

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.
" 25 " 12 2017 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

СПЕКТРОМЕТРЫ СЕРИИ ЭЛЕМЕНТ

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-2145-2017

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
2017 г.

1. ВВЕДЕНИЕ

Настоящая методика распространяется на спектрометры серии Элемент (далее – спектрометры), изготавливаемые ООО «НПП «МОНОТЕСТ», г. Москва. Спектрометры подлежат первичной поверке до ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверке в процессе эксплуатации. Интервал между поверками – 1 год. Периодическую поверку по запросу потребителя допускается проводить по не менее, чем двум базисам (основам).

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 и относительной погрешности измерений массовой доли элементов	7.4.1	да	да

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

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	Стандартные образцы состава сталей углеродистых и легированных (№ в ФИФ по ОЕИ ГСО10504-2014)	Массовые доли элементов от 0,0006 % до 2,28 %. Границы абсолютной погрешности от 0,0001 % до 0,02 % (при доверительной вероятности P=0,95)
	Стандартные образцы состава сталей легированных (№ в ФИФ по ОЕИ ГСО 8876-2007)	Массовые доли элементов от 0,0023 % до 35,1 %. Границы абсолютной погрешности от 0,0002 % до 0,1 % (при доверительной вероятности P=0,95).
	Стандартные образцы состава сталей легированных (№ в ФИФ по ОЕИ ГСО 9975-2011)	Массовые доли элементов от 0,0010 % до 16,9 %; границы абсолютной погрешности от 0,0004 % до 0,1 % (при доверительной вероятности P=0,95))
	Стандартные образцы состава сплавов медно-никелевых (№ в ФИФ по ОЕИ ГСО 4308-88/4312-88)	Массовые доли элементов от 0,009 % до 89,19 %. Границы абсолютной погрешности от 0,001 % до 0,29 % (при доверительной вероятности P=0,95).
	Стандартные образцы состава сплавов алюминиевых (№ в ФИФ по ОЕИ ГСО 7080-93)	Массовые доли элементов от 0,00030 % до 7,03 %. Границы абсолютной погрешности от 0,00005 % до 0,29 % (при доверительной вероятности P=0,95).

	Стандартные образцы состава сплавов алюминиевых (№ в ФИФ по ОЕИ ГСО 6530-92/6534-92)	Массовые доли элементов от 0,0072 % до 8,94 %. Границы абсолютной погрешности от 0,0005 % до 0,28 % (при доверительной вероятности P=0,95).
	Стандартные образцы состава латуни свинцовой (№ в ФИФ по ОЕИ ГСО 979-76/989-76)	Массовые доли элементов от 0,0027 % до 73,90 %. Границы абсолютной погрешности от 0,0002 % до 0,17 % (при доверительной вероятности P=0,95).
	Стандартные образцы состава бронзы оловянной (№ в ФИФ по ОЕИ ГСО 6205-91/6209-91)	Массовые доли элементов от 0,0011 % до 84,8 %. Границы абсолютной погрешности от 0,0001 % до 0,9 % (при доверительной вероятности P=0,95).
2.	Барометр-анероид М-110, № в Федеральном информационном фонде 3745-73	Диапазон измерений не уже чем от 630 до 790 мм.рт. столба, (от 84 до 105 кПа) абсолютная погрешность $\pm 2,5$ мм.рт. столба
3.	Термогигрометр электронный СЕНТЕР, № в Федеральном информационном фонде 22129-09	Диапазон измерений отн. влажности от 10 до 100 %; абс. погрешность не более 3,0 %; диапазон измерений температуры от +10 до +40 °С; абсолютная погрешность не более 0,5 °С

3.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик комплекса 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 на спектрометр серии Элемент.

4.2. К проведению поверки допускаются лица, изучившие руководство по эксплуатации спектрометра серии Элемент и методику поверки МП-242-2145-2017, и имеющие удостоверение поверителя.

4.4. При проведении работ по подготовке проб следует руководствоваться правилами и нормами, регламентированными инструкциями по безопасности труда для лабораторий рентгенофлуоресцентно 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;
- атмосферное давление, кПа от 84,0 до 106,7;
- относительная влажность при температуре +25 °С, % не более 80;
- вибрация, тряска, механические воздействия должны отсутствовать;
- внешние электрические и магнитные поля должны отсутствовать, кроме земных.

5.2. Перед проведением спектрометр следует выдержать при условиях поверки (см. п. 5.1) не менее 10 минут.

6. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

6.1. Установку и подготовку прибора к поверке, включение соединительных устройств, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляют в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в руководстве по эксплуатации спектрометра серии Элемент.

6.2. Подготовить для анализа выбранные стандартные образцы в соответствии с инструкцией по применению соответствующего комплекта стандартных образцов, являющейся Приложением к Свидетельству на комплект СО. На заточенной поверхности 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 серии Элемент 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 серии Элемент заключается в его включении в соответствии с руководством по эксплуатации и загрузке ПО ЭЛЕМЕНТ.

Результаты опробования считаются удовлетворительными, если на дисплее встроенного компьютера после загрузки ПО ЭЛЕМЕНТ не появляется сообщений об ошибках.

7.3 Подтверждение соответствия ПО

7.3.1. Определение наименования программного обеспечения и номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

После введения пароля доступа и запуска ПО ЭЛЕМЕНТ в верхней строке диалогового окна главного меню отражается уровень доступа (рисунок 1б).

Для идентификации наименования и номера версии ПО следует активировать иконку, отображающую индикатор заряда батареи в правом верхнем углу дисплея. В результате откроется вкладка, на которой указано наименование ПО и номер версии. Полный номер версии ПО должен быть не менее ЭЛЕМЕНТ_1.X.X_XXXXXX_R и соответствовать указанному в Паспорте наверяемый прибор. Копия примера окна идентификации приведена на рисунке 1а.

7.3.2. Спектрометр серии Элемент считается выдержавшим поверку по п. 7.3, если версия ПО ЭЛЕМЕНТ не ниже ЭЛЕМЕНТ_1.X.X_XXXXXX_R* (* - версия ПО может иметь дополнительные цифровые суффиксы), а полная версия ПО ЭЛЕМЕНТ совпадает с указанной в Паспорте на поверяемый прибор.

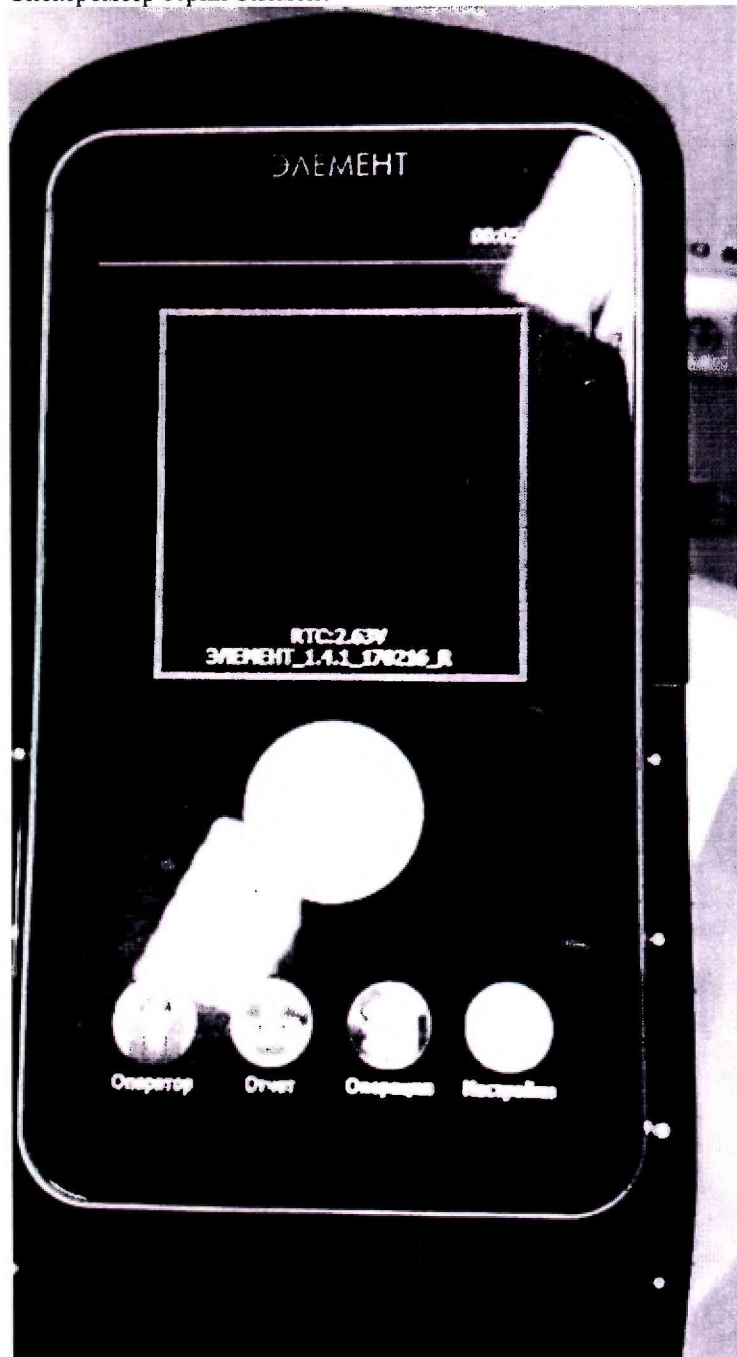


Рисунок 1а. Окно с идентификационным названием и номером версии ПО ЭЛЕМЕНТ.

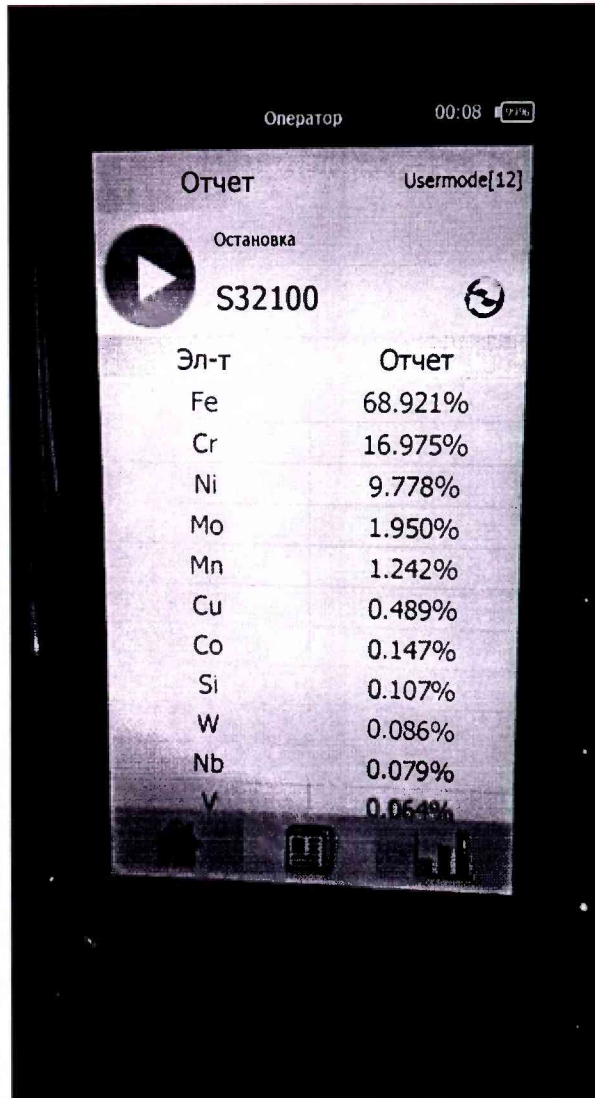


Рисунок 1б. Окно с уровнем доступа ПО ЭЛЕМЕНТ.

7.4. Определение метрологических характеристик

7.4.1. Определение диапазона измерений и относительной погрешности измерений массовой доли элементов.

7.4.1.1. Для проведения измерений по данному пункту применяют стандартные образцы, указанные в таблице 2 настоящей методики поверки либо аналогичные. Поверку допускается проводить по двум либо более базисам (основам). Выбрать из комплектов стандартные образцы, содержание в которых не менее чем трех элементов лежит в каждом из ниже указанных диапазонов: от 0,10 % до 0,50 %; свыше 0,50 % до 1,0 %; свыше 1,0 % до 99,90 %.

7.4.1.2. Поверка всех модификаций спектрометров серии Элемент осуществляется в режиме измерения массовых долей элементов в металлах и сплавах, который установлен на всех

модификациях спектрометров. Перед проведением измерений по каждому базису (основе) в соответствии с руководством по эксплуатации выполнить три определения массовой доли элементов любого стандартного образца из соответствующего комплекта, указанного в таблице 2 настоящей методики поверки.

7.4.1.3. Начало диапазона измерений массовой доли элементов контролируется по элементу с содержанием $0,10 \pm 0,09$ %; конец диапазона измерений массовой доли элементов контролируется по элементу с содержанием от 85,0 % до 99,90 %. В соответствии с руководством по эксплуатации выполнить определение массовой доли элементов стандартных образцов, выбранных в соответствии с п. 7.4.1.1 и настоящего пункта. Результат измерения контролируемых элементов должен отражаться на дисплее поверяемого прибора.

7.4.1.4. В соответствии с руководством по эксплуатации выполнить определение массовой доли элементов всех стандартных образцов, выбранных в соответствии с п. 7.4.1.1 настоящей МП. Рассчитать относительные погрешности измерений массовых долей элементов для всех элементов и образцов по формуле:

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

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

$C_{ст}$ – значение массовой доли элемента в стандартном образце, приведенное в паспорте либо свидетельстве на стандартный образец, %.

7.4.1.5. Спектрометр серии Элемент считается выдержавшим поверку, если, значение диапазона измерений массовой доли элементов, проверенное по п. 7.4.1.3 настоящей МП составляет от 0,10 % до 99,90 %, и значения относительных погрешностей измерения массовых долей элементов не превышают следующих значений для соответствующих поддиапазонов измерений:

- в диапазоне массовых долей элементов от 0,10 % до 0,50 %	± 50 %
- в диапазоне массовых долей элементов св. 0,50 % до 1,0 %	± 30 %
- в диапазоне массовых долей элементов св. 1,0 % до 99,90 %	± 10 %

8. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТА ПОВЕРКИ.

8.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в согласно приложения А к настоящей методике поверки.

8.2. Спектрометр серии Элемент, 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.

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

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

Протокол поверки

Спектрометр серии Элемент

модификация _____

Зав.№ _____

Принадлежит _____ ИНН _____

Поверка проведена по документу _____

С использованием стандартных образцов _____

Условия поверки:

температура окружающей среды _____ °С,

атмосферное давление _____ кПа,

относительная влажность окружающего воздуха _____ %.

Результаты поверки.

Внешний осмотр _____

Опробование _____

Проверка соответствия ПО _____

Результаты определения метрологических характеристик:

Таблица 1.

Метрологическая характеристика	Значение метрологической характеристики	
	Требования по НД	Фактическое значение МХ
Диапазон измерений массовой доли элементов, %	от 0,10 до 99,90	
Относительная погрешность измерений, %, в диапазоне массовых долей элементов	не более	
- от 0,10 % до 0,50 %	± 50	
- свыше 0,50 % до 1,0 %	± 30	
- свыше 1,0 % до 99,90 %	± 10	

Поверитель _____ (подпись) _____ (И.О. Фамилия)