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. 20.08. 2018 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Спектрометры рентгенофлуоресцентные Lab-X5000

Методика поверки

МП-242-2267-2018

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

_____ А.В.Колобова

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

_____ М.А.Мешалкин

г. Санкт-Петербург
2018 г.

Настоящая методика распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные Lab-X5000 (далее спектрометры) и устанавливает методы и средства их первичной поверки при вводе в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в табл.1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта	Проведение операции при поверке	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	6.1	Да	Да
Опробование	6.2	Да	Да
Проверка соответствия ПО	6.3	Да	Да
Определение метрологических характеристик	6.4	Да	Да

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки используются следующие средства поверки

2.2.1. Стандартные образцы массовой доли серы в минеральном масле с диапазоном аттестованных значений:

- от 0,0005 до 0,0006 %, имеющие относительную погрешность аттестации не более ±20 % (например указанные в таблице 2);

-от 0,002 до 0,003 %, от 0,015 до 0,030 %, от 0,150 до 0,300 %, от 0,400 до 0,600 %, от 1,900 до 2,100 %, от 4,500 до 5,000 %, имеющие относительную погрешность аттестации не более ±5,0 % (например указанные в таблице 2).

Таблица 2 – Стандартные образцы массовой доли серы в минеральном масле

№ п/п	Аттестованная характеристика СО	Аттестованное значение СО, %	Границы относительной погрешности аттестованного значения СО при P=0,95, %	Номер ГСО (Индекс СО)
1.	Массовая доля серы	0,0005	±2,5	ГСО11028-2018 (СНН01-ЭК)
2.	Массовая доля серы	0,0025	±2,5	ГСО 11029-2018 (СНН02-50-ЭК)
3.	Массовая доля серы	0,02	±2,5	ГСО 11030-2018 (СНН02-200-ЭК)
4.	Массовая доля серы	0,05	±2,5	ГСО 11031-2018 (СНН02-500-ЭК)
5.	Массовая доля серы	0,2	±2,5	ГСО 8494-2003 (СН-0,200-ЭК)
6.	Массовая доля серы	2,0	±2,0	ГСО 8496-2003 (СН-2,000-ЭК)
7.	Массовая доля серы	5,000	±2,0	ГСО 8179-2002 (СН-5,000-ЭК)

2.2.2. Термогигрометр электронный утвержденного типа, зарегистрированный в Федеральном информационном фонде по ОЕИ (диапазон измерений отн. влажности от 10 до 100 %; абсл. погрешность не более 3,0 %; диапазон измерений температуры от +10 до +40 °С; абсл. погрешность не более 0,5 °С).
2.2.3. Барометр-анероид М-110 или аналогичный.
2.2.4. Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых спектрометров с требуемой точностью.
2.2.5. Средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке, а стандартные образцы массовой доли серы в минеральном масле – действующие паспорта установленного образца.
2.2.6. Допускается периодическая поверка спектрометра в ограниченном (более узком) рабочем диапазоне измерений, который используется владельцем спектрометра. В этом случае для поверки используются два стандартных образца, массовая доля серы в которых находится внутри рабочего диапазона измерений.

3. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие Руководство по эксплуатации спектрометра (далее — РЭ) и методику поверки и имеющие удостоверение поверителя. Для снятия данных при поверке допускается участие сервис-инженера фирмы-изготовителя или его авторизованного представителя или оператора, обслуживающего спектрометр (под контролем поверителя).

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают следующие условия:
- температура окружающего воздуха от +15 до +25 °С;
- относительная влажность воздуха не более 80 %;
- атмосферное давление от 84 до 106 кПа.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Установка и подготовка спектрометра к работе осуществляется в соответствии с эксплуатационной документацией.
5.2.Перед проведением поверки спектрометр следует прогреть не менее 30 минут.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр.
При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:
- наличие Руководства по эксплуатации;
- соответствие маркировки спектрометра технической документации на него;
- отсутствие внешних повреждений и загрязнений, влияющих на работоспособность спектрометра;
-четкость всех надписей;
- исправность органов управления, настройки и коррекции.

Спектрометр считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям

6.2 Опробование

6.2.1. Опробование осуществляется в автоматическом режиме после включения питания спектрометра. Спектрометр считается прошедшим опробование, если после включения питания он проходит все внутренние тесты и на дисплее не появляются сообщения об ошибках.

6.3. Проверка соответствия программного обеспечения
6.3.1.Проверка соответствия ПО заключается в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

6.3.1.1. Вывод номера версии на экран прибора осуществляется путем выполнения следующих действий:

- смахнуть текущий экран вниз до появления экрана с меню ПО;
- последовательно выполнить следующие команды «Установки» ⇒ «О программе»⇒ «Версии».

Копия экрана с окном «Версии» показана на рисунке 1.

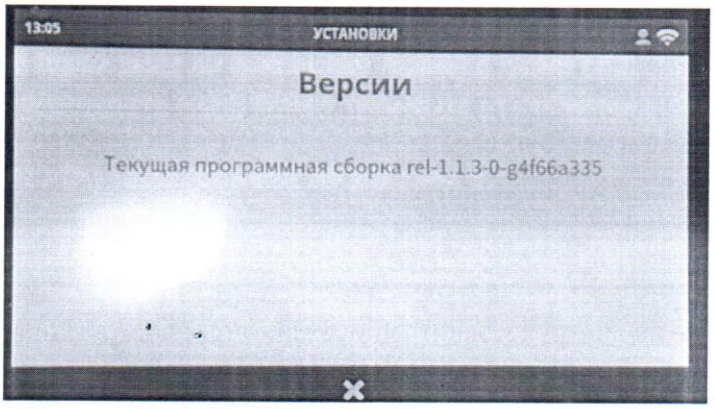

Рис.1 Окно с номером версии ПО

6.3.1.2. Спектрометр считается выдержавшим проверку по п. 6.3, если номер версии ПО не ниже 1.1.3-. (после третей цифры номера версии через тире допускается наличие буквенных или цифровых суффиксов)

6.4. Определение метрологических характеристик

6.4.1. Определение относительной погрешности и диапазона измерений спектрометра проводится с помощью стандартных образцов указанных в таблице 2.

6.4.2. Количество стандартных образцов, по которым проводится поверка, может быть изменено[1], если спектрометр используется в ограниченном (более узком) диапазоне измерений, чем указано в технической документации на него[2].

6.4.3. Определение относительной погрешности и диапазона измерений спектрометра

6.4.3.1. Провести по два измерения массовой доли серы в каждом стандартном образце, указанным в таблице 2. Для каждого измерения используются разные кюветы

6.4.3.2. Вычислить значение относительной погрешности спектрометра для каждого стандартного образца, по формуле (1).

$$\delta_{ij} = \frac{C_{ij} - C_{пасп}}{C_{пасп}} \times 100, \ \% \qquad (1)$$

где: C_{ij}- результат i-го измерения массовой доли серы в j-ом образце.

$C_{пасп}$- массовая доля серы, указанная в паспорте на стандартный образец.

6.4.3.3 Спектрометр считается выдержавшим проверку по п. 6.4.1, если ни одно из значений относительной погрешности, полученное в п.6.4.3.2 (в зависимости от использованного стандартного образца) не превышает значений, указанных в таблице 4.

---

[1] В этом случае используются стандартные образцы, массовая доля серы в которых лежит внутри используемого диапазона измерений.

[2] Рабочий диапазон измерений должен быть утвержден Руководителем предприятия, на котором эксплуатируется спектрометр.

Таблица 4 - Предельное допускаемое значение относительной погрешности спектрометра

Относительная погрешность, %	Номер ГСО (индекс СО)	Предельное допускаемое значение относительной погрешности, %
- в диапазоне массовых долей от 0,0005 до 0,001 % включ.	11028-2018 (СНН01-ЭК)	± 60
- в диапазоне массовых долей св. 0,001 до 0,01 % включ.	11029-2018 (СНН02-50-ЭК)	± 35
- в диапазоне массовых долей св. 0,01 до 0,1 % включ.	11030-2018 (СНН02-200-ЭК) ГСО 11031-2018 (СНН02-500-ЭК)	± 15
- в диапазоне массовых долей св. 0,1 до 1,0 % включ.	8494-2003 (СН-0,200-ЭК)	± 6
- в диапазоне массовых долей св. 1,0 до 5,0 %	8496-2003 (СН-2,000-ЭК) 8179-2002 (СН-5,000-ЭК)	± 4

6.4.3.4. В том случае, если поверка проводится при выполнении условий, указанных в п.6.4.2, то спектрометр считается выдержавшим поверку, если его погрешность при измерении массовой доли серы в использованных стандартных образцах не превышает предельного допускаемого значения погрешности для диапазона измерений, в который попадают использованные стандартные образцы (таблица 4, столбец 1).

6.4.4. Определение относительного СКО случайной составляющей погрешности

6.4.4.1. Относительное СКО случайной составляющей погрешности определяют, используя результаты измерения массовой доли серы с помощью стандартного образца указанного в таблице 2 (№ п/п – 4).

6.4.4.2. Относительное СКО случайной составляющей погрешности рассчитывают по формуле (2).

$$S_C = \frac{100\%}{\overline{C}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (C_i - \overline{C})^2}{n-1}} \qquad (2)$$

где: $\overline{C}$ - среднеарифметическое значение измерений массовой доли серы

C_i – результат i-го измерения;

6.4.4.3. Полученное значение относительного СКО случайной составляющей погрешности не должно превышать 0,5 %.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в виде протокола.

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

На оборотной стороне свидетельства приводится следующая информация:

-результаты опробования и внешнего осмотра;

-результат проверки соответствия ПО;

- результаты определения метрологических характеристик;

7.3. Спектрометры, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на них выдается извещение о непригодности.

7.4. Знак поверки наносится на лицевую панель спектрометра и (или) на свидетельство о поверке.