

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ  
«УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ»  
(ФГУП УНИИМ)

  
УТВЕРЖДАЮ  
Директор ФГУП «УНИИМ»  
С.В. Медведевских  
«20» 05 2016 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

**АНАЛИЗАТОРЫ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ  
ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННЫЕ С ПОЛЯРИЗОВАННЫМ  
РЕНТГЕНОВСКИМ ИЗЛУЧЕНИЕМ NEX CG**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

**МП 88-223-2010**

**(с изменением № 1)**

*з.р. 47425-11*

Екатеринбург  
2016

## Предисловие

### 1 РАЗРАБОТАНА

Федеральным государственным унитарным предприятием «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)

### 2 ИСПОЛНИТЕЛИ

Терентьев Г.И., зав. лабораторией ФГУП «УНИИМ»

### 3 ПОДГОТОВЛЕНА К УТВЕРЖДЕНИЮ

Лабораторией физических и химических методов метрологической аттестации стандартных образцов ФГУП «УНИИМ»

### 4 УТВЕРЖДЕНА

ФГУП «УНИИМ» 02 июня 2011 г.

Изменение №1 утверждено ФГУП «УНИИМ» 20 мая 2016 г.

### 5 ЗАРЕГИСТРИРОВАНА

ФГУП «УНИИМ»

2010 г.

### 6 ВВЕДЕНА ВПЕРВЫЕ

2011 г.

## Содержание

1 Область применения .....	1
2 Нормативные ссылки .....	1
3 Операции поверки .....	1
4 Средства поверки .....	2
5 Требования к квалификации поверителей .....	3
6 Требования безопасности .....	3
7 Условия поверки и подготовка к ней .....	3
8 Проведение поверки .....	4
9 Оформление результатов поверки .....	8
Приложение А (рекомендуемое). Форма протокола поверки .....	9

---

**Государственная система обеспечения единства измерений**  
**АНАЛИЗАТОРЫ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ**  
**ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННЫЕ С ПОЛЯРИЗОВАННЫМ**  
**РЕНТГЕНОВСКИМ ИЗЛУЧЕНИЕМ NEX CG**

**Методика поверки**

**МП 88-223-2010 (с изменением № 1)**

---

Дата введения 2016-05-

## **1 Область применения**

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы рентгенофлуоресцентные энергодисперсионные с поляризованным рентгеновским излучением NEX CG (далее – анализатор NEX CG) фирмы «Applied Rigaku Technologies, Inc.», США, предназначенные для измерения массовой доли элементов от натрия до урана в жидкостях (нефти и нефтепродуктах и др.), в твердых веществах (металлах, сплавах, порошках, пасте, цементе, глине, минералах, шламах и др.).

Методика устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок анализатора NEX CG.

Интервал между поверками – 2 года.

## **2 Нормативные ссылки**

В настоящей методике использованы ссылки на следующие нормативные документы и нормативные правовые акты РФ:

ГОСТ 8.315-97 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов

ГОСТ 8.395-80 ГСИ. Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования

ГОСТ 12.3.019-80 ССБТ. Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности

ГОСТ Р 8.563-2009 ГСИ. Методики (методы) измерений

ГОСТ Р 8.736-2011 ГСИ. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения

ОСПОРБ-99/2010 СП 2.6.1.2612-10 «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности. Санитарные правила и нормативы»

НРБ-99/2009 СанПиН 2.6.1.1015-01 «Нормы радиационной безопасности»

Приказ Минпромторга России № 1815 от 02 июля 2015 г. «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»

*(Измененная редакция, Изм. №1).*

## **3 Операции поверки**

3.1 При проведении поверки анализатора NEX CG выполняют операции, указанные в таблице 1.

3.2 При получении отрицательных результатов при проведении любой из операций, указанных в таблице 1, поверку прекращают и признают поверяемый анализатор NEX CG

несоответствующим установленным в описании типа метрологическим требованиям и непригодным к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений.

### 3.2 (Измененная редакция, Изм. №1).

Т а б л и ц а 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта НД по поверке	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр, проверка комплектности	8.1	Да	Да
Опробование	8.2	Да	Да
Проверка электрической прочности изоляции	8.2.2	Да	Нет
Проверка электрического сопротивления изоляции	8.2.2	Да	Нет
Проверка метрологических характеристик: - подтверждение диапазона измерений массовой доли элементов; - проверка среднего квадратического отклонения случайной составляющей относительной погрешности; - проверка относительной погрешности.	8.3		
	8.3.1	Да	Нет
	8.3.2	Да	Да
	8.3.3	Да	Да
Проверка нестабильности показаний за 6 ч непрерывной работы	8.4	Да	Нет

П р и м е ч а н и е – Периодическую поверку анализатора NEX CG, имеющего несколько диапазонов измерений массовой доли элементов, но используемого на меньшем числе диапазонов измерений, допускается проводить на меньшем числе диапазонов измерений на основании письменного заявления владельца средства измерений. Соответствующая запись должна быть сделана в свидетельстве о поверке.

*Таблица 1 (Измененная редакция, Изм. №1).*

*Примечание (Введено дополнительно, Изм. №1).*

## 4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют:

- стандартные образцы (СО) состава сталей легированных – ГСО 4506-92П÷4510-92П (комплект СО ЛГ32 - ЛГ36), рекомендуемый образец с индексом ЛГ32 (рекомендуемые элементы: Si, Cr, Ni, Cu, W, Mo), аттестованные значения массовой доли элементов от 0,019 % до 19,75 %, абсолютная погрешность аттестованных значений массовой доли элементов от 0,001 % до 0,04 % (при P=0,95);

- СО состава латуни оловянно-свинцовой ЛЦ25С2 (комплект М171) – ГСО 6319-92÷6323-92, рекомендуемый образец с индексами 1715 (рекомендуемые элементы: Pb, Sb, Al, Cu, Zn), аттестованные значения массовой доли элементов от 0,045 % до 72,5 %, абсолютная погрешность аттестованных значений массовой доли элементов от 0,005 % до 0,7 % (при P=0,95);

- СО состава никеля (комплект VSN2) – ГСО 8570-2004, рекомендуемый образец с индексом VSN2-1 (рекомендуемые элементы: Bi, Cd, Cu), аттестованные значения массовой доли элементов от 0,00046 % до 0,154 %, абсолютная погрешность аттестованных значений массовой доли элементов от 0,00006 % до 0,013 % (при P=0,95);

- СО состава натрия хлористого 1-го разряда – ГСО 4391-88, аттестованная характеристика – массовая доля NaCl – 99,988 %; абсолютная погрешность аттестованного значения 0,024 % (при P=0,95), массовая доля Na – 39,332 %, абсолютная погрешность аттестованного значения 0,024 % (при P=0,95);

- СО массовой доли серы в минеральном масле (комплект SMO10(HL)) – ГСО 8611-2004, аттестованные значения массовой доли серы от 0,1000 % до 5,000 %, границы относительной погрешности аттестованных значений  $\pm 2,0$  % (при P=0,95);

- СО массовой доли серы в минеральном масле (комплект SMO10) – ГСО 8610-2004, аттестованные значения массовой доли серы от 0,0005 % до 0,1000 %, границы относительной погрешности аттестованных значений  $\pm 3,0$  % (при P=0,95);

- мегаомметр М 4100/3, диапазон измерений от 0 до 100 МОм, класс точности 1;

- прибор для испытаний электрической прочности изоляции УПУ-10, выходное напряжение от 0,2 до 10 кВ, относительное отклонение от заданного значения напряжения  $\pm 4$  %;

- секундомер механический СОСпр-26-2-010, класс точности 2, емкость шкалы: секундной – 60 с, минутной – 60 мин, цена деления шкалы: секундной – 0,2 с, минутной – 1 мин.

**Примечания:**

1) Допускается применение других СО состава утвержденного типа с метрологическими характеристиками не хуже указанных, допущенные к применению в соответствии с требованиями ГОСТ 8.315 и соответствующие области применения анализатора NEX CG, а также средств измерений и оборудования по метрологическим и техническим характеристикам не уступающим выше приведенным;

2) Перечень применяемых СО состава для периодической поверки анализатора NEX CG может быть ограничен агрегатным состоянием веществ и материалов, анализируемых на поверяемом анализаторе NEX CG, на основании письменного заявления владельца средства измерений.

4.2 Для проведения периодической поверки анализатора NEX CG могут быть использованы стандартизованные или аттестованные в соответствии с ГОСТ Р 8.563 методики измерений, отвечающие области применения анализатора NEX CG, например:

ГОСТ Р 50442-92 Нефть и нефтепродукты. Рентгенофлуоресцентный метод определения серы;

ГОСТ 28033-89 Сталь. Метод рентгенофлуоресцентного анализа;

ГОСТ 30609-98 Латуни литейные. Метод рентгенофлуоресцентного анализа;

ГОСТ 30608-98 Бронзы оловянные. Метод рентгенофлуоресцентного анализа;

ГОСТ Р 51947-2002 Нефть и нефтепродукты. Определение серы методом энергодисперсионной рентгенофлуоресцентной спектроскопии.

В данном случае, периодическую поверку анализатора NEX CG проводят в соответствии с разделом «Контроль точности» используемых методик.

**Примечание** – При отсутствии стандартизованных или аттестованных в соответствии с ГОСТ Р 8.563 методик измерений проверку относительной погрешности измерений массовой доли элементов проводят согласно 8.3.3.

*(Измененная редакция, Изм. №1).*

## **5 Требования к квалификации поверителей**

К поверке допускаются лица, имеющие среднее или высшее образование, опыт поверки рентгенофлуоресцентных анализаторов (спектрометров) или физико-химических средств измерений, изучившие настоящую методику поверки, «Руководство по эксплуатации» и правила техники безопасности при работе с анализатором NEX CG.



## 6 Требования безопасности

При проведении поверки анализатора NEX CG соблюдают требования безопасности электрических испытаний и измерений согласно ГОСТ 12.3.019-80, по охране труда при эксплуатации электроустановок согласно Приказа Минтруда России № 328н от 24.07.2013, а также требования «Основных санитарных правил обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99/2010)» и «Норм радиационной безопасности (НРБ-99/2009)».

## 7 Условия поверки и подготовка к ней

7.1 При проведении поверки анализатора NEX CG соблюдают нормальные условия измерений по ГОСТ 8.395:

- температура окружающей среды, °С 23±5;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106;
- относительная влажность воздуха, %, не более 60.

**7.1 (Измененная редакция, Изм. №1).**

7.2 Перед проведением поверки проводят подготовку анализатора NEX CG к работе в соответствии с «Руководством по эксплуатации».

## 8 Проведение поверки

### 8.1 Внешний осмотр, проверка комплектности

При внешнем осмотре анализатора NEX CG должно быть установлено:

- соответствие комплектности (без запасных частей) поверяемого анализатора NEX CG требованиям, установленным в эксплуатационной документации (ЭД);
- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность;
- исправность органов управления.

### 8.2 Опробование

8.2.1 Процедура опробования включает в себя проверку работоспособности поверяемого анализатора NEX CG по 8.2.1.1 и проверку идентификационных данных его программного обеспечения по 8.2.1.2.

8.2.1.1 Проверку работоспособности анализатора NEX CG проводят в соответствии с «Руководством по эксплуатации». Включают анализатора NEX CG как указано в «Руководстве по эксплуатации». Проверяют, что все режимы работы, а также параметры, соответствующие заданному режиму, высвечиваются на мониторе управляющего персонального компьютера анализатора NEX CG. Выбор необходимого режима измерений, а также выполнение команд, производят в соответствии «Руководством по эксплуатации».

8.2.1.2 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (ПО) поверяемого анализатора NEX CG.

Проверку идентификационных данных ПО проводят при включении поверяемого анализатора NEX CG путем запуска программы RPF-SQX с рабочего стола управляющего компьютера при помощи ярлыка программы RPF-SQX и вывода на монитор управляющего компьютера анализатора NEX CG идентификационного наименования и номера версии ПО. Идентификационное наименование и номер версии ПО поверяемого анализатора NEX CG должны соответствовать данным, приведенным в описании типа анализаторов рентгенофлуоресцентных энергодисперсионных с поляризованным рентгеновским излучением NEX CG (регистрационный № 47425-11).

Цифровой идентификатор ПО поверяемого анализатора NEX CG проверяют с помощью программы MD5Hasher (программа находится в свободном доступе на сайте <http://freesoft.ru>). Для этого установочный файл EDXL.exe программы RPF-SQX открывают через окно «Обзор» программы MD5Hasher. Вычисленный цифровой идентификатор ПО поверяемого анализатора NEX CG должен соответствовать указанному в описании типа анализаторов рентгенофлуоресцентных энергодисперсионных с поляризованным рентгеновским излучением NEX CG (регистрационный № 47425-11).

Идентификационные данные ПО анализатора NEX CG согласно описанию типа:

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	RPF-SQX
Номер версии (идентификационный номер) ПО	2.62
Цифровой идентификатор ПО	15AEDCF9CF198A64A1FB43D3AB58544C
Другие идентификационные данные	установочный файл EDXL.exe

### **8.2.1 (Измененная редакция, Изм. №1).**

8.2.2 Проверку безопасности работы с анализатором NEX CG как с электроустановкой, проводят в следующей последовательности.

#### **8.2.2.1 Проверка электрической прочности изоляции**

Требования к изоляции распространяются на электрические цепи, доступ к которым возможен без вскрытия (демонтажа) средства измерений, т.е. на первичные электрические цепи.

Электрическую прочность изоляции первичных электрических цепей анализатора NEX проверяют при первичной поверке приложением синусоидального напряжения от прибора для испытаний электрической прочности изоляции УПУ-10, указанного в разделе 4, между заземленными деталями анализатора NEX CG и проводом испытываемой цепи в течение 1 мин, испытательное напряжение – не менее 1,5 кВ.

Испытательное напряжение прикладывают к замкнутым между собой контактам сетевой вилки и контакту заземления анализатора NEX CG. При этом электрическое питание анализатора NEX CG должно быть отключено. Сетевые предохранители должны быть вынуты.

Подачу испытательного напряжения проводят со значения, не превышающего рабочего напряжения, равного 220 В.

Повышение и понижение испытательного напряжения следует проводить плавно со скоростью, допускающей возможность снятия показаний, но не более 100 В/с. Изоляцию первичных электрических цепей анализатора NEX CG выдерживают под действием испытательного напряжения в течение 1 мин. Затем напряжение плавно снижают до нуля.

Считают, что анализатор NEX CG выдержал поверку по 8.2.2.1, если электрического пробоя изоляции не произошло.

#### **8.2.2.2 Проверка электрического сопротивления изоляции**

Проверку сопротивления изоляции первичных электрических цепей анализатора NEX CG проводят мегомметром, указанным в разделе 4, при напряжении 500 В. Испытательное напряжение прикладывают к каждому контакту вилки сетевого питания и контакту заземления анализатора NEX CG. При этом электрическое питание анализатора NEX CG должно быть отключено, сетевые предохранители должны быть вынуты. Измерение сопротивления проводят через 1 мин после приложения испытательного напряжения.

Считают, что анализатор NEX CG выдержал поверку по 8.2.2.2, если сопротивление изоляции не менее 20 МОм.

### **8.2.2 (Измененная редакция, Изм. №1).**



### 8.3 Определение метрологических характеристик

#### 8.3.1 Подтверждение диапазона измерений массовой доли элементов

Подтверждение диапазона измерений массовой доли элементов проводят при первичной поверке в ходе проведения поверки по 8.3.2 и 8.3.3 настоящей методики, используя СО состава, указанные в разделе 4, с аттестованными значениями массовых долей элементов, перекрывающими диапазон измерений массовой доли элементов, указанный в технической или эксплуатационной документации на анализатор NEX CG. Устанавливают факт измерения массовых долей элементов в каждом выделенном диапазоне измерений в пределах нормированных значений погрешности измерений, указанных в 8.3.3.

**8.3.1 (Измененная редакция, Изм. №1).**

#### 8.3.2 Проверка среднего квадратического отклонения случайной составляющей относительной погрешности

8.3.2.1 Проверку относительной погрешности измерений массовой доли элементов и ее составляющих выполняют, используя СО состава, перечисленные в разделе «Средства поверки» и соответствующие области применения анализатора NEX CG с массовыми долями элементов, перекрывающими диапазон измерений анализатора NEX CG, выбирая в СО состава элементы из начала, середины и конца диапазона определяемых на анализаторе NEX CG элементов.

8.3.2.2 При проведении поверки поверяемого анализатора NEX CG во всем диапазоне измерений проверку относительной погрешности измерений массовой доли элементов и ее составляющих выполняют в каждом выделенном диапазоне измерений. При периодической поверке анализатора NEX CG проверку относительной погрешности измерений массовой доли элементов и ее составляющих допускается проводить на меньшем числе диапазонов измерений на основании письменного заявления владельца средства измерений.

8.3.3.3 Включают анализатор NEX CG и устанавливают режимы работы анализатора согласно эксплуатационной документации. Оператор в одинаковых для лаборатории условиях выполняет на анализаторе NEX CG десятикратные измерения ( $n=10$ ) массовой доли исследуемого элемента в  $j$ -ом СО состава с повторной установкой образца.

По результатам  $n$  измерений массовой доли  $l$ -го элемента в  $j$ -ом СО состава рассчитывают среднее квадратическое отклонение (СКО) результата измерений по формуле

$$S_{lj} = \sqrt{\frac{1}{n \cdot (n-1)} \sum_{i=1}^n (y_{ilj} - \bar{y}_{lj})^2}, \quad (1)$$

где

$$\bar{y}_{lj} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_{ilj}, \quad (2)$$

где  $y_{ilj}$  -  $i$ -ое измеренное значение массовой доли  $l$ -го элемента в  $j$ -ом образце, %;

$\bar{y}_{lj}$  - среднее арифметическое значение массовой доли  $l$ -го элемента в  $j$ -ом образце, %.

За оценку случайной составляющей погрешности измерений массовой доли  $l$ -го элемента в  $j$ -ом СО состава в абсолютной форме принимают значение, полученное по формуле (1), за значение в относительной форме принимают относительное СКО случайной составляющей погрешности -  $S_{r lj}$ , определяемое по формуле

$$S_{rij} = \frac{S_{ij}}{y_{ij}} \cdot 100\%. \quad (3)$$

Считают, что анализатор NEX CG выдержал поверку по 8.3.2, если рассчитанные по формуле (3) значения  $S_{rij}$  не превышают значений допустимого предела СКО случайной составляющей относительной погрешности, нормированного в технической документации на анализаторы NEX CG и указанного в таблице 2 для конкретного диапазона измерений, либо, в случае использования стандартизованной или аттестованной методики измерений, должны быть меньше или равны приписанным значениям показателя точности (СКО повторяемости) используемой методики измерений, выраженного в относительной форме.

Т а б л и ц а 2 – Нормированные значения СКО

Наименование характеристики	Значение характеристики
Предел допустимого СКО случайной составляющей относительной погрешности, %, в диапазоне измерений:	
- от 0,0001 % до 0,100 % включ.	15
- св. 0,1 % до 1,0 % включ.	9,0
- св. 1,0 % до 10,0 % включ.	1,0
- св. 10,0 % до 100,0 % включ.	0,3

### 8.3.2 (Измененная редакция, Изм. №1).

#### 8.3.3 Проверка относительной погрешности

Для проверки относительной погрешности измерений массовой доли элементов проводят оценку систематической составляющей погрешности измерений. Рекомендуемые для измерений СО состава и определяемые элементы указаны в разделе 4.

Для оценки систематической составляющей погрешности измерений массовой доли элементов в абсолютной форме вычисляют модули разности между  $i$ -ым измеренным значением массовой доли  $l$ -го аттестованного элемента в  $j$ -ом СО состава –  $y_{ij}$ , и его значением, приведенным в паспорте на СО состава –  $y_{ATTj}$ :

$$\Delta_{cij}(CO) = |y_{ij} - y_{ATTj}|. \quad (4)$$

Рассчитывают среднее значение

$$\Delta_{cj}(CO) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta_{cij}(CO). \quad (5)$$

За оценку систематической составляющей абсолютной погрешности измерений массовой доли  $l$ -го элемента в  $j$ -ом СО состава с учетом погрешности аттестованного значения стандартного образца –  $\Delta_{COlj}$ , принимают значение, рассчитываемое по формуле

$$\Delta_{clj} = \pm (|\Delta_{cj}(CO)| + |\Delta_{COlj}|). \quad (6)$$

Оценку систематической составляющей относительной погрешности измерений массовой доли 1-го элемента в j-ом СО состава определяют по формуле

$$\delta_{clj} = \frac{\Delta_{clj}}{y_{lj}} \cdot 100\%. \quad (7)$$

Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов на анализаторе NEX CG проводят расчетным путем согласно ГОСТ Р 8.736-2011 в следующей последовательности.

Абсолютную погрешность измерений массовой доли 1-го элемента в j-ом СО состава вычисляют по формуле

$$\Delta_{lj} = \pm k_{lj} \cdot S_{\Sigma lj}, \quad (8)$$

где  $k_{lj}$  – коэффициент, зависящий от соотношения случайной и систематической составляющих погрешности;

$S_{\Sigma lj}$  – оценка суммарного СКО результата измерения.

Суммарное среднее квадратическое отклонение  $S_{\Sigma lj}$  оценки измеряемой величины вычисляют по формуле

$$S_{\Sigma lj} = \sqrt{(S_{lj})^2 + \frac{\Delta_{clj}^2}{3}}. \quad (9)$$

Коэффициент  $k_{lj}$  вычисляют по формуле

$$k_{lj} = \frac{t \cdot S_{lj} + \Delta_{clj}}{S_{lj} + \sqrt{\frac{\Delta_{clj}^2}{3}}}, \quad (10)$$

где  $t$  – коэффициент Стьюдента, который при доверительной вероятности  $P = 0,95$  в зависимости от числа измерений  $n$  находят по таблице, приведенной в ГОСТ Р 8.736-2011, ( $t(n=10; P=0,95)=2,262$ ).

Оценку относительной погрешности измерений массовой доли 1-го элемента в j-ом СО состава –  $\delta_{lj}$ , определяют по формуле

$$\delta_{lj} = \frac{\Delta_{lj}}{y_{lj}} \cdot 100\%. \quad (11)$$

Считают, что анализатора NEX CG выдержал поверку по 8.3.3, если полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли элементов не превышают допустимых пределов, нормированных в технической документации на анализаторы NEX CG для конкретного диапазона измерений и указанных в таблице 3.

**П р и м е ч а н и е** – При наличии стандартизованной или аттестованной в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563-2009 методики измерений, сравнивают полученные значения относительного СКО случайной составляющей погрешности –  $S_{rlj}$ ,

относительной систематической составляющей погрешности –  $\delta_{c_{ij}}$ , и относительной погрешности измерений массовой доли 1-го элемента –  $\delta_{ij}$ , с показателями точности, указанными в стандартизованной или аттестованной методике измерений для 1-го элемента в соответствующем поддиапазоне измерений. Для признания анализатора NEX CG выдержавшим поверку значения  $S_{r_{ij}}$ ,  $\delta_{c_{ij}}$  и  $\delta_{ij}$  должны быть меньше или равны приписанных значений показателей точности методики измерений, выраженных в относительной форме.

Т а б л и ц а 3 – Нормированные значения погрешности

Наименование характеристики	Значение характеристики
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовых долей элементов, %, в диапазоне измерений:	
- от 0,0001 % до 0,100 % включ.	±30
- св. 0,1 % до 1,0 % включ.	±18
- св. 1,0 % до 10,0 % включ.	±9,0
- св. 10,0 % до 100,0 % включ.	±4,5

### 8.3.3 (Измененная редакция, Изм. №1).

## 8.4 Проверка нестабильности показаний за 6 ч непрерывной работы

8.4.1 Проверку нестабильности показаний анализатора NEX CG за 6 ч непрерывной работы выполняют на одном СО состава из указанных в разделе 4 и по одному элементу, аттестованному в СО состава со значением массовой доли определяемого элемента от 1,0 % до 20 %, например: образец с индексом ЛГ32 из комплекта ГСО 4506-92П÷4510-92П, рекомендуемый элемент – Ni.

Проверку нестабильности показаний анализатора NEX CG за 6 ч непрерывной работы выполняют в следующей последовательности:

- на выбранном стандартном образце выполняют  $n$  ( $n \geq 5$ ) последовательных измерений массовой доли элемента в образце  $Y_i$  (с повторной установкой образца);
- по полученным значениям  $Y_i$  рассчитывают среднее арифметическое значение массовой доли элемента в  $j$ -ой серии измерений

$$Y_j = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n y_{ij}; \quad (12)$$

- такие измерения повторяют каждый час в течение 6 ч (выполняют  $k$  серий измерений), оставляя неизменными режим и условия работы анализатора NEX CG;

- нестабильность показаний анализатора NEX CG (в процентах) за 6 ч непрерывной работы определяют по формуле

$$G = \frac{1}{Y} \sqrt{\sum_{k=1}^k (Y_{jk} - Y)^2 / (k-1)} \cdot 100\%, \quad (13)$$

где  $Y = \frac{1}{k} \sum_{k=1}^k Y_{jk}$ ,  $k$  – число серий измерений в течение 6 ч.

8.4.2 Считают, что анализатор NEX CG выдержал поверку по 8.4, если полученное значение нестабильности показаний  $G$ , %, за 6 ч непрерывной работы не превышает 2,0 %.

### 8.4 (Измененная редакция, Изм. №1).

## 9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты поверки заносят в протокол поверки, форма которого приведена в рекомендуемом приложении А. Протокол поверки хранят до следующей поверки.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют свидетельством о поверке в соответствии с «Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», утвержденным Приказом Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015 г.

9.3 В случае отрицательных результатов поверки анализатор NEX CG признают несоответствующим установленным в описании типа метрологическим требованиям и непригодным к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, свидетельство о предыдущей поверке аннулируют и выписывают извещение о непригодности с указанием причин непригодности.

*9.2, 9.3 (Измененная редакция, Изм. №1).*

/ Зав. лабораторией ФГУП «УНИИМ»



Г.И. Терентьев

**ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ**

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № \_\_\_\_\_  
от «\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ г.

Наименование и тип средства измерений \_\_\_\_\_  
Принадлежит \_\_\_\_\_  
Дата выпуска, зав. № \_\_\_\_\_  
Изготовитель \_\_\_\_\_

Средства поверки: \_\_\_\_\_

Наименование и шифр методики измерений (при наличии) \_\_\_\_\_

Проверка проведена в соответствии с документом МП 88-223-2011 «ГСИ. Анализаторы рентгенофлуоресцентные энергодисперсионные с поляризованным рентгеновским излучением NEX CG. Методика поверки» с изменением № 1, утвержденным ФГУП «УНИИМ» в 2016 г.

Условия поверки:

- температура окружающей среды, °С \_\_\_\_\_
- атмосферное давление, кПа \_\_\_\_\_
- относительная влажность воздуха, % \_\_\_\_\_

**РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ**

А.1 Внешний осмотр \_\_\_\_\_

А.2 Опробование \_\_\_\_\_

А.2.1 Номер версии и цифровой идентификатор ПО анализатора NEX CG соответствуют (не соответствуют) заявленным в таблице 2.

Проверка по 8.2.1 проведена с положительным (отрицательным) результатом.

А.2.2 Проверка электрической прочности изоляции \_\_\_\_\_

Проверка по 8.2.2.1 проведена с положительным (отрицательным) результатом.

Проверка электрического сопротивления изоляции \_\_\_\_\_

Проверка по 8.2.2.2 проведена с положительным (отрицательным) результатом.

А.3 Определение метрологических характеристик

А.3.1 Подтверждение диапазона измерений массовой доли элементов

Диапазон измерений массовой доли элементов соответствует (не соответствует) заявленному.

Проверка по 8.3.1 проведена с положительным (отрицательным) результатом.



А.3.2 Проверка среднего квадратического отклонения случайной составляющей относительной погрешности.

А.3.3 Проверка относительной погрешности

Результаты измерений массовых долей элементов в СО состава и результаты оценки характеристик погрешности измерений массовой доли элементов в соответствии с 8.3.2 и 8.3.3 настоящей методики приведены в таблице А.1.

Т а б л и ц а А.1

Номер (индекс) ГСО			
Элемент и аттестованное значение элемента в ГСО			
	Результаты измерения массовой доли элемента в ГСО, %		
1			
2			
...			
n=10			
Среднее значение, $\bar{y}_{ij}$ , %			
СКО результата измерений, $S_{ij}$ , %			
СКО случ. составл. относительной погрешности, $S_{rij}$ , %			
<i>Нормированное значение СКО случайной составляющей относительной погрешности, %</i>			
Систематическая составляющая относительной погрешности, $\delta_{cij}$ , %			
Коэффициент $k_{ij}$			
Суммарное СКО результата измерений, $S_{\Sigma ij}$ , %			
Относительная погрешность результата измерений, $\delta_{ij}$ , %			
<i>Нормированное значение относительной погрешности, %</i>			

Относительная погрешность измерений массовой доли элементов, СКО случайной составляющей относительной погрешности не превышают (превышают) нормированные значения.

Проверка по 8.3.2, 8.3.3 проведена с положительным (отрицательным) результатом.

А.4 Проверка нестабильности показаний за 6 ч непрерывной работы

Результаты определения нестабильности показаний за 6 ч непрерывной работы приведены в таблице А.2.

Т а б л и ц а А.2

Номер (индекс) ГСО	ГСО 4506-92П (ЛГ32)						
Элемент	Ni						
Время, час	9:00	10:00	11:00	12:00	13:00	14:00	15:00
	Массовая доля элемента, %						
№ измерения	1						
	2						
	3						
	4						
	5						
Среднее значение							
Общее среднее							
Нестабильность, G, %							

Нестабильность показаний анализатора NEX CG за 6 ч непрерывной работы не превышает (превышает) 2,0 %.

Проверка по 8.4 проведена с положительным (отрицательным) результатом.

**Заключение:**

Анализатор NEX CG зав. № \_\_\_\_\_ признан соответствующим (несоответствующим) установленным в описании типа метрологическим требованиям и пригодным (непригодным) к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений.

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности) № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_.  
Срок действия свидетельства до \_\_\_\_\_.

Поверитель \_\_\_\_\_

(подпись)

(Ф. И. О.)

Организация, проводившая поверку \_\_\_\_\_.

**Приложение А (Измененная редакция, Изм. №1).**