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

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

М.п. _____ К.В.Гоголинский
20.04.2017 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Спектрометры рентгенофлуоресцентные моделей X-Supreme 8000 и X-Supreme 8000 ULS

Методика поверки

МП-242-2107-2017

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

_____ А.В.Колобова

Старший научный сотрудник

_____ М.А. Мешалкин

Санкт-Петербург
2017

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные моделей X-Supreme 8000 и X-Supreme 8000 ULS (далее по тексту – спектрометры), изготавливаемые фирмой «Oxford Instruments (Shanghai) Co. Ltd», Китай и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввода 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 быть выполнены следующие операции:

Таблица 1 – Операции поверки

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			периодическая поверка	первичная поверка
1.	Внешний осмотр	6.1	да	да
2.	Опробование	6.2	да	да
3.	Проверка соответствия ПО	6.3	да	да
4.	Определение метрологических характеристик	6.4	да	да

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

1. Стандартный образец состава цинка ГСО 8743-2006 (индекс VSZ1-4).
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).
3. Барометр-анероид М-110 или аналогичный.

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

Все средства должны иметь действующие свидетельства о поверке, а ГСО – действующий паспорт.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации на спектрометры.

3.2. К проведению измерений при поверке допускаются лица, изучившие методику поверки прибора и руководство по эксплуатации прибора и имеющие удостоверение поверителя. Для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие операторов, обслуживающих прибор (под контролем поверителя).

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

диапазон температуры окружающей среды	(20 ± 5) °С;
диапазон атмосферного давления	от 84 до 106,7 кПа;
диапазон относительной влажности воздуха	не более 80 %;
напряжение питания	(220^{+22}_{-33}) В;
частота питания переменного тока	(50 ± 1) Гц.

Напряжение линии питания должно быть устойчивым и свободным от скачков.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

Прогреть спектрометр не менее двух часов.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. **Внешний осмотр**

При проведении внешнего осмотра проверяют:

- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности прибора технической документации;
- надежность крепления соединительных элементов.

6.2. **Опробование**

6.2.1. Опробование спектрометра происходит в автоматическом режиме.

6.2.2. Включить питание спектрометра. После включения питания запускается автоматическое тестирование. Спектрометр считается прошедшим опробование, если после окончания тестирования на дисплее появляется главное окно программного обеспечения и нет сообщений об ошибках.

6.3. **Проверка соответствия ПО**

Проверка соответствия ПО заключается в проверке номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Номер версии ПО указан в главном окне программы. Копия экрана с окном приведена на рисунке 1.

Рисунок 1- Окно с версией ПО

Спектрометр считается выдержавшим поверку по п. 6.3, если версия ПО не ниже 2.0.

6.4. **Определение метрологических характеристик**

6.4.1. Определение чувствительности.

Определение чувствительности проводится с помощью стандартного образца состава цинка (индекс VSZ1-4) на линии Zn Ka.

6.4.1.1. Снять турель и установить в измерительную позицию стандартный образец (как показано на рис. 2).

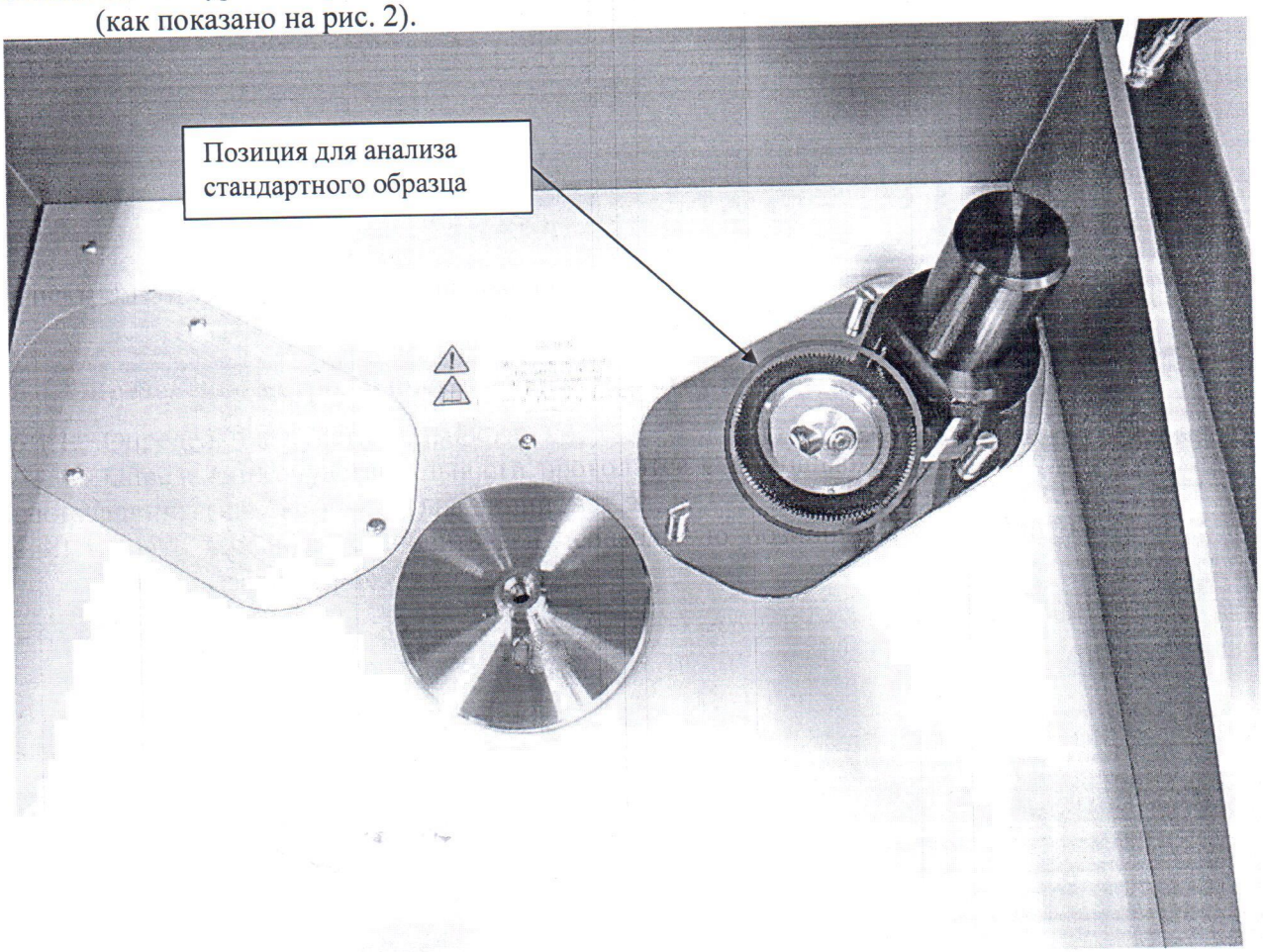


Рисунок 2 - Позиция для анализа стандартного образца.

6.4.1.2. Войти в программное обеспечение с использованием имени пользователя и пароля менеджера (по умолчанию имя пользователя: Manager, пароль: manager), перейти в раздел «Редактор полиинтенсивностей» (Главное меню > Другие функции (F12) > вкладка «Диагностика» > Редактор полиинтенсивностей (F8)),

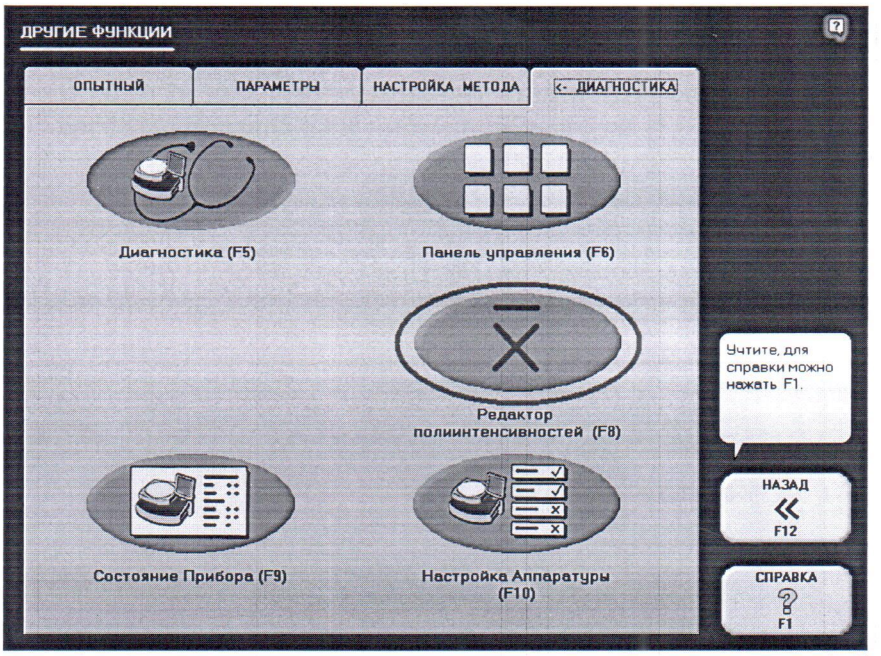


Рисунок 3-Переход к пункту «Редактор полиинтенсивностей (F8)»

Далее выбрать пакет «generic», выбрать тип «User Defined Test», проверить соответствие заданных условий табличным (табличные условия показаны на рис. 4), в случае необходимости создать:

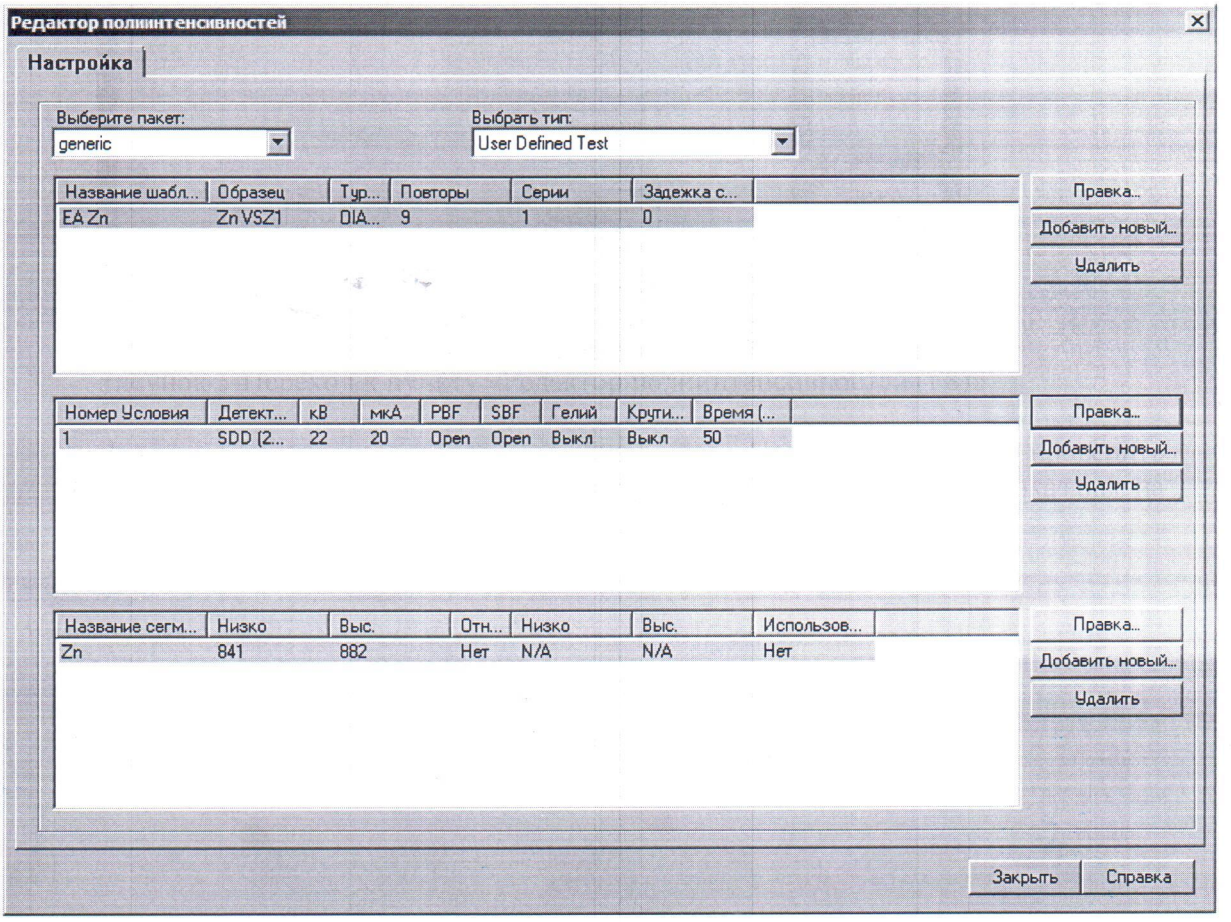


Рисунок 4- Табличные условия измерений

Для создания условий измерений требуется выполнить следующее:

- В области «Название шаблона» нажать «Добавить новый», заполнить поля согласно приведенному ниже примеру (рис. 5).

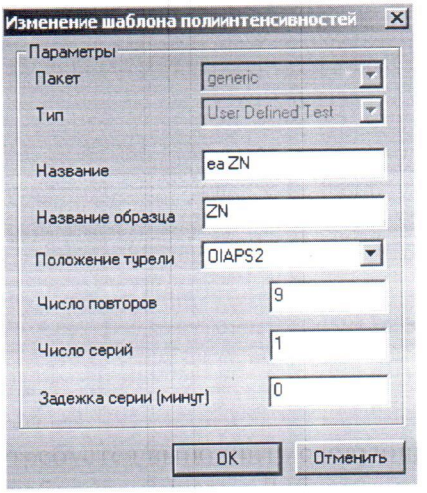


Рисунок 5- Изменение шаблона.

- В области «Номер условия» нажать «Добавить новый», заполнить поля согласно приведенному ниже примеру (рис. 6).

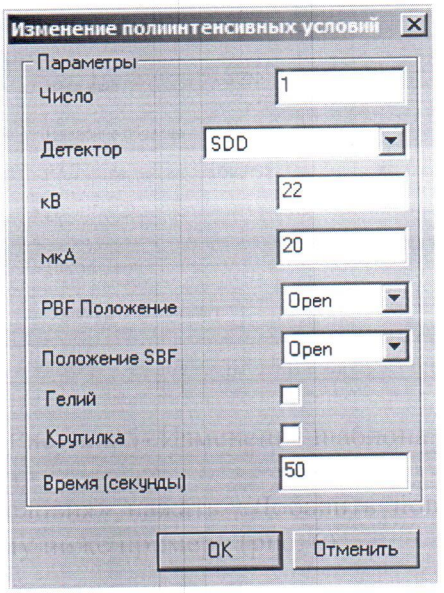


Рисунок 6 -Изменение условий.

Для спектрометров, произведенных с 2016-го года, параметр «Детектор» имеет значение «SDD (2016)».

- В области «Название сегмента» нажать «Добавить новый», заполнить поля согласно приведенному ниже примеру (рис. 7).

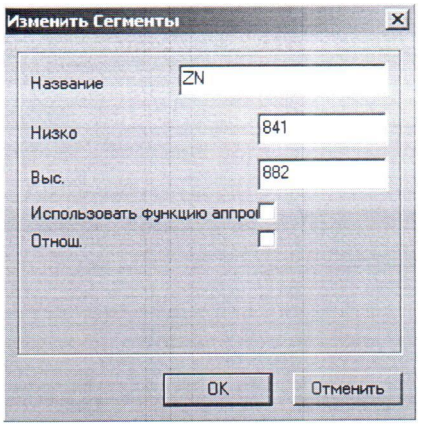


Рисунок 7- Изменение сегментов.

6.4.1.3. Нажать кнопку «Закрыть». Перейти в пункт «Диагностика (F5)» для проведения измерений.

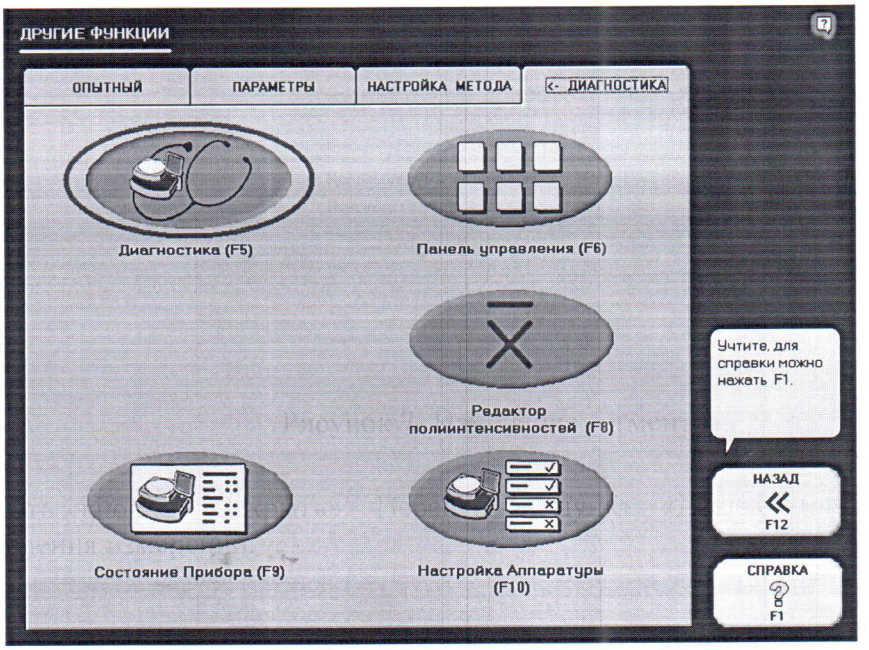


Рисунок 8 - Переход к пункту «Диагностика (F5)»

6.4.1.4. В открывшемся окне в списке слева выбрать «Полиинтенсивность (Пользователя) > ea ZN и запустить измерения нажатием кнопки «Измерить» (рис. 9)

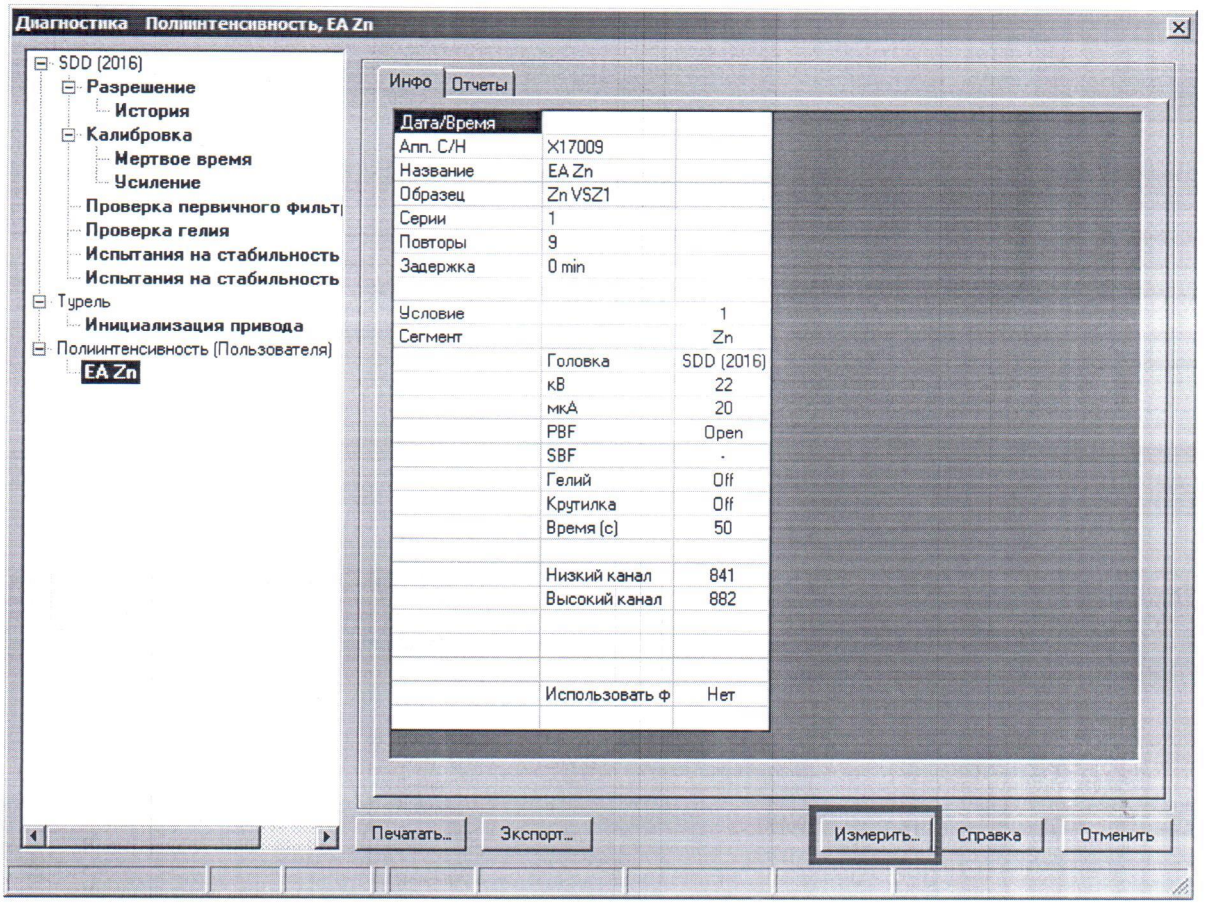
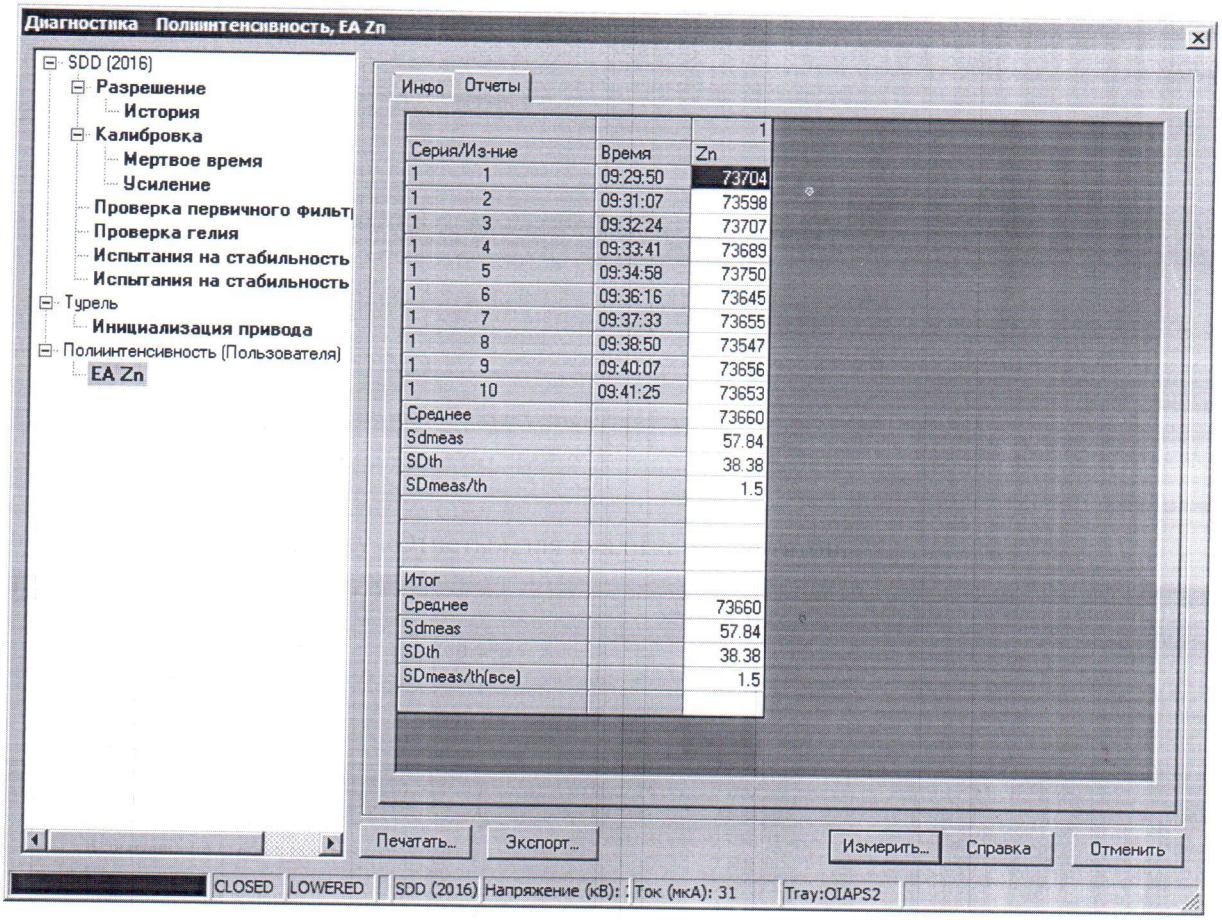


Рисунок 9 - Запуск измерений

6.4.1.5. Перейти во вкладку «Отчеты» для анализа результатов.



			1
Серия/Из-ние		Время	Zn
1	1	09:29:50	73704
1	2	09:31:07	73598
1	3	09:32:24	73707
1	4	09:33:41	73689
1	5	09:34:58	73750
1	6	09:36:16	73645
1	7	09:37:33	73655
1	8	09:38:50	73547
1	9	09:40:07	73656
1	10	09:41:25	73653
Среднее			73660
Sdmeas			57.84
SDth			38.38
SDmeas/th			1.5
Итог			
Среднее			73660
Sdmeas			57.84
SDth			38.38
SDmeas/th(все)			1.5

Рисунок 10 - Переход к вкладке «Отчеты»

6.4.1.6. Вычислить среднее арифметическое значение измеренных скоростей счёта.

6.4.1.7. Рассчитать чувствительность (S) по формуле:

$$S = N_{cp} / C \qquad (1)$$

Где: N_{cp} – средняя скорость счета, имп/с;

C – массовая доля цинка в стандартном образце, %.

6.4.1.8. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.4.1, если чувствительность не ниже 600 (имп/с)/%.

6.4.2. Определение относительного СКО выходного сигнала (скорости счета)

6.4.2.1. Относительное СКО выходного сигнала рассчитывается с использованием данных, полученных в п.6.3.1.6 с помощью электронных таблиц EXCEL или вручную по формуле:

$$S_r = \frac{100}{N_{cp}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (N_i - N_{cp})^2}{n-1}}, \% \qquad (2)$$

где: N_{cp} – среднее значение скорости счета на аналитической линии (Zn Ka);

N_i – скорость счета при i-ом измерении;

$n = 10$ (число измерений)

6.4.2.2. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.3.2, если значение относительного СКО выходного сигнала (скорости счета) не превышает 0,3 %.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в произвольной форме.

7.2. Спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годными 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.