

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РЕГИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР СТАНДАРТИЗАЦИИ,
МЕТРОЛОГИИ И ИСПЫТАНИЙ В Г. МОСКВЕ»
(ФБУ «РОСТЕСТ – МОСКВА»)

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель генерального директора

ФБУ «Ростест-Москва»

Е.В. Морин

«23» июля 2015 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

**Спектрометры энергодисперсионные рентгенофлуоресцентные
Хенemetrix модели X-Cite, X-Calibur, X-7600, EX-6600, X-RoHS,
X-PMA, S-Mobile, Genius IF**

**Методика поверки.
РТ- МП- 2288-448 -2015**

л.р. 63197-16

**г. Москва
2015**

Настоящая методика распространяется на спектрометры энергодисперсионные рентгенофлуоресцентные Xenometrix модели X-Cite, X-Calibur, X-7600, EX-6600, X-RoHS, X-PMA, S-Mobile, Genius IF, производства фирмы «Xenometrix Ltd.», Израиль, (далее - спектрометры Xenometrix), и устанавливает методы и средства его первичной и периодической поверки.

Спектрометры предназначены для измерения массовой доли химических элементов в твердых, жидких, пастообразных, порошковых, смешанных и тонкопленочных образцах, и устанавливает методы и средства ее первичной и периодической поверки.

Интервал между поверками 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта НД по поверке	Обязательность проведения операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1. Подготовка к поверке	6	Да	Да
2. Внешний осмотр	7.1	Да	Да
3.Опробование.	7.2	Да	Да
4. Определение предела обнаружения и относительной погрешности измерения.	7.3	Да	Да
5. Оформление результатов поверки	8	Да	Да

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки применяют средства измерений и вспомогательные устройства приведенные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства измерений

Наименование	Номер пункта НД по поверке
Дистиллированная вода, Водный раствор ионов железа ГСО 7872-2000, водный раствор ионов марганца ГСО 7876-2000, водный раствор ионов меди ГСО 8210-2002. Мерные колбы 2 – го класса точности ГОСТ 1770 – 74, пипетки мерные 2 – го класса точности ГОСТ 29228 – 81.	7.3
П р и м е ч а н и е - Допускается применение других средств поверки с метрологическими характеристиками, обеспечивающими требуемые точности измерений в соответствии с применяемой методикой выполнения измерений (МВИ)..	

3 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

3.1 К проведению поверки допускают поверителей, аттестованных в соответствии с ПР 50.2.0012, изучивших настоящую методику поверки и руководство по эксплуатации, имеющих стаж работы по данному виду измерений не менее одного года.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки системы должны соблюдаться требования безопасности согласно эксплуатационной документации, а также правила техники безопасности, принятые на предприятии, эксплуатирующем спектрометры Xenometrix

5 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

5.1 Поверка спектрометра должна проводиться при следующих внешних условиях:

температура окружающего воздуха, °С	25 ± 5 ,
относительная влажность, %	От 30 до 80,
напряжение питания, В	220 ± 22 ;
частота, Гц	50 ± 1

5.2. В помещении, где производится поверка, не должно быть повышенных уровней электромагнитного излучения, шума и вибрации.

5.3. Не допускается попадание на систему прямых солнечных лучей.

6 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

6.1 Для проведения поверки представляют следующую документацию:

- руководство по эксплуатации;
- описание типа;

6.1. Подготовить анализатор к работе согласно инструкции по его эксплуатации.

6.2. Включить и прогреть его в течение 30 мин.

7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- отсутствие механических повреждений корпуса, ручек управления и соединительных проводов;
- наличие маркировки (наименование или товарный знак завода-изготовителя, тип и заводской номер прибора).

7.2 Опробование.

7.2.1 Для опробования подготовить спектрометр к работе в соответствии с руководством по эксплуатации Подготовить поверочные растворы в соответствии с методикой приготовления (см. Приложение). Провести пробное измерение.

- работоспособность систем подачи образца;
- правильность отработки аварийных сообщений при проведении измерений;
- адекватность полученной информации.

Результат опробования считается положительным, если заданная программа измерения выполняется без сбоев.

Результат опробования считается положительным, если заданная программа измерения выполняется без сбоев.

7.2.2. Провести идентификацию ПО на соответствие ПО поверяемому СИ.

При печати результатов измерения на бланке печатается идентификатор ПО, который должен совпадать с заводским номером СИ.

Результат опробования считается положительным, если заданная программа измерения выполняется без сбоев и идентификатор ПО соответствует поверяемому СИ.

7.3 Определение относительной погрешности измерения.

7.3.1. Относительная погрешность измерения в диапазоне (0,01...1,0)% определяется для элементов: марганец, медь и железо.

7.3.2. Для определения погрешности готовят поверочные растворы с массовой долей (0,01; 0,10; 0,50; 1,00) %.

7.3.3. В соответствии с Руководством по эксплуатации построить градуировочные кривые по поверочным растворам и ГСО (режим «Procedure»).

7.3.4. В соответствии с Руководством по эксплуатации в режиме «Batch» провести по 5 определений массовой доли всех элементов (C_i) для каждого поверочного раствора и ГСО состава меди.

7.3.5. Рассчитать погрешности для каждого измерения каждого поверочного раствора:

$$\Theta_i = (C_i - C_d) / C_d \times 100, \%$$

где: C_d - действительное значение массовой доли элемента в поверочном растворе.

Результат поверки считается положительным, если каждое полученное значение погрешности измерения не превышает погрешности, указанной в таблице 3.

Таблица 3

Наименование	Значение
Пределы допускаемой относительной погрешности измерения медь, марганец, железо в диапазоне, % масс. доли: от 0,01 до 0,10	40,0 %
свыше 0,10 до 0,50	10,0 %
свыше 0,50 до 100,0	5,0 %

7.4. Определение предела обнаружения.

За предел обнаружения (Π_d) принимается утроенное среднее квадратическое отклонение (СКО), вычисленное из десяти последовательных измерений массовой доли элементов в дистиллированной воде.

$$\Pi_d = 3 \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{n-1}}, \%$$

C_i - результат i -го наблюдения, %;

\overline{C} - результат измерения, %;

n - число наблюдений.

Результат поверки считается положительным, если полученное значение Пд по всем элементам не превышает 0,01 %.

Допускается поверка по тем элементам, которые используются потребителем.

8. Оформление результатов поверки.


8.1. При положительных результатах поверки Спектрометры энергодисперсионные рентгенофлуоресцентные Xenometrix модели X-Cite, X-Calibur, X-7600, EX-6600, X-RoHS, X-PMA, S-Mobile, Genius IF признаются годными, и на них выдаются свидетельства о поверке по форме, согласно ПР 50.2.006.

8.2. Спектрометры энергодисперсионные рентгенофлуоресцентные Xenometrix модели X-Cite, X-Calibur, X-7600, EX-6600, X-RoHS, X-PMA, S-Mobile, Genius IF, не удовлетворяющие хотя бы одному из требований п.п.7.1 – 7.4 настоящей методики, признаются непригодными и к применению не допускаются. Отрицательные результаты поверки оформляются выдачей извещения о непригодности.

Начальник лаборатории № 448
ФБУ «Ростест-Москва»


_____ А.В. Квачев

Инженер по метрологии
1 категории лаборатории № 448


_____ В.А. Механникова

Приложение 1

Процедура приготовления поверочных растворов.

- 1 Посуда и реактивы:
 - Колбы мерные 2-10-4, по ГОСТ 1770-74
 - Пипетки мерные 2-5-1, 2-1-3, по ГОСТ 20292-74
 - стакан термостойкий ГОСТ 25336
 - Кислота соляная по ГОСТ 3118–77 и разбавленная 1:1.
 - Водный раствор ионов железа ГСО 7872-2000, концентрация 10,0 г/дм³, погрешность аттестации 1 %.
 - Водный раствор ионов марганца ГСО 7876-2000, концентрация 10,0 г/дм³, погрешность аттестации 1 %.
 - Водный раствор ионов меди ГСО 8210-2002, концентрация 10,0 г/дм³, погрешность аттестации 1 %.
 2. Работы по приготовлению растворов следует проводить с соблюдением требований техники безопасности при работе с химическими реактивами, относящимися к третьему классу опасности ГОСТ 12.1.007.
 3. Приготовление основного 1 % раствора железа, меди и марганца.
Перенести в стакан содержимое ампул водного раствора ионов железа ГСО 7872-2000, водного раствора ионов меди ГСО 8210-2002 и марганца ГСО 7876-2000 с концентрацией 10,0 г/дм³.
 4. Приготовление 0.5 % раствора.
Отобрать 5 см³ основного раствора пипеткой вместимостью 5 см³, поместить в мерную колбу вместимостью 10 см³, добавить 1 см³ HCl (разб.) пипеткой вместимостью 1 см³. Довести до метки дистиллированной водой.
 5. Приготовление 0.1 % раствора.
Отобрать 1 см³ основного раствора пипеткой вместимостью 1 см³, поместить в мерную колбу вместимостью 10 см³, добавить 1 см³ HCl (разб.) пипеткой вместимостью 1 см³. Довести до метки дистиллированной водой.
 6. Приготовление 0.01 % раствора.
Отобрать 1 см³ 0.1 % раствора пипеткой вместимостью 1 см³, поместить в мерную колбу вместимостью 10 см³, добавить 1 см³ HCl (разб.) пипеткой вместимостью 1 см³. Довести до метки дистиллированной водой.
 7. Приготовление 0.00 % раствора.
В мерную колбу вместимостью 10 см³ поместить 1 см³ HCl (разб.) пипеткой вместимостью 1 см³. Довести до метки дистиллированной водой.
- Все растворы готовятся в день использования. Границы относительной погрешности концентрации в полученных растворах составляют 2.0 % при P=0.95
8. Погрешность приготовления растворов.
 - 8.1. Погрешность приготовления растворов определяется по формуле:

$$\Theta = \sqrt{\Theta_0^2 + \Theta_{in}^2 + \Theta_{ik}^2 + 2\Theta_t^2},$$

Θ_0 - относительная погрешность аттестованного значения ГСО;

Θ_{in} - относительная погрешность мерной пипетки на i-м этапе разбавления;

Θ_{ik} - относительная погрешность мерной колбы на i-м этапе разбавления;

Θ_t - относительная погрешность, вызванная отклонением температуры от 20°C на 5°C . Множитель 2 показывает, что при приготовлении раствора температура может изменяться дважды - в мерной пипетке и в мерной колбе ($\Theta_t = 0,103\%$).

Выбор мерной посуды и числа этапов разбавления производится таким образом, чтобы суммарная относительная погрешность приготовления раствора не превышала 2 %.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ №

Средство измерений	_____
Тип прибора и зав. номер	_____
Методика поверки	РТ- МП- 2288- 448 -2015
Средства поверки:	1. ГСО состава водных растворов ионов химических элементов 2. Пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29227-91 3. Колбы мерные 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74
Условия поверки:	Температура окружающей среды, °С Относительная влажности, % Давление,
Результаты поверки:	1. Внешний осмотр ——— годен (брак) 2. Опробование ——— годен (брак)

3. Определение относительной погрешности измерения

Элемент	Диапазон измерения	Полученная погрешность измерения, %	Допускаемая погрешность измерения, %

4. Определение предела обнаружения.

Элемент	Требование НД	Полученное значение

Заключение Спектрометр признан годным (непригодным) к применению

Поверитель

 подпись

 Ф.И.О.

« »

_____ 20 г.