

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

**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

Директор УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



Е.П. Соби́на

"07" 09 2022 г.

**«ГСИ. Анализаторы рентгенофлуоресцентные TrueXR.
Методика поверки»**

МП 53-221-2022

Екатеринбург

2022

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** зам. зав. лаб. 221 Тюрина А.Е.
- 3 СОГЛАСОВАНА** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»
в 2022 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ	4
2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	5
3 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ	5
4 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ.....	6
5 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ	6
6 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ	6
7 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ	8
8 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ	8
9 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ	8
10 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ	8
11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ.....	8
12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	9
ПРИЛОЖЕНИЕ А (РЕКОМЕНДУЕМОЕ) ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ	11

Дата введения в действие:

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы рентгенофлуоресцентные TrueXR (далее – анализаторы), выпускаемые фирмой “LANScientific Co., Ltd.”, Китай. Анализаторы подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке. Поверка анализаторов должна проводиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость анализатора обеспечивается к ГЭТ 196-2015 «Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов» по Приказу Росстандарта от 30.12.2019 г. № 3455. Метод, обеспечивающий реализацию методики измерений: прямое измерение величины, воспроизводимой стандартным образцом.

1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов с диапазонами измерений (ДИ), указанными в таблице 1, используемых в качестве средств измерений в соответствии с государственной поверочной схемой, приведенной в разделе 2 настоящей методики поверки. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значение
Анализируемые элементы	от Na до Cm
Диапазон измерений массовой доли элементов в твердых образцах, в том числе порошках, %	от 0,001 до 100
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли элементов в твердых образцах, в том числе порошках, %, в поддиапазонах: - от 0,001 до 0,1 % включ. - от 0,1 до 1,0 % включ. - св. 1,0 до 30 % включ. - св. 30,0 до 100 % включ.	 ±25,0 ±25,0 ±5,0 ±3,0
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения (СКО) массовой доли элементов в твердых образцах, в том числе порошках, %, в поддиапазонах: - от 0,001 до 0,1 % включ. - от 0,1 до 1,0 % включ. - св. 1,0 до 30 % включ. - св. 30,0 до 100 % включ.	 19 18 2,5 1,8

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- ГОСТ 12.2.007.0-75 ССБТ. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности;
- Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510 Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке;
- Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 N 903н Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок;
- Приказ Росстандарта от 29.12.2018 г. № 2818 Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений массы;
- 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 Перечень операций поверки

3.1 Для поверки анализаторов должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при поверке при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1 Внешний осмотр	да	да	8
2 Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
3 Проверка программного обеспечения	да	да	10
4 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	11
4.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО)			11.1
4.2 Определение относительной погрешности и проверка диапазона измерений			11.2

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций проводится настройка анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

3.3 Допускается проведение поверки для меньшего числа анализируемых элементов или на меньшем числе поддиапазонов измерений в соответствии с заявлением владельца анализатора с обязательным указанием информации об объеме проведенной поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31 июля 2020 № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» или в соответствии с порядком, действующим на момент проведения поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

- 4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:
- температура окружающей среды, °C от +15 до +25
 - атмосферное давление, кПа от 84 до 106
 - относительная влажность, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке анализаторов допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие РЭ на анализаторы, настоящую методику поверки и работающих в качестве поверителей в организации, аккредитованной на право поверки средств измерений физико-химического состава и свойств веществ.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки согласно таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Средство измерений температуры, относительной влажности и атмосферного давления с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 4	Термогигрометр ИВА-6А-КП-Д, рег. № 46434-11

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
средства измерений Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Массовая доля элементов от 0,033 % до 0,257 %, абсолютная погрешность от $\pm 0,001$ % до $\pm 0,006$ % при $P=0,95$. Массовая доля элементов от 0,0035 % до 0,233 %, абсолютная погрешность от $\pm 0,0002$ % до $\pm 0,004$ % при $P=0,95$. Массовая доля элементов от 0,012 % до 22,5 %, абсолютная погрешность от $\pm 0,001$ % до $\pm 0,1$ % при $P=0,95$. Массовая доля элементов от 0,014 % до 0,244 %, абсолютная погрешность от $\pm 0,001$ % до $\pm 0,006$ % при $P=0,95$. Массовая доля элементов от 0,089 % до 17,73 %, абсолютная погрешность от $\pm 0,001$ % до $\pm 0,06$ % при $P=0,95$. Массовая доля элементов от 0,08 % до 70,1 %, абсолютная погрешность от $\pm 0,006$ % до $\pm 0,7$ % при $P=0,95$. Массовая доля элементов от 0,0053 % до 94,92 %, абсолютная погрешность от $\pm 0,0002$ % до $\pm 0,11$ % при $P=0,95$.	ГСО 10117-2012 СО сталей углеродистых типов 08Ю, 08пс, 05кп, С235 (ИСО 002, ИСО 004). ГСО 11018-2018 СО сталей типов У12А, 60С2, 05кп, 38Х2МЮА, 20Х1М1Ф1БР, 45ХН2МФА, 10ХСНД, 27ХН2МФЛ, 7ХГ2ВМФ, ХВГ (ИСО УГ0л, ИСО УГ2л). ГСО 10744-2016 СО сталей легированных типов 45Х14Н14В2М, 09Х16Н4Б, 31Х19Н9МВБТ, 20Х25Н20С2, 10Х11Н23Т3МР и сплавов на железоникелевой основе типов 12ХН35ВТ, 06ХН28МДТ (ИСО ЛГ81). ГСО 10231-2013 СО сталей углеродистых и легированных типов 10ХСНД, 35, 15ХСНД, 45, 14Г2 (ИСО УГ121). ГСО 8456-2003 СО сталей легированных типов 12Х25Н16Г7АР, 10Х14АГ15, 40Х15Н7Г7Ф2МС, 10Х14Г14Н4Т, 08Х18Г8Н2Т (РГ19а, РГ20а). ГСО 6319-92/6323-92 СО состава латуни оловянно-свинцовой ЛЦ25С2 (1712-1714). ГСО 8050-94 СО состава сплава медно-никелевого типа МН95-5 (М2013х).

6.2 Эталоны, применяемые для поверки, должны быть поверены (аттестованы), средства измерений – поверены, ГСО должны иметь действующие паспорта.

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки с метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающими требуемую точность передачи единиц величин поверяемому средству измерений в соответствии с Приказом Росстандарта от 30.12.2019 г. № 3455.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0, 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.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.2 Анализатор готовят к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

9.3 При опробовании проверяют работоспособность анализатора.

9.3.1 Работоспособность проверяют путем отображения наименования модели на дисплее анализатора.

9.3.2 Результаты опробования считать положительными, если при включении отсутствует информация об отказах (коды ошибок).

10 Проверка программного обеспечения

Для проверки соответствия встроенного метрологически значимого программного обеспечения (ПО) выполнить следующие операции:

1) провести визуализацию идентификационных данных ПО анализатора (номер версии) в меню анализатора;

2) сравнить полученные данные с номером версии, установленным при проведении испытаний в целях утверждения типа и указанным в описании типа анализатора.

Результаты проверки программного обеспечения считать положительными, если номер версии соответствует указанному в Описании типа анализатора, приведенному в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО)

11.1.1 Установить измерительное окно размером, обеспечивающим перекрытие рабочего участка ГСО.

11.1.2 Создать или открыть измерительное приложение в ПО анализатора, полностью соответствующее измеряемым образцам, провести настройку анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации. Порошкообразные ГСО утрамбовать в кювету с пленкой.

11.1.3 ГСО выбираются в зависимости от поверяемого поддиапазона измерений анализатора. Провести измерения ГСО в 3 точках, равномерно расположенных в поддиапазоне измерений анализатора. В каждой точке провести измерения не менее 9 раз.

11.1.4 Рассчитать среднее арифметическое результатов измерений массовой доли j -ого элемента $\bar{C}_j$ по формуле

$$\bar{C}_j = \frac{\sum_{i=1}^n C_{ji}}{n}, \quad (1)$$

где C_{ji} – i -й результат измерений массовой доли j -ого элемента, %;

n – число измерений ($n=9$).

11.1.5 Значение относительного СКО массовой доли j -ого элемента S_{rj} , %, рассчитать по формуле

$$S_{rj} = \frac{S_j}{\bar{C}_j} \cdot 100, \quad (2)$$

где S_j – стандартное отклонение массовой доли j -ого элемента, которое вычисляется по формуле

$$S_j = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_{ij} - \bar{C}_j)^2}{(n-1)}}, \quad (3)$$

где C_{ij} – i -й результат измерений массовой доли j -ого элемента, %.

11.1.6 Результаты считают положительными, если рассчитанные значения относительного СКО массовой доли удовлетворяют требованиям таблицы 1.

11.2 Определение относительной погрешности и проверка диапазона измерений

11.2.1 Рассчитать относительную погрешность при измерении массовой доли j -ого элемента δ_{j0} по формуле

$$\delta_{j0} = \frac{(\bar{C}_{j0} - C_{j\text{атт}})}{C_{j\text{атт}}} \cdot 100, \quad (4)$$

$\bar{C}_{j0}$ – средний результат трех измерений массовой доли j -ого элемента в соответствии с руководством по эксплуатации;

$C_{j\text{атт}}$ – аттестованное значение массовой доли j -ого элемента ГСО, %.

11.2.2 Результаты считают положительными, если рассчитанные значения относительной погрешности при измерении массовой доли всех измеренных элементов удовлетворяют требованиям таблицы 1.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки заносят в протокол с указанием всех значений результатов измерений. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении А.

12.2 При положительных результатах поверки средство измерений признают пригодным к применению. При проведении поверки для меньшего числа анализируемых элементов или на меньшем числе поддиапазонов измерений указывается информация об объеме проведенной поверки. Нанесение знака поверки на анализаторы не предусмотрено. Пломбирование анализаторов не предусмотрено.

12.3 При отрицательных результатах поверки средство измерений признают непригодным к применению.

12.4 По заявке заказчика при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке, при отрицательных – извещение о непригодности.

12.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком.

**Зам. зав. лаб. 221 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»**



А.Е. Тюрнина

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)
Форма протокола поверки

Протокол № от
поверки анализаторов _____, зав. № _____
в соответствии с документом "ГСИ. Анализаторы рентгенофлуоресцентные TrueXR"
МП 53-221-2022

- 1 Принадлежит
- 2 Средства поверки (зав. № , номер свидетельства о поверке и дата выдачи)
-
-
-
-
- 3 Условия поверки:
-температура окружающего воздуха
-относительная влажность
-атмосферное давление
- 4 Результаты внешнего осмотра
- 5 Результаты опробования
- 6 Проверка программного обеспечения

Идентификационные данные программного обеспечения

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

7 Результаты определения относительного среднего квадратического отклонения (СКО) и относительной погрешности измерений массовой доли элементов

Характеристика	Элементы				
Измерение №1					
Измерение №2					
Измерение №3					
Измерение №4					
Измерение №5					
Измерение №6					
Измерение №7					
Измерение №8					
Измерение №9					
Среднее значение $\bar{C}_j$, %					
Аттестованное значение ГСО $C_{j\text{атт}}$, %					
СКО S_{rj} , %					
Относительная погрешность δ_{j0} , %					

Выводы по результатам поверки _____

№ _____ от “ _____ ” _____ 20__ г.

Поверку проводил _____
подпись (Ф.И.О)

Организация, проводившая поверку _____

« »

20__ г.