

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»



Н.П. Муравская
«26» января 2017г

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы рентгенофлуоресцентные портативные SciAps X Series

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 023.Д4-17**

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода
«26» января 2017г

Москва
2017 г.

1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы рентгенофлуоресцентные портативные SciAps X Series (далее по тексту - анализаторы), предназначены для измерения массовой доли химических элементов в металлах и сплавах, и устанавливает операции при проведении их первичной и периодической поверок.

Интервал между периодическими поверками – 1 год.

2 Операции поверки

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

| № п/п. | Наименование операций | Номер пункта НД по поверке | Обязательность выполнения операции | |
|--------|--|----------------------------|--|------------------|
| | | | При вводе в эксплуатацию и после ремонта | При эксплуатации |
| 1 | Внешний осмотр | 8.1 | Да | Да |
| 2 | Проверка идентификации программного обеспечения | 8.2 | Да | Да |
| 3 | Опробование | 8.3 | Да | Да |
| 4 | Определение метрологических характеристик | 8.4 | | |
| 5 | Определение диапазона измерений массовой доли, расчет среднеквадратического отклонения и относительной погрешности измерений массовой доли | 8.4.1 | Да | Да |

2.2 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается.

2.3 Допускается проведение поверки части диапазона измерения массовой доли.

2.3 Поверку средства измерений осуществляют аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

3 Средства поверки

3.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

| Номер пункта методики поверки | Наименование средства поверки; |
|-------------------------------|---|
| 8.4.1 | 1. Государственный стандартный образец состава никеля ГСО 8570-2004; 2. Государственный стандартный образец состава сталей углеродистых и легированных типов 13X, 60C2, 05кп, 11XФ, 60C2Г, 12Ч1МФ, 25Ч1МФ, 30ХН2МФА, 12МХ, В2Ф, ГСО 4165-91П, 2489-91П – 2497-91П (комплект СО УГ0-УГ9); 3. Государственный стандартный образец состава |

| | |
|--|---|
| | мельхиора типа МНЖМц30-1-1 (комплект М35) ГСО 551-86П ÷ 555-86П; 4. Государственный стандартный образец состава деформируемого сплава ВЖ175-ИД ГСО 10126-2012; |
|--|---|

3.2 Допускается также применение других средств, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемого анализатора с требуемой точностью.

4 Требования безопасности

4.1 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ 12.1.031-2010, ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда и эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

4.2 При выполнении измерений должны соблюдаться требования, указанные в «Правилах техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденных Госэнергонадзором, а также требования руководства по эксплуатации анализаторов.

4.3 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

5 Требования к квалификации поверителей

5.1 К проведению поверки допускаются лица:

- изучившие настоящую методику поверки и руководство по эксплуатации анализаторов;
- имеющие квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок;
- прошедшие обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °С.....от +15 до +35
- относительная влажность воздуха, %,от 20 до 80
- атмосферное давление, кПа.....от 94 до 106

6.2 В помещении, где проводится поверка, должны отсутствовать факторы появления пыли, интенсивных воздушных потоков, вибрации и паров вызывающих коррозию.

7 Подготовка к поверке

7.1 Произвести подготовку, включение и прогрев анализатора в соответствии с его Руководством по эксплуатации.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Внешним осмотром анализаторов должно быть установлено:

- наличие маркировки, подтверждающей тип и заводской номер анализаторов;
- соответствие комплектности анализаторов требованиям документации;
- наличие чётких надписей на органах управления;

- отсутствие на наружных поверхностях анализаторов повреждений, влияющих на их работоспособность.

8.1.2 Анализаторы считаются прошедшими операцию поверки, если они соответствуют всем перечисленным выше требованиям.

8.2 Проверка идентификации программного обеспечения

8.2.1 Проверить соответствие заявленных идентификационных данных программного обеспечения: идентификационное наименование программного обеспечения, номер версии программного обеспечения.

8.2.2 Провести проверку уровня защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений (уровни низкий, средний или высокий).

8.2.4 Анализаторы признаются прошедшими операцию поверки, если уровень защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений соответствует уровню «средний» согласно Р 50.2.077-2014, а идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3

| Идентификационные данные (признаки) | Значение |
|---|-----------------------------|
| Идентификационное наименование ПО | SciAps |
| Номер версии (идентификационный номер) ПО | SciAps XRF v1.3.5-rc и выше |
| Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода) | - |

8.3 Опробование

8.3.1 В качестве опробования необходимо произвести предусмотренную в программе анализаторов процедуру под названием «Энергетическая калибровка» («Energy Calibration»).

8.3.2 В качестве измеряемого образца используется встроенный в прибор защитный затвор. Для запуска процедуры нажмите на выпадающее меню в правом верхнем углу – «три точки», а затем выберите «Энергетическую калибровку» («Energy Calibration») (см. рис. 1).



Рисунок 1 – Вид вызова меню «Энергетической калибровки»

8.3.3 Анализаторы считаются прошедшими опробование, если процедура пройдена успешно и на экране высветилось Calibration Success/Успешно.

8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение диапазона измерений массовой доли, расчет среднеквадратического отклонения и относительной погрешности измерений массовой доли

8.4.1 Для определения диапазона измерений анализаторов, необходимо измерить массовую долю элементов образцов ГСО приведенных в таблице 4:

Таблица 4

| Индекс СО | Элемент | Массовая доля, % | Наименование ГСО |
|------------|---------|------------------|-----------------------|
| УГи | Cr | 0,056 | СО УГ0-УГ9 |
| 355 | Fe | 0,28 | ГСО 551-86П ÷ 555-86П |
| 355 | Mn | 1,6 | ГСО 551-86П ÷ 555-86П |
| ВЖ175-ИД-5 | Mo | 5,79 | ГСО 10126-2012 |
| 355 | Ni | 34 | ГСО 551-86П ÷ 555-86П |
| 355 | Cu | 63,9 | ГСО 551-86П ÷ 555-86П |
| VSN2-8 | Ni | 99,985 | ГСО 8570-2004 |

8.4.2 Необходимо произвести измерения каждой массовой доли 10 (десять) раз и рассчитать среднее арифметическое серии измерения \bar{v} по формуле 1:

$$\bar{v} = \frac{\sum_{i=1}^n v_i}{n} \quad (1)$$

где v_i – значения измеренной массовой доли, %.

Для этого, необходимо поднести анализатор измерительным окном вплотную к измеряемому образцу ГСО и нажать курок. На сенсорном экране анализатора появятся данные всех определенных образцов и их массовая доля. Необходимый элемент можно найти, пролистав экран вверх/вниз, как показано на рисунке 2.



Рисунок 2 – Обозначение способа перелистывания полученных при измерении результатов

8.4.3 Рассчитать значение среднеквадратического отклонения S_{v_i} для всех СО по формуле 2 и выбрать наибольшее значение:

$$S_{v_i} = \sqrt{\frac{\sum (v_i - \bar{v})^2}{n(n-1)}} \quad (2)$$

8.4.4 Рассчитать значение относительной погрешности для каждой серии измерений массовой доли по формуле 3:

$$\Delta v = \frac{|\bar{v} - v_{oi}|}{\bar{v}} \times 100 \quad (3)$$

где v_{oi} – действительные (номинальные) значение массовой доли, приведенное в паспорте на стандартный образец, %

8.4.5 Анализаторы считаются прошедшими операцию поверки, если полученные данные для всех СО соответствуют данным в таблице 3:

Таблица 3

| Наименование характеристики | Значение |
|---|----------------|
| Диапазон измерений массовой доли, % | от 0,05 до 100 |
| Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли, %, не более: В диапазоне: - от 0,05 до 1,60 % - свыше 1,60 до 5,80 % - свыше 5,80 до 100 % | 20 10 3 |
| Предел допускаемого среднеквадратического отклонения (СКО) значений результатов измерения массовой доли элемента, %, не более | 1 |

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты измерений заносятся в протокол (приложение 1).

9.2 Анализаторы, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдается свидетельство о поверке установленной формы и наносят знак поверки согласно Приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

9.3 Анализаторы, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодными, не допускаются к применению. Свидетельство о предыдущей поверке и (или) оттиск поверительного клейма аннулируют и выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»

А.В.Иванов

Ведущий инженер ФГУП «ВНИИОФИ»

А. Н. Шобина

Инженер ФГУП «ВНИИОФИ»

П. С. Мальцев

