доли элемента для двух параллельных измерений появляются на экране анализатора.

6.4.3 Результаты определения метрологических характеристик признаются положительными, если:

- разница между значением массовой доли каждого элемента для двух параллельных измерений в каждом СО, не превышает предела повторяемости результатов единичных измерений, указанного в таблице 5;
- разница между аттестованным значением СО и средним арифметическим значением массовой доли каждого элемента в каждом стандартном образце, не превышает предела абсолютной допускаемой погрешности, указанного в таблице 5.

Таблица 5

1. Метрологические характеристики при измерении массовой доли серы	
1.1. Диапазон измерений массовой доли серы, мг/кг	от 3 до 50000
1.2. Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения массовой доли серы, мг/кг <ul style="list-style-type: none"> • в диапазоне от 3 до 500 мг/кг • в диапазоне свыше 500 до 50000 мг/кг 	$\pm(0,039X+1,3)$ $\pm(0,0415X)$ где X – массовая доля серы, мг/кг
1.3. Пределы повторяемости результатов единичных измерений (P=0,95), мг/кг <ul style="list-style-type: none"> • в диапазоне от 3 до 500 мг/кг • в диапазоне свыше 500 до 50000 мг/кг 	$0,7425X^{0,271}$ $0,017X-4,5$ где X – массовая доля серы, мг/кг
2. Метрологические характеристики при определении массовой доли свинца	
2.1. Диапазон измерений массовой доли свинца, мг/кг	от 2 до 50
2.2. Предел допускаемой абсолютной погрешности измерения массовой доли свинца, мг/кг	$\pm(1,1 + 0,09X)$ где X – массовая доля свинца, мг/кг
2.3. Предел повторяемости результатов единичных измерений (P=0,95), мг/кг	$0,7 + 0,02X$ где X – массовая доля свинца, мг/кг
3. Метрологические характеристики при измерении массовой доли марганца	
3.1. Диапазон измерений массовой доли марганца, мг/кг	от 2 до 50

3.2. Предел допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли марганца, мг/кг	$\pm(0,5 + 0,08X)$ где X – массовая доля марганца, мг/кг
3.3. Предел повторяемости результатов единичных измерений (P=0,95), мг/кг	$0,45 + 0,02X$ где X – массовая доля марганца, мг/кг
3. Метрологические характеристики при измерении массовой доли железа	
3.1. Диапазон измерений массовой доли железа, мг/кг	от 2 до 50
3.2. Предел допускаемой абсолютной погрешности измерения массовой доли железа, мг/кг	$\pm(0,6 + 0,08X)$ где X – массовая доля железа, мг/кг
3.3. Предел повторяемости результатов единичных измерений (P=0,95), мг/кг	$0,5 + 0,02X$ где X – массовая доля железа, мг/кг

7 Оформление результатов поверки

7.1 При проведении поверки анализатора СПЕКТРОСКАН MSW, составляется протокол поверки. Рекомендуемая форма протокола приведена в приложении Б.

7.2 Анализатор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признается пригодным. Положительные результаты оформляются свидетельством о его поверке.

7.3 На анализатор, признанный не годным к эксплуатации, выписывается свидетельство о непригодности с указанием причин.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Анализатор рентгеновский флуоресцентный волнодисперсионный
«СПЕКТРОСКАН MSW»

Заводской номер _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Поверка проведена по методике поверки «МП-242-2040-2016. Анализаторы рентгеновские флуоресцентные волнодисперсионные «СПЕКТРОСКАН MSW» Методика поверки»

УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

температура окружающего воздуха, °C _____

колебания температуры за время поверки, °C _____

относительная влажность окружающего воздуха, % _____

РЕЗУЛЬТАТЫ ОПРОБОВАНИЯ

РЕЗУЛЬТАТ ПРОВЕРКИ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК

СО	ГСО 9513-2010 (СН-0,0003-НС)	ГСО 9405-2009 (СН-0,030-НС)	ГСО 9407-2009 (СН-0,100-НС)	ГСО 9416-2009 (СН-5,000-НС)
Аттестованное значение массовой доли серы в ГСО, $C_{атт}$, мг/кг	3,0	300,0	1000,0	50000,0
$ C_1 - C_2 $, мг/кг				
Предел повторяемости, мг/кг	1,0	3,5	12,5	846
Среднее значение по двум измерениям, $C_{ср}$, мг/кг				
Разница между измеренными и аттестованными значениями ГСО $ C_{атт} - C_{изм} $, мг/кг				
Пределы допускаемой абсолютной погрешности определения массовой доли серы, мг/кг	1,4	13,0	42,0	2075

СО	ГСО 10066-2012 СМН-ПА (Mn, Fe, Pb)-2			ГСО 10066-2012 СМН-ПА (Mn, Fe, Pb)-50		
	Свинец	Железо	Марганец	Свинец	Железо	Марганец
Аттестованное значение массовой доли элемента в ГСО, $C_{атт}$, мг/кг	2,0			50,0		
$ C_1 - C_2 $, мг/кг						
Предел повторяемости, мг/кг	0,7	0,5	0,5	1,7	1,5	1,5
Среднее значение по двум измерениям, $C_{ср}$, мг/кг						
Разница между измеренными и аттестованными значениями ГСО $ C_{атт} - C_{изм} $, мг/кг						
Пределы допускаемой абсолютной погрешности определения массовой доли элемента, мг/кг	1,3	0,8	0,7	5,6	4,6	4,5

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПОВЕРКИ

Анализатор зав. номер _____ признан годным и допущен к эксплуатации.

Поверку произвёл _____

" ____ " _____ 201__ г.