

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ» (ФГУП УНИИМ))
ФЕДЕРАЛЬНОГО АГЕНТСТВА ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»



С.В. Медведевских

2019 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

**АНАЛИЗАТОРЫ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ
ЦИФРОВЫЕ ПРОМЫШЛЕННЫЕ ПРАМ-1Ц**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

**МП 53-223-2014
(с изменением № 1)**

Екатеринбург
2019

Предисловие

1 РАЗРАБОТАНА

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП УНИИМ))

2 ИСПОЛНИТЕЛИ

Терентьев Г.И., Ким Н.А.

3 ПОДГОТОВЛЕНА К УТВЕРЖДЕНИЮ

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

4 УТВЕРЖДЕНА

ФГУП «УНИИМ»

11.11.2014 г.

Изменение № 1 утверждено ФГУП «УНИИМ» 17.04.2019 г.

5 ЗАРЕГИСТРИРОВАНА

ФГУП «УНИИМ»

2014 г.

6 ВЗАМЕН МП 53-223-2014 от 11.01.2014 г.

Содержание

| | |
|---|----|
| 1 Область применения | 1 |
| 2 Нормативные ссылки | 1 |
| 3 Операции поверки | 2 |
| 4 Средства поверки..... | 2 |
| 5 Требования безопасности | 3 |
| 6 Требования квалификации поверителей..... | 3 |
| 7 Условия поверки и подготовка к ней | 3 |
| 8 Проведение поверки..... | 3 |
| 9 Оформление результатов поверки | 9 |
| Приложение А (рекомендуемое). Форма протокола поверки | 10 |

Государственная система обеспечения единства измерений
АНАЛИЗАТОРЫ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ ЦИФРОВЫЕ
ПРОМЫШЛЕННЫЕ ПРАМ-1Ц
Методика поверки
МП 53-223-2014 (с изменением № 1)

Дата введения 2019-04-

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы рентгенофлуоресцентные цифровые промышленные ПРАМ-1Ц (далее по тексту – анализаторы ПРАМ-1Ц), предназначенные для измерения массовой доли химических элементов от алюминия до урана в твердых и порошкообразных материалах (в рудах и технологических продуктах их переработки) в лабораторных и цеховых условиях.

Методика устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок анализаторов ПРАМ-1Ц.

Интервал между поверками – один год.

Периодическую поверку анализаторов ПРАМ-1Ц, имеющих несколько поддиапазонов измерений массовой доли элементов, но используемых на меньшем числе поддиапазонов измерений, допускается проводить на меньшем числе поддиапазонов измерений на основании письменного заявления владельца средства измерений. Соответствующая запись должна быть сделана в свидетельстве о поверке.

Раздел 1 (Измененная редакция, Изм. № 1)

2 Нормативные ссылки

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

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

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

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

СанПиН 2.6.1.2523-09 «Нормы радиационной безопасности» (НРБ-99/2009)

Приказ Минпромторга России от 02 июля 2015 г. № 1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» (с учетом Приказа Минпромторга РФ от 28 декабря 2018 г. № 5329 «О внесении изменений в приказ Минпромторга РФ от 2 июля 2015 г. № 1815»)

Приказ Министерства труда и социальной защиты РФ от 24 июля 2013 г. № 328н «Об утверждении правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

П р и м е ч а н и е – При использовании настоящим документом целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при использовании настоящим документом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

Раздел 2 (Измененная редакция, Изм. № 1)

3 Операции поверки

3.1 При проведении поверки анализаторов ПРАМ-1Ц выполняют операции, указанные в таблице 1.

3.2 При получении отрицательных результатов при проведении любой из операций, указанной в таблице 1, поверку прекращают и признают поверяемый анализатор ПРАМ-1Ц непригодным к применению.

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 | 8.1 | Да | Да |
| Опробование | 8.5 | Да | Да |
| Проверка порога обнаружения элементов | 8.6 | Да | Да |
| Проверка СКО случайной составляющей основной относительной погрешности измерений массовой доли элементов | 8.7 | Да | Да |
| Проверка основной относительной погрешности измерений массовой доли элементов | 8.8 | Да | Да |
| Подтверждение диапазона измерений массовой доли элементов и диапазона определяемых элементов | 8.9 | Да | Нет |

Таблица 1 (Измененная редакция, Изм. № 1)

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки анализаторов ПРАМ-1Ц применяют следующие средства поверки:

4.1.1 Стандартные образцы (СО) массовой доли элемента в твердой основе: КО-100, КО-83, КО-91 – ГСО 10020-2011 (Ti), ГСО 10017-2011 (Co), ГСО 10018-2011 (Pb) с массовой долей элементов 1,0 %, границы относительной погрешности аттестованного значения ± 5 %.

4.1.2 Фоновый образец на основе борной кислоты (КО-163) – ГСО 10022-2011, массовая доля борной кислоты 99,83 %, границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 0,10$ %.

4.1.3 СО состава латуни оловянно-свинцовой ЛЦ25С2 (комплект М171) – ГСО 6319-92/6323-92, образцы с индексами 1711, 1713 (рекомендуемые элементы: Cu, Pb, Si, Zn, Mn), абсолютная погрешность аттестованных значений массовых долей элементов от 0,006 % до 0,7 %.

4.1.1 - 4.1.3 (Измененная редакция, Изм. № 1)

4.1.4 - 4.1.9 (Исключены, Изм. № 1)

4.1.10 Термогигрометр ИВА-6А-КП-Д (рег. № 46434-11), диапазон измерений относительной влажности (0-98) %, ПГ ± 2 %; диапазон измерений температуры (0-60) °С, ПГ $\pm 0,3$ °С; диапазон измерений атмосферного давления (70-110) кПа, ПГ $\pm 0,25$ кПа.

4.1.10 (Введен дополнительно, Изм. № 1)

П р и м е ч а н и е – Допускается применение других СО состава, утвержденных в соответствии с требованиями ГОСТ 8.315, соответствующих области применения анализатора ПРАМ-1Ц и предназначенных для градуировки, поверки и контроля погрешности измерений рентгенофлуоресцентных анализаторов (спектрометров), а также средств измерений с метрологи-

ческими характеристиками, обеспечивающими необходимую точность измерений. Выбор СО состава для поверки анализатора ПРАМ-1Ц при проверке основной относительной погрешности измерений массовой доли элементов и ее составляющих может быть ограничен областью применения и видом веществ и материалов, анализируемых на поверяемом анализаторе ПРАМ-1Ц, на основании письменного заявления владельца средства измерений.

Примечание (Измененная редакция, Изм. № 1)

4.2 (Исключен, Изм. № 1)

5 Требования безопасности

При проведении поверки анализаторов ПРАМ-1Ц соблюдают требования безопасности электрических испытаний и измерений согласно ГОСТ 12.3.019, требования Приказа Министерства труда и социальной защиты РФ от 24 июля 2013 г. № 328н «Об утверждении правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», СП 2.6.1.2612-10 «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99/2010)», СанПиН 2.6.1.2523-09 «Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009)», а также указания, изложенные в «Руководстве по эксплуатации» поверяемого анализатора ПРАМ-1Ц.

Раздел 5 (Измененная редакция, Изм. № 1)

6 Требования к квалификации поверителей

К поверке анализаторов ПРАМ-1Ц допускаются специалисты, имеющие высшее или среднее профессиональное образование и опыт работы с рентгенофлуоресцентными спектрометрами (анализаторами), вторую квалификационную группу по электробезопасности (до 1000 В), изучившие «Руководство по эксплуатации» поверяемого средства измерений и работающие в организации, аккредитованной на право поверки средств измерений физико-химического состава и свойств веществ.

Раздел 6 (Измененная редакция, Изм. № 1)

7 Условия поверки и подготовка к ней

7.1 При проведении поверки анализаторов ПРАМ-1Ц соблюдают нормальные условия измерений по ГОСТ 8.395:

- | | |
|--|---------------|
| - температура окружающей среды, °С | 20±5; |
| - относительная влажность воздуха, %, не более | 60; |
| - атмосферное давление, кПа | от 84 до 106. |

7.1 (Измененная редакция, Изм. № 1)

7.2 Перед проведением поверки проверяют наличие эксплуатационной документации (ЭД) на анализаторы ПРАМ-1Ц («Руководство по эксплуатации», «Руководство пользователя программного обеспечения», «Паспорт»), проводят подготовку поверяемого анализатора ПРАМ-1Ц к работе в соответствии с «Руководством по эксплуатации».

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре поверяемого анализатора ПРАМ-1Ц устанавливают:

- соответствие комплектности (без запасных частей) и внешнего вида требованиям «Руководства по эксплуатации»;
- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора;
- наличие маркировки и четких надписей на основных блоках анализатора;

- исправность органов управления анализатора.

При обнаружении какого-либо несоответствия поверку не проводят.

8.2 (Исключен, Изм. № 1)

8.3 Исключен, Изм. № 1)

8.4 Исключен, Изм. № 1)

8.5 Опробование

Процедура опробования включает в себя проверку работоспособности (п. 8.5.1) и проверку идентификационных данных программного обеспечения (п. 8.5.2) поверяемого анализатора ПРАМ-1Ц.

8.5.1 Включают анализатор ПРАМ -1Ц как указано в «Руководстве по эксплуатации». Проверяют, что все режимы работы, а также параметры, соответствующие заданному режиму, высвечиваются на мониторе управляющего компьютера анализатора ПРАМ-1Ц. Выбор необходимого режима измерений, а также выполнение команд, производят в соответствии «Руководством по эксплуатации» и «Руководством пользователя ПО».

8.5.2 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (ПО) поверяемого анализатора ПРАМ-1Ц.

Проверку идентификационных данных программного обеспечения (ПО) проводят при включении поверяемого анализатора ПРАМ-1Ц путем запуска программы RFA_DP4.exe с



рабочего стола управляющего компьютера при помощи ярлыка RFA_DP4_v2.1.exe и вывода на монитор управляющего компьютера анализатора ПРАМ-1Ц идентификационного наименования и номера версии ПО. Идентификационное наименование и номер версии ПО поверяемого анализатора ПРАМ-1Ц должны соответствовать данным, приведенным в таблице 2. Цифровой идентификатор ПО поверяемого анализатора ПРАМ-1Ц проверяют с помощью программы MD5summer (программа находится в свободном доступе на сайте <http://freesoft.ru>). Для этого установочную папку программы RFA_DP4.exe открывают через окно «Обзор» программы MD5summer. Вычисленный цифровой идентификатор ПО должен соответствовать указанному в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 – Идентификационные данные ПО анализатора ПРАМ-1Ц

| Идентификационное наименование программного обеспечения | Номер версии (идентификационный номер программного обеспечения) | Цифровой идентификатор программного обеспечения (контрольная сумма исполняемого кода) | Алгоритм вычисления цифрового идентификатора программного обеспечения |
|---|---|---|---|
| RFA_DP4.exe | V 2.1 | 20e240dfc590594c c1772d9235ec8c7e | MD5summer |

8.6 Проверка порога обнаружения элементов

Проверку порога обнаружения элементов проводят путем измерения набора импульсов от СО состава утвержденного типа, содержащим элементы Са, Си и Рb или близкие к ним по атомному номеру элементы с массовой долей элемента ≤ 1 %. СО состава не должны содержать других элементов, линии характеристического излучения которых накладываются на линии анализируемых элементов.

Порог обнаружения определяют при помощи стандартных образцов по 4.1.1 и фоновому образцу по 4.1.2, в котором отсутствует определяемый элемент, в следующей последовательности:

- измеряют число импульсов N_{Ci} от стандартного образца (число измерений $n \geq 10$) и рассчитывают среднее значение числа импульсов по формуле

$$\bar{N}_C = \sum_{i=1}^n N_{Ci} ; \quad (8.1)$$

- измеряют число импульсов $N_{\phi i}$ в том же канале от фонового образца, не содержащего определяемого элемента, и вычисляют среднее значение числа импульсов по формуле

$$\bar{N}_\phi = \sum_{i=1}^n N_{\phi i} . \quad (8.2)$$

Порог обнаружения элементов рассчитывают по формуле

$$\varepsilon = 3 \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\bar{N}_\phi - N_{\phi i})^2}{n-1}} \cdot \frac{1}{\xi}, \quad (8.3)$$

где ξ - чувствительность анализатора ПРАМ-1Ц, определяемая по формуле

$$\xi = \frac{\bar{N}_C - \bar{N}_\phi}{C}, \quad (8.4)$$

где C – массовая доля определяемого элемента, %.

Считают, что анализатор ПРАМ-1Ц выдержал поверку по 8.6, если полученные значения порога обнаружения химических элементов не превышают 0,01 %.

8.7 Проверка СКО случайной составляющей основной относительной погрешности измерений массовой доли элементов

Проверку СКО случайной составляющей основной относительной погрешности измерений массовой доли элементов анализатора ПРАМ-1Ц проводят с помощью СО состава утвержденного типа (ГСО), указанных в 4.1.3. Используют не менее двух СО состава в зависимости от назначения анализатора ПРАМ-1Ц с массовыми долями определяемых элементов, перекрывающими весь диапазон измерений анализатора ПРАМ-1Ц.

Примечание – При периодической поверке анализатора ПРАМ-1Ц допускается проведение поверки по 8.7 по одному СО состава, выбранному согласно области применения анализатора ПРАМ-1Ц.

Примечание (Введено дополнительно, Изм. № 1)

Проверку СКО случайной составляющей основной относительной погрешности измерений массовой доли элементов проводят по 3-5 элементам из аттестованных в СО состава, с содержанием определяемых элементов в начале, середине и конце диапазона измерений анализатора ПРАМ-1Ц (не менее чем по одному элементу из каждого выделенного в технической документации поддиапазона измерений), выбирая элементы из начала, середины и конца диапазона определяемых (детектируемых) анализатором ПРАМ-1Ц элементов, например:

- оловянно-свинцовой ЛЦ25С2 (комплект М171) – ГСО 6319-92/6323-92, образцы с индексами 1711, 1713, рекомендуемые для измерений элементы: Cu, Pb, Si, Zn, Mn.

При определении массовых долей элементов в СО состава используют прикладную программу обработки результатов измерений ПО анализатора ПРАМ-1Ц, реализующую теоретические уравнения, связывающие интенсивность аналитического сигнала от элемента и его содержание в веществе.

В соответствии с «Руководством по эксплуатации» в одинаковых для лаборатории условиях выполняют на анализаторе ПРАМ-1Ц 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 массовой доли l -го элемента в j -ом СО состава по формуле (8.5)

$$S_{lj} = \sqrt{\frac{1}{n \cdot (n-1)} \sum_{i=1}^n (y_{ilj} - \bar{y}_{lj})^2}, \quad (8.5)$$

где

$$\bar{y}_{lj} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_{ilj}, \quad (8.6)$$

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 основной относительной погрешности измерений массовой доли l -го элемента в j -ом СО состава принимают относительное СКО случайной составляющей основной погрешности – S_{rlj} , определяемое по формуле

$$S_{rlj} = \frac{S_{lj}}{y_{lj}} \cdot 100\%. \quad (8.7)$$

Считают, что анализатор ПРАМ-1Ц выдержал поверку по 8.7, если рассчитанные по формуле (8.7) значения S_{rlj} не превышают допустимого предела, нормированного в технической документации на анализаторы ПРАМ-1Ц, т.е. 1,0 %.

8.7 (Измененная редакция, Изм. № 1)

8.8 Проверка основной относительной погрешности измерений массовой доли элементов

Проверку основной относительной погрешности измерений массовой доли элементов анализатора ПРАМ-1Ц проводят с помощью СО состава утвержденного типа (ГСО), указанных в 4.1.3. Используют не менее двух СО состава в зависимости от назначения анализатора ПРАМ-1Ц с массовыми долями определяемых элементов, перекрывающими весь диапазон измерений анализатора ПРАМ-1Ц.

П р и м е ч а н и е – При периодической поверке анализатора ПРАМ-1Ц допускается проведение поверки по 8.8 по одному СО состава, выбранному согласно области применения анализатора ПРАМ-1Ц.

Примечание (Введено дополнительно, Изм. № 1)

Проверку основной относительной погрешности измерений массовой доли элементов проводят по 3-5 элементам из аттестованных в СО состава, с содержанием определяемых элементов в начале, середине и конце диапазона измерений анализатора ПРАМ-1Ц (не менее чем по одному элементу из каждого выделенного в технической документации поддиапазона измерений), выбирая элементы из начала, середины и конца диапазона определяемых

(детектируемых) анализатором ПРАМ-1Ц элементов. Рекомендуемые для измерений СО состава и определяемые элементы указаны в 8.7.

При определении массовых долей элементов в СО состава используют прикладную программу обработки результатов измерений ПО анализатора ПРАМ-1Ц, реализующую теоретические уравнения, связывающие интенсивность аналитического сигнала от элемента и его содержание в веществе.

Для определения основной относительной погрешности измерений массовой доли элементов на анализаторе ПРАМ-1Ц оценивают случайную и систематическую составляющие основной относительной погрешности измерений массовой доли 1-го элемента в j-ом СО состава.

Для этого в соответствии с «Руководством по эксплуатации» в одинаковых для лаборатории условиях выполняют на поверяемом анализаторе ПРАМ-1Ц десятикратные измерения (n=10) массовой доли 1-го исследуемого элемента в j-ом СО состава с повторной установкой образца.

Проводят оценку случайной составляющей основной относительной погрешности измерений массовой доли 1-го элемента в j-ом СО состава согласно 8.7.

Для оценки систематической составляющей основной относительной погрешности измерений массовой доли элементов вычисляют модули разности между i-ым измеренным значением массовой доли 1-го аттестованного элемента в j-ом СО состава – y_{ij} , и его значением, приведенным в паспорте СО состава – y_{Amij} :

$$\Delta_{cij}(CO) = |y_{ij} - y_{Amij}|. \quad (8.8)$$

По полученным разностям определяют среднее значение

$$\Delta_{cj}(CO) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta_{cij}(CO). \quad (8.9)$$

За оценку систематической составляющей основной абсолютной погрешности измерений массовой доли 1-го элемента в j-ом СО состава с учетом погрешности аттестованного значения 1-го элемента j-ого стандартного образца Δ_{COj} , принимают значение, рассчитываемое по формуле (8.10)

$$\Delta_{cj} = \pm (|\Delta_{cj}(CO)| + |\Delta_{COj}|). \quad (8.10)$$

Формула (8.10) (Измененная редакция, Изм. № 1)

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

$$\delta_{cj} = \frac{\Delta_{cj}}{y_{ATj}} \cdot 100\%, \quad (8.11)$$

где y_{ATj} – аттестованное значение массовой доли 1-го элемента в j-ом СО состава, указанное в паспорте СО, %.

Формула (8.11) (Измененная редакция, Изм. № 1)

Определение основной относительной погрешности измерений массовой доли элементов проводят расчетным путем согласно ГОСТ Р 8.736-2011.

Основную относительную погрешность измерений массовой доли l-го элемента в j-ом СО состава вычисляют по формуле

$$\delta_{lj} = \pm K_{lj} \cdot S_{\Sigma lj}, \quad (8.12)$$

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

$$S_{\Sigma lj} = \sqrt{(S_{r lj})^2 + \frac{\delta_{clj}^2}{3}}. \quad (8.13)$$

Коэффициент K_{lj} вычисляют по формуле

$$K_{lj} = \frac{t \cdot S_{r lj} + \delta_{clj}}{S_{r lj} + \sqrt{\frac{\delta_{clj}^2}{3}}}, \quad (8.14)$$

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, ($t(n=10; P=0,95)=2,262$).

Считают, что анализатор ПРАМ-1Ц выдержал поверку 8.8, если полученные значения основной относительной погрешности измерений массовой доли элементов не превышают допустимых пределов, нормированных в технической документации на анализаторы ПРАМ-1Ц для конкретного поддиапазона измерений и указанных в таблице 3.

Примечание (Исключено, Изм. № 1)

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

| Наименование характеристики | Значение характеристики |
|---|-------------------------|
| Пределы допускаемой основной относительной погрешности измерений массовых долей элементов, %, в поддиапазоне измерений: | |
| - от 0,1 до 10,0 % включ. | ±20 |
| - св. 10,0 « 50,0 % « | ±15 |
| - « 50,0 « 70,0 % « | ±5,0 |

8.8 (Измененная редакция, Изм. № 1)

8.9 Подтверждение диапазона измерений массовой доли элементов и диапазона определяемых элементов

Подтверждение диапазона измерений массовой доли элементов проводят в ходе проведения первичной поверки по 8.8, используя СО состава по 4.1.3 с аттестованными значениями массовых долей элементов, совпадающими или перекрывающими диапазон измерений массовой доли, указанный в технической и эксплуатационной документации на анализаторы ПРАМ-1Ц. Устанавливают факт измерения массовых долей элементов в начале,

середине и конце заявленного диапазона измерений в пределах нормированных значений погрешности измерений.

Диапазон определяемых элементов установлен в технической и эксплуатационной документации на анализаторы ПРАМ-1Ц и распространяется на элементы от алюминия до урана. Диапазон определяемых элементов подтверждают в ходе проведения первичной поверки по 8.8 с помощью СО состава по 4.1.3, содержащим алюминий и элементы, близкие по атомному номеру к урану, не менее чем по пяти элементам из начала, середины и конца заявленного диапазона определяемых элементов (выбирают 1-2 элемента из каждого поддиапазона). Устанавливают факт измерения массовых долей этих элементов и воспроизведения аттестованных значений массовых долей элементов, указанных в паспорте СО состава в пределах нормированных значений погрешности измерений.

8.9 (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. (с учетом Приказа Минпромторга РФ от 28 декабря 2018 г. № 5329 «О внесении изменений в приказ Минпромторга РФ от 2 июля 2015 г. № 1815»).

9.2 (Измененная редакция, Изм. № 1)

9.3 В случае отрицательных результатов поверки анализатор ПРАМ-1Ц признают непригодным к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и выписывают извещение о непригодности с указанием причин непригодности.

9.3 (Измененная редакция, Изм. № 1)

Зав. лабораторией ФГУП «УНИИМ»

А.В. Собина

Ведущий инженер ФГУП «УНИИМ»

Н.А. Ким

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № _____
от « ____ » _____ 20__ г.

Наименование и тип СИ _____

Принадлежит _____

Дата выпуска, зав. № _____

Изготовитель _____

Регистрационный номер в ФИФ ОЕИ: _____

Проверка проведена в соответствии с документом МП 53-223-2014 с изменением № 1 «ГСИ. Анализаторы рентгенофлуоресцентные цифровые промышленные ПРАМ-1Ц. Методика поверки»

Средства поверки _____

Условия поверки:

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

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

А.1 Внешний осмотр _____

А.2 Опробование _____

Номер версии и цифровой идентификатор ПО анализатора ПРАМ-1Ц соответствуют (не соответствуют) заявленным в таблице 2.

Проверка по 8.5 настоящей методики проведена с положительным (отрицательным) результатом.

А.3 Проверка порога обнаружения элементов

Результаты проверки порога обнаружения элементов в соответствии с 8.6 методики поверки, приведены в таблице А.1.

Т а б л и ц а А.1

| Номер ГСО (элемент) | ГСО 10020-2011 (Ti) | | ГСО 10017-2011 (Co) | | ГСО 10018-2011 (Pb) | |
|-----------------------------|------------------------|-----|------------------------|-----|------------------------|-----|
| | пик | фон | пик | фон | пик | фон |
| 1 | | | | | | |
| 2 | | | | | | |
| 3 | | | | | | |
| 4 | | | | | | |
| 5 | | | | | | |
| 6 | | | | | | |
| 7 | | | | | | |
| 8 | | | | | | |
| 9 | | | | | | |
| 10 | | | | | | |
| Среднее значение (пик) | | | | | | |
| Среднее значение (фон) | | | | | | |
| Чувствительность прибора, % | | | | | | |
| Порог обнаружения, % | | | | | | |

Порог обнаружения химических элементов не превышает (превышает) 0,01 %.
 Проверка по 8.6 проведена с положительным (отрицательным) результатом.

А.4 Проверка СКО случайной составляющей основной относительной погрешности измерений массовой доли элементов

А.5 Проверка основной относительной погрешности измерений массовой доли элементов

Результаты измерений массовой доли элементов в ГСО состава и результаты оценки характеристик погрешности измерений массовой доли элементов в соответствии с 8.7 и 8.8 методики поверки, приведены в таблице А.2.

Т а б л и ц а А.2

| 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. основной отн. погрешности, S_{rj} , % | | | |
| Нормированное значение СКО случайной составляющей основной отн. погрешности, % | | | |
| Систематическая составляющая основной относительной погрешности, δ_{Cij} , % | | | |

Окончание таблицы А.2

| | | | |
|---|--|--|--|
| Коэффициент k_{lj} | | | |
| Суммарное СКО результата измерений, $S_{\Sigma lj}$, % | | | |
| Основная отн. погрешность результата измерений, δ_{lj} , % | | | |
| <i>Нормированное значение основной отн. погрешности, %</i> | | | |

Основная относительная погрешность измерений массовой доли определяемых элементов, СКО случайной составляющей основной относительной погрешности не превышают (превышают) нормированные значения.

Проверка по 8.7, 8.8 проведена с положительным (отрицательным) результатом.

А.6 Подтверждение диапазона измерений массовой доли элементов и диапазона определяемых элементов

Только при первичной поверке:

Определяемые элементы и диапазон измерений массовой доли элементов на анализаторе ПРАМ-1Ц соответствуют (не соответствуют) установленным в технической и эксплуатационной документации.

Проверка по 8.9 проведена с положительным (отрицательным) результатом.

Заключение:

Анализатор ПРАМ-1Ц годен (не годен) к применению.

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)