

УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ – ФИЛИАЛ
ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ «ВСЕРОССИЙСКИЙ
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – ФИЛИАЛ ФГУП «ВНИИМ ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»)

Согласовано
Руководитель подразделения
Промышленные диагностические
системы ООО «Олимпас Москва»



Д.С. Померанцев

«31» 07 2020 г.

Утверждаю
Директор УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ
им.Д.И.Менделеева»



С.В. Медведевских

«31» 07 2020 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**Анализаторы портативные спектрометрические
Vanta**

Методика поверки
МП 04-221-2020

Екатеринбург
2020

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА: Уральский научно-исследовательский институт метрологии - филиал Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им.Д.И.Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛИ: А.С. Васильев, научный сотрудник УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»
М.В. Шипицына, старший инженер УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»
- 3 УТВЕРЖДЕНА: УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»
31.07.2020.

СОДЕРЖАНИЕ

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

Государственная система обеспечения единства измерений Анализаторы портативные спектрометрические Vanta Методика поверки	МП 04-221-2020
---	-----------------------

Введена с 31.07.2020.

1 Область применения

Настоящий документ распространяется на анализаторы портативные спектрометрические Vanta (далее – анализаторы), предназначенные для измерений массовой доли химических элементов в веществах и материалах методом энергодисперсионной рентгеновской флуоресценции.

Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России от 2 июля 2015 г. № 1815 "Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке";

Приказ Минтруда России от 24.07.2013 № 328н "Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок";

ГОСТ 12.2.007.0-75 ССБТ. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности;

ГОСТ Р 52931-2008 Приборы контроля и регулирования технологических процессов. Общие технические условия;

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).

СанПиН 2.6.1.3289-15 Гигиенические требования по обеспечению радиационной безопасности при обращении с источниками, генерирующими рентгеновское излучение при ускоряющем напряжении до 150 кВ.

3 Операции поверки

3.1 При проведении поверки выполняются операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операции	
		при первичной поверке	при периодической поверке
Внешний осмотр	8.1	+	+
Опробование	8.2	+	+
Проверка диапазона и определение относительной систематической составляющей погрешности измерений массовой доли элементов в веществах и материалах	8.3	+	+
Определение среднего квадратического отклонения (СКО) случайной составляющей погрешности измерений массовой доли элементов в веществах и материалах	8.4	+	+

3.2 Если при выполнении хотя бы одной из операций по 3.1 будет установлено несоответствие анализаторов установленным требованиям, анализаторы бракуют.

3.3 На основании письменного заявления допускается проведение поверки в поддиапазоне измерений массовой доли элементов в веществах и материалах с указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки должны быть применены средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки и вспомогательное оборудование

Номер пункта методики	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
7.1	Термогигрометр электронный «CENTER», модель 313, диапазон измерений температуры от минус 20 °С до плюс 60 °С, абсолютная погрешность $\pm 0,7$ °С, диапазон измерений относительной влажности от 10 до 100 %, абсолютная погрешность $\pm 2,5$ %.
8.3 8.4	ГСО 6319-92/6323-92 состава латуни оловянно-свинцовой ЛЦ25С2 (комплект М171), массовая доля меди 64,1 %, абсолютная погрешность $\pm 0,6$ % при $P=0,95$; массовая доля сурьмы 0,045 %, абсолютная погрешность $\pm 0,005$ % при $P=0,95$. ГСО 8050-94 состава сплава медно-никелевого типа МН95-5 (М2013х), массовая доля меди 94,92 %, абсолютная погрешность $\pm 0,11$ % при $P=0,95$. ГСО 1865-87П руды железной (Р8), массовая доля элементов от 0,031 % до 38,2 %, абсолютная погрешность от $\pm 0,001$ % до $\pm 0,1$ % при $P=0,95$. ГСО 9820-2011 массовой доли серы в нефтепродуктах (СО СН-ПА-2 (2,5)), массовая доля серы 2,5 %, относительная погрешность $\pm 2,5$ % при $P=0,95$.

4.2 Средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке, ГСО должны иметь действующие паспорта.

4.3 Допускается применять другие средства измерений, которые по своим характеристикам удовлетворяют требованиям настоящей методики.

5 Требования безопасности

При проведении поверки необходимо соблюдать требования безопасности, установленные в эксплуатационной документации на анализаторы и средства поверки, ГОСТ 12.2.007.0-75 ССБТ. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности, ГОСТ Р 52931-2008 Приборы контроля и регулирования технологических процессов. Общие технические условия, 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), СанПиН 2.6.1.3289-15 Гигиенические требования по обеспечению радиационной безопасности при обращении с источниками, генерирующими рентгеновское излучение при ускоряющем напряжении до 150 кВ.

6 Требования к квалификации поверителя

К проведению поверки допускаются лица, изучившие настоящую методику, эксплуатационную документацию на анализаторы и средства поверки и работающие в организации, аккредитованной на право поверки средств измерения физико-химического состава и свойств веществ.

7 Условия поверки и подготовка к ней

7.1 При проведении поверки соблюдают следующие нормальные условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 25;
- относительная влажность, % от 30 до 80.

7.2 ГСО должны быть выдержаны в условиях по 7.1 в течение не менее 2 ч.

7.3 Перед поверкой анализаторы необходимо выдержать в условиях по 7.1 не менее 4 ч.

7.4 Перед проведением поверки выполняют подготовительные работы, указанные в инструкции по эксплуатации на анализаторы и в эксплуатационных документах на средства поверки.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Внешний осмотр производят визуально. При внешнем осмотре следует:

- установить наличие эксплуатационной документации;
- установить наличие документов о результатах предыдущей поверки;
- визуально оценить внешний вид анализатора и отсутствие видимых повреждений, влияющих на работоспособность анализатора;
- убедиться в наличии маркировки с ясным указанием типа и серийного номера анализатора;
- проверить комплектность анализатора.

8.1.2 Результаты осмотра считают положительными, если анализатор, его внешние элементы, органы управления и индикации не повреждены, комплектность соответствует эксплуатационной документации, тип и серийный номер анализатора четко видны на маркировке, имеется в наличии эксплуатационная документация и документ о результатах предыдущей поверки.

8.1.3 Разукомплектованные, имеющие дефекты и отсутствие маркировки анализаторы к дальнейшей поверке не допускаются.

8.2 Опробование

8.2.1 При опробовании проверить правильность функционирования анализатора и подтвердить соответствие программного обеспечения.

8.2.2 Встроенное программное обеспечение анализатора идентифицируется через пункт меню «Об устройстве», пункт «Версии и обновления», на дисплее анализатора отображается версия программного обеспечения не ниже 3.14.62.

Проверка идентификационных данных встроенного программного обеспечения анализаторов проводится путем сравнения идентификационных данных на дисплее анализатора с идентификационными данными, указанными в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения анализаторов

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Vanta Software
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 3.14.62

8.2.3 Результаты считают положительными, если идентификационные данные программного обеспечения анализаторов соответствуют приведенным в таблице 3.

8.3 Проверка диапазона и определение относительной систематической составляющей погрешности измерений массовой доли элементов в веществах и материалах

8.3.1 Подготовить анализатор к работе в соответствии с руководством по эксплуатации. Установить измерительное окно размером, обеспечивающим перекрытие рабочего участка ГСО.

8.3.2 Создать или открыть измерительное приложение в ПО анализатора, полностью соответствующее измеряемым образцам, провести калибровку анализатора в соответствии с измеряемыми ГСО. Жидкие и порошкообразные ГСО утрамбовать в кювету с пленкой.

8.3.3 Провести измерения ГСО в 3 точках, равномерно распределенных по поддиапазону измерений анализатора. В каждой точке провести измерения не менее 10 раз. Время измерений для твердых ГСО не менее 60 с, для жидких и порошкообразных ГСО – не менее 120 с.

8.3.4 Рассчитать среднее арифметическое результатов измерений массовой доли λ - элемента по формуле

$$\bar{c}_{\lambda} = \sum_{i=1}^n \frac{c_{\lambda i}}{n}, \quad (1)$$

где $c_{\lambda i}$ – i -результат измерения массовой доли λ - элемента, %;
 n - число измерений в точке.

8.3.5 Рассчитать неисключенную систематическую составляющую относительной погрешности при измерении массовой доли λ - элемента по формуле

$$\Theta_{c\lambda} = \left| \frac{c_{\lambda} - c_{\lambda ат}}{c_{\lambda ат}} \cdot 100 \right| + |\delta_{\lambda ГСО}|, \quad (2)$$

где $c_{\lambda ат}$ – аттестованное значение массовой доли λ - элемента в ГСО, %;
 $\delta_{\lambda ГСО}$ – относительная погрешность аттестованного значения массовой доли λ -элемента ГСО, %.

8.3.6 Анализатор считают выдержавшим испытания, если относительная систематическая составляющая погрешности измерений массовой доли элементов в веществах и материалах в поддиапазоне измерений от 0,001 до 1,5 % включительно находится в пределах ± 25 %, а в поддиапазоне свыше 1,5 до 100 % находится в пределах ± 5 %.

8.4 Определение СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли элементов в веществах и материалах

8.4.1 Рассчитать СКО случайной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли элементов по формуле

$$S_{c\lambda} = \frac{1}{\bar{c}_{\lambda}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (c_{\lambda i} - \bar{c}_{\lambda})^2}{n(n-1)}} \cdot 100. \quad (3)$$

8.4.2 Анализатор считают выдержавшим испытания, если СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли элементов в веществах и материалах в поддиапазоне измерений от 0,001 до 1,5 % включительно не превышает 5 %, а в поддиапазоне свыше 1,5 до 100 % не превышает 0,6 %.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты поверки заносят в протокол поверки, представленный в Приложении А, который хранят в организации, проводившей поверку.

9.2 Анализатор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признают пригодным к применению.

9.3 При положительных результатах поверки знак поверки наносится на корпус анализатора и выдается свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 2 июля 2015 г. № 1815.

9.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к эксплуатации и оформляют извещение о непригодности к применению с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга России от 2 июля 2015 г. № 1815.

Научный сотрудник лаборатории 221
УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ
им.Д.И.Менделеева»



А.С. Васильев

Старший инженер лаборатории 221
УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ
им.Д.И.Менделеева»



М.В. Шипицына

Приложение А
(рекомендуемое)

Форма протокола поверки

Протокол поверки № _____
Анализатор портативный спектрометрический Vanta

Заводской номер:
Принадлежит:
Дата изготовления:
Методика поверки: МП 04-221-2020 «ГСИ. Анализаторы портативные спектрометрические Vanta. Методика поверки»
Средства поверки:
Условия поверки:
Операции поверки:
А.1 Результаты внешнего осмотра:
А.2 Результаты опробования:

Таблица А.1 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	
Номер версии (идентификационный номер) ПО	

А.3 Результаты проверки диапазона, определения относительной систематической составляющей погрешности измерений массовой доли элементов в веществах и материалах и определение СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли элементов в веществах и материалах представлены в таблице А.2.

Таблица А.2 – Результаты измерений массовой доли элементов анализатором, %

Характеристика	Элементы		
Измерение 1			
Измерение 2			
Измерение 3			
Измерение 4			
Измерение 5			
Измерение 6			
Измерение 7			
Измерение 8			
Измерение 9			
Измерение 10			
Среднее значение, %			
Аттестованное значение ГСО, %			
Относительная погрешность ГСО, %			
СКО, %			
Систематическая погрешность, %			

Заключение по результатам поверки:

На основании положительных результатов поверки нанесен знак поверки на корпус анализатора и выдано свидетельство о поверке № _____ от _____ 20__ г.

На основании отрицательных результатов поверки выдано извещение о непригодности № _____ от _____ 20__ г.

Дата поверки _____ Подпись поверителя _____

Организация, проводившая поверку _____