

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

УТВЕРЖДАЮ
И.о. директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
А.Н. Пронин
М.П.
" 23 " 04 2019 г.

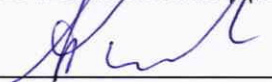
Государственная система обеспечения единства измерений

Спектрометры рентгенофлуоресцентные
NITON XL5

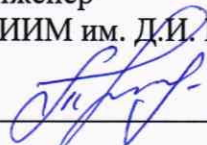
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-2293-2019

Заместитель руководителя отдела
Государственных эталонов в области
физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


_____ А.В. Колобова

Ведущий инженер
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


_____ Т.М. Эннанова

Санкт-Петербург
2019 г.

1. ВВЕДЕНИЕ

Настоящая методика распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные NITON XL5 (далее – спектрометры), изготавливаемые «Thermo Scientific Portable Analytical Instruments, Inc.», США. Спектрометры подлежат первичной поверке до ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверке в процессе эксплуатации. Интервал между поверками – 1 год.

2. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1- Операции поверки

Наименование операций	Номер пункта настоящей методики	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр.	7.1	да	да
Опробование	7.2	да	да
Подтверждение соответствия ПО	7.3	да	да
Определение метрологических характеристик	7.4	да	да
Определение диапазона измерений массовых долей элементов	7.4.1	да	да
Определение относительной погрешности спектрометра при измерении массовых долей элементов при анализе металлов, сплавов и рудных материалов на основе железа	7.4.2	да	да

2.2. Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

2.3. Методикой поверки предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов (профилей): анализ металлов и сплавов - профиль General Metals; либо анализ рудных материалов - профиль Mining.

3. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

3.1. При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

№ п/п	Наименование и тип средства поверки	Основные технические и (или) метрологические характеристики или номер
1	ГСО10504-2014, стандартные образцы состава сталей углеродистых и легированных	Массовые доли элементов от 0,0006 % до 2,28 %; границы абсолютной погрешности от 0,0001 % до 0,02 % (при доверительной вероятности P=0,95)
	ГСО 8876-2007, стандартные образцы состава сталей легированных	Массовые доли элементов от 0,0023 % до 35,1 %; границы абсолютной погрешности от 0,0002 % до 0,1 % (при доверительной вероятности P=0,95).
	ГСО 8456-2003, стандартные образцы сталей легированных	Массовые доли элементов от 0,002 % до 25 %; границы абсолютной погрешности от 0,0014 % до 0,27 % (при доверительной вероятности P=0,95)
	ГСО 1865-87П, стандартный образец руды железной	Массовые доли элементов от 0,031 % до 38,2 %; границы абсолютной погрешности от 0,001 % до 0,1 % (при доверительной вероятности P=0,95)

Продолжение таблицы 2

№ п/п	Наименование и тип средства поверки	Основные технические и (или) метрологические характеристики или номер
1	ГСО 6205-91/6209-91, стандартные образцы состава бронзы оловянной	Массовые доли элементов от 0,0011 % до 84,8 %; границы абсолютной погрешности от 0,0001 % до 0,9 % (при доверительной вероятности P=0,95)
	ГСО 4308-88/4312-88, стандартные образцы состава сплавов медно-никелевых	Массовые доли элементов от 0,009 % до 89,19 %; границы абсолютной погрешности от 0,001 % до 0,29 % (при доверительной вероятности P=0,95)
2.	Термогигрометр электронный CENTER, № в Федеральном информационном фонде 22129-09	Диапазон измерений отн. влажности от 10 до 100 %; пределы допускаемой основной абсолютной погрешности ± 3 %. Диапазон измерений температуры от -20 до +60 °С; пределы допускаемой основной абсолютной погрешности $\pm 0,8$ °С.

3.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик спектрометра с требуемой точностью.

3.3. Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, а стандартные образцы, - действующие паспорта.

4. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ И ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в руководстве по эксплуатации спектрометров рентгенофлуоресцентных NITON XL5.

4.2. К проведению поверки допускаются лица, изучившие руководство по эксплуатации спектрометра рентгенофлуоресцентного NITON XL5, методику поверки МП-242-2293-2019, допущенные к выполнению поверки по данному виду измерений и прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

4.4. При проведении работ по подготовке проб следует руководствоваться правилами и нормами, регламентированными инструкциями по безопасности труда для лабораторий рентгеноспектрального анализа, действующими на предприятии.

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

5. УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

5.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +15 до +25;
- относительная влажность при температуре +25 °С, % не более 80

6. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

6.1. Подготовку спектрометра NITON XL5 к поверке, включение соединительных устройств, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляют в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в руководстве по эксплуатации спектрометра рентгенофлуоресцентного NITON XL5.

6.2. Подготовить для анализа выбранные стандартные образцы в соответствии с инструкцией по применению соответствующего комплекта стандартных образцов, являющейся приложением к паспорту на комплект СО, а так же в соответствии с рекомендациями, изложенными в руководстве по эксплуатации спектрометра рентгенофлуоресцентного NITON XL5. На заточенной поверхности монолитного образца не допускаются раковины, поры, трещины, шлаковые включения, цвета побежалости и другие дефекты. Заточенные поверхности образцов не следует трогать руками.

7. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 Внешний осмотр

7.1.1. При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- наличие маркировки, подтверждающей тип и идентифицирующей спектрометр;
- отсутствие на наружных поверхностях спектрометра повреждений и дефектов, влияющих на его работоспособность;
- отсутствие ослаблений элементов конструкции, чистоту разъемов;
- надежность крепления соединительных элементов, кабелей.

7.1.2. Спектрометр рентгенофлуоресцентный NITON XL5 считается прошедшим поверку по п. 7.1, если корпус, внешние элементы, органы управления не повреждены, отсутствуют механические повреждения и ослабления элементов конструкции.

7.2 Опробование

Опробование спектрометра рентгенофлуоресцентного NITON XL5 заключается в его включении в соответствии с руководством по эксплуатации и руководством пользователя ПО NitonConnect (в случае дистанционного управления спектрометром) и загрузке ПО NITON XL5.

Результаты опробования считаются удовлетворительными, если на сенсорном дисплее, после загрузки ПО NITON XL5 не появляется сообщений об ошибках.

7.3 Подтверждение соответствия ПО

7.3.1. Определение идентификационных данных ПО NITON XL5.

В главном меню окна программы нажать на значок "i", вызвав вкладку "Об устройстве". В открывшемся окне приведены наименование спектрометра, заводской (серийный) номер прибора, номер версии ПО NITON XL5, код безопасности (цифровой идентификатор ПО).

Копия примера окна идентификации приведена на рисунке 1.

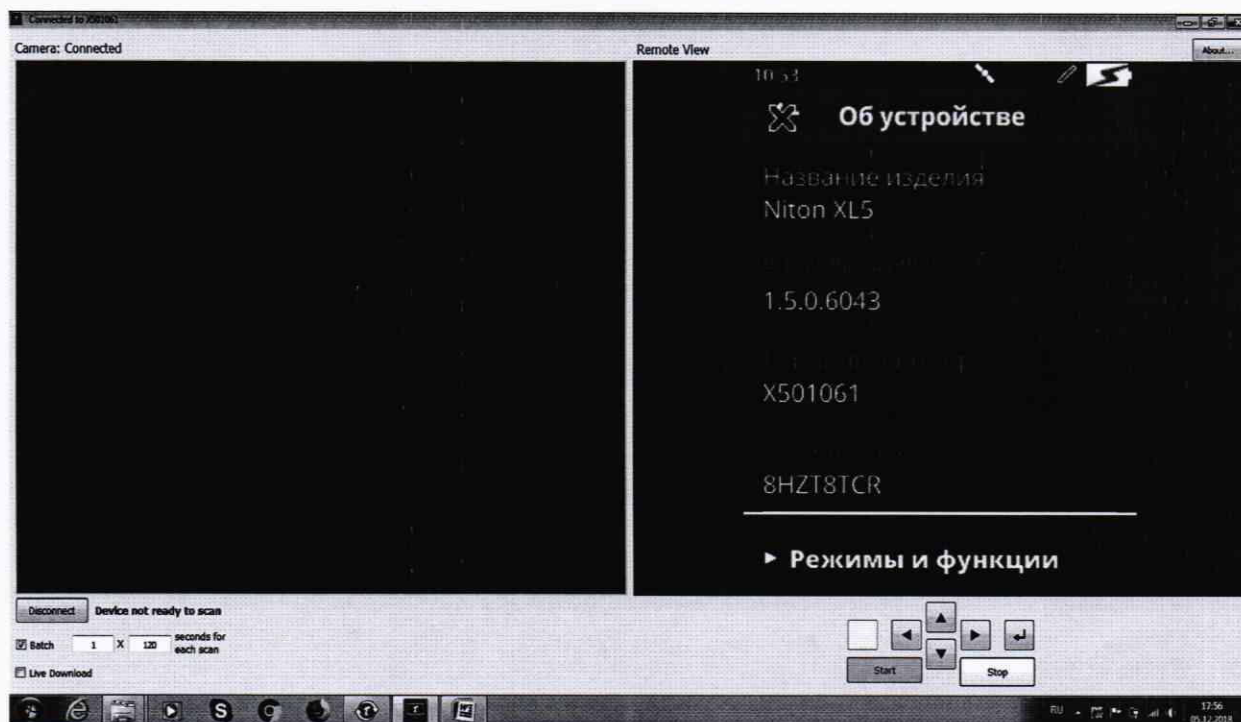


Рисунок 1. Окно с идентификационными данными ПО NITON XL5.

7.3.2. Спектрометр рентгенофлуоресцентный NITON XL5 считается выдержавшим поверку по п. 7.3, если версия ПО NITON XL5 не ниже 1.3.0.0000, полная версия ПО и код безопасности совпадают с указанными в паспорте наверяемый прибор.

7.4. Определение метрологических характеристик

7.4.1. Определение диапазона измерений массовых долей элементов.

7.4.1.1. В случае поверки спектрометра, настроенного для анализа металлов и сплавов (профиль General Metals), для проведения измерений по пункту 7.4.1 применяют ГСО 10504-2014, стандартные образцы состава сталей углеродистых и легированных; ГСО 6205-91/6209-91, стандартные образцы состава бронзы оловянной; ГСО 4308-88/4312-88, стандартные образцы состава сплавов медно-никелевых либо аналогичные.

В случае поверки спектрометра, настроенного для анализа рудных материалов (профиль Mining), для проведения измерений по пункту 7.4.1 применяют ГСО 1865-87П, стандартный образец руды железной, либо аналогичный.

7.4.1.2. Поверку спектрометров рентгенофлуоресцентных NITON XL5 осуществляются в режиме измерения массовых долей элементов в металлах и сплавах (профиль General Metals), либо рудных материалах (профиль Mining). Подготовить выбранные в соответствии с п. 7.4.1.1 настоящей МП стандартные образцы в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на спектрометр. Установить на спектрометре режимы измерения в соответствии с Руководством по эксплуатации и применяемым стандартным образцом.

7.4.1.3. При анализе металлов и сплавов (профиль General Metals) начало диапазона измерений массовых долей элементов контролируется по элементу с содержанием $0,010 \pm 0,009$ %; конец диапазона измерений массовых долей элементов контролируется по элементу с содержанием от 60,0 % до 99,9 %. При анализе рудных материалов (профиль Mining) начало диапазона измерений массовых долей элементов контролируется по элементу с содержанием $0,10 \pm 0,09$ %; конец диапазона измерений массовых долей элементов контролируется по элементу с содержанием от 30,0 % до 49,9 %.

В соответствии с руководством по эксплуатации выполнить определение массовых долей элементов в стандартных образцах, выбранных в соответствии с п. 7.4.1.1 и настоящего пункта.

Результаты измерения элементов отражаются на дисплее поверяемого прибора. При анализе рудных материалов следует предварительно вычислить массовые доли контролируемых элементов с учетом молярной массы элемента и формулы химического соединения (как правило оксида), содержание которого нормировано в паспорте на стандартный образец.

7.4.1.4. Спектрометр рентгенофлуоресцентных NITON XL5 считается выдержавшим поверку по п. 7.4.1, если, значение диапазона измерений массовых долей элементов при анализе металлов и сплавов (профиль General Metals) составляет от 0,01 % до 99,9 %; при анализе рудных материалов (профиль Mining) составляет от 0,1 % до 49,9 % и соответствует значениям, указанным в Паспорте на поверяемый экземпляр спектрометра.

7.4.2. Определение относительной погрешности спектрометра при измерении массовых долей элементов при анализе металлов, сплавов и рудных материалов на основе железа.

7.4.2.1. В случае поверки спектрометра, настроенного для анализа металлов и сплавов (профиль General Metals), для проведения измерений по пункту 7.4.2 применяют ГСО 10504-2014, стандартные образцы состава сталей углеродистых и легированных; ГСО 8876-2007, стандартные образцы состава сталей легированных; ГСО 8456-2003, стандартные образцы состава сталей легированных, либо аналогичные.

В случае поверки спектрометра, настроенного для анализа рудных материалов (профиль Mining), для проведения измерений по пункту 7.4.2 применяют ГСО 1865-87П, стандартный образец руды железной, либо аналогичный.

Выбрать из комплектов СО образцы, содержание в которых не менее чем одного элемента находится в диапазоне от 0,01 % до 0,1 % включ.; и не менее двух элементов находится в каждом из ниже указанных диапазонов: свыше 0,1 % до 1,0 % включ.; свыше 1,0 % до 99,9 %.

При анализе рудных материалов следует предварительно вычислить массовые доли контролируемых элементов с учетом молярной массы элемента и формулы химического соединения

(как правило оксида), содержание которого нормировано в паспорте на стандартный образец.

Подготовить выбранные стандартные образцы в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на спектрометр. Установить на спектрометре режимы измерения в соответствии с Руководством по эксплуатации и применяемым стандартным образцом.

7.4.2.2. Поверку спектрометров рентгенофлуоресцентных NITON XL5 осуществляются в режиме измерения массовых долей элементов в металлах и сплавах (профиль General Metals), либо рудных материалах (профиль Mining). В соответствии с руководством по эксплуатации выполнить определение массовых долей элементов в стандартных образцах, выбранных в соответствии с п. 7.4.2.1 настоящей МП. Рассчитать относительные погрешности измерений массовых долей элементов для всех элементов и образцов по формуле:

$$\delta = \frac{C - C_{ат}}{C_{ат}} \times 100, \% \quad (1)$$

где: С – результат измерения массовой доли элемента в образце, %;

$C_{ат}$ – значение массовой доли элемента в стандартном образце, приведенное в паспорте либо свидетельстве на стандартный образец (для металлов и сплавов), либо вычисленное с учетом молярной массы элемента и формулы химического соединения (как правило оксида), содержание которого нормировано в паспорте на стандартный образец (для рудных материалов), %.

7.4.2.3. Спектрометр рентгенофлуоресцентных NITON XL5 считается выдержавшим поверку по п. 7.4.2, если значения относительных погрешностей измерений массовых долей элементов (контрольные элементы выбираются в соответствии с п. 7.4.2.1 настоящей МП) не превышают следующих значений для соответствующих поддиапазонов измерений:

- в диапазоне массовых долей элементов от 0,01 % до 0,10 %	± 35 %
- в диапазоне массовых долей элементов св. 0,10 % до 1,0 %	± 20 %
- в диапазоне массовых долей элементов св. 1,0 % до 99,9 %	± 10 %

8. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТА ПОВЕРКИ.

8.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку.

8.2. Спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годными, и на него оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

8.3. Спектрометр, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на него выдается извещение о непригодности.

8.4. Знак поверки наносится на боковую панель спектрометра и (или) на свидетельство о поверке.