

СОГЛАСОВАНО

Первый заместитель генерального
директора – заместитель по научной
работе ФГУП «ВНИИФТРИ»



А. Н. Щипунов

2024 г.

«ГСИ. Спектрометры рентгеновские многоканальные СРМ-35. Методика
поверки»

МП 2.770.023

Р.п. Менделеево

2024 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки применяется для поверки спектрометров рентгеновских многоканальных СРМ-35 (далее – спектрометры), используемых в качестве рабочих средств измерений для проведения измерений интенсивности аналитических линий рентгеновской флуоресценции одновременно до двадцати химических элементов от В(5) до U(92) в пробе.

1.2 В результате поверки спектрометров должны быть подтверждены следующие метрологические требования, приведённые в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон определяемых элементов	Пределы допускаемой основной относительной погрешности измерений интенсивности аналитических линий в диапазоне определяемых элементов, %
от В(5) до U(92)	$\pm 0,2$

1.3 При определении метрологических характеристик в рамках проводимой поверки обеспечивается подтверждение прослеживаемости к стандартным образцам утвержденных типов, аттестованным путем проведения межлабораторного эксперимента, согласно приказа Минпромторга РФ от 30.11.2009 № 1081, посредством применения поверенных средств измерений, прослеживаемых к соответствующим эталонам, с применением стандартизованных или аттестованных методик, основанных на принципах стехиометрии либо градуировках (калибровках) с применением чистых металлов, стехиометрических соединений или стандартных образцов утвержденного типа.

1.4 При определении метрологических характеристик поверяемого средства измерений используется метод прямых измерений.

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При поверке спектрометров должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	Да	Да	7
Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	8.1
Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	8.2

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	9
Проверка программного обеспечения	Да	Да	10

2.2 Допускается проведение поверки для меньшего числа определяемых химических элементов.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При поверке должны соблюдаться следующие условия:

температура окружающего воздуха.....	$(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$
относительная влажность окружающего воздуха.....	от 45 % до 80 %
атмосферное давление, кПа.....	от 84,0 кПа до 106,7 кПа
напряжение трехфазной питающей сети переменного тока.....	от 342 В до 418 В
частота питающей сети переменного тока.....	от 49 Гц до 51 Гц

Механические воздействия и внешние электрические и магнитные поля (кроме земного) должны быть исключены.

3.2 Перед проведением поверки необходимо ознакомиться с Руководством по эксплуатации АПУ2.770.023РЭ. Должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- 1) поверяемый спектрометр и средства поверки должны быть установлены так, чтобы они не нагревались от внешних источников тепла и не испытывали толчков и ударов;
- 2) подготовить необходимые средства поверки;
- 3) обеспечить наличие на рабочем месте документации на спектрометр (Руководство по эксплуатации, Формуляр, Руководство оператора программы сервисного обслуживания), на все средства поверки действующих свидетельств о поверке, на ГСО – действующих паспортов;
- 4) поверку спектрометра проводить после установления рабочего режима.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 Персонал, проводящий поверку, должен:

- иметь квалификацию поверителя;
- быть допущен к работе с источниками ионизирующих излучений;
- перед проведением поверки ознакомиться с руководством по эксплуатации спектрометра АПУ2.770.023РЭ, эксплуатационными документами на используемые при поверке стандартные образцы, средства измерений и вспомогательное оборудование и строго соблюдать их требования.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки должны применяться средства поверки, приведенные в таблице 3.

Таблица 3

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 9.1 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от 15 °С до 25 °С с абсолютной погрешностью не более 1 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 % до 90 % с погрешностью не более 2 %; Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 80 до 106 кПа с абсолютной погрешностью не более 0,5 кПа; Средства измерений напряжений питающей сети в диапазоне до 600 В с относительной погрешностью не более 1 %	Измеритель температуры и влажности микропроцессорные ИТВР 2606, рег. № 20857-07; Барометры-анероиды метеорологические БАММ-1, рег. № 5738-76; Мультиметр цифровой АКИП-2203, рег. № 77699-20.
Опробование	Государственные стандартные образцы по ГОСТ 8.315-2019 «ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов»	Стандартные образцы с 1% содержанием элемента в борной кислоте
Определение метрологических характеристик	Государственные стандартные образцы по ГОСТ 8.315-2019 «ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов»	Государственные стандартные образцы в соответствии с областью применения спектрометра и набором определяемых элементов

Примечание – Допускается использовать при поверке другие утверждённые и аттестованные эталоны единиц величин, стандартные образцы, поверенные средства измерений утверждённого типа, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 Поверители и работники, обеспечивающие подготовку рабочих мест для проведения поверки должны соблюдать требования:

- санитарных правил и нормативов СанПиН 2.6.1.2523-09 «Нормы радиационной безопасности» (НРБ-99/2009);
- санитарных правил и нормативов СП 2.6.1.2612-10 «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ 99/2010)»;
- правил по охране труда при эксплуатации электроустановок;
- правил техники безопасности, указанных в руководстве по эксплуатации на спектрометр АПУ2.770.023РЭ;

- правил промышленной безопасности при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением.

6.2 Спектрометры должны быть заземлены путём соединения зажима защитного заземления с контуром защитного заземления медным проводником сечением не менее 2,5 мм².

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 Проверить внешним осмотром:

- соответствие внешнего вида спектрометра описанию и изображениям, приведённым в описании типа;
- проверить наличие мастичных пломб на корпусе спектрометра в соответствии с описанием типа;
- отсутствие внешних повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность спектрометра (в том числе в соединительных кабелях);
- наличие маркировки, четкость надписей на панелях спектрометра и соответствие их технической документации;
- исправность органов управления;
- комплектность спектрометра (без запасных частей и расходных материалов) в соответствии с формуляром;
- надежность крепления шин заземления и сетевых вилок.

7.2 Результаты проверки спектрометра считать положительными, если его внешний вид удовлетворяет требованиям п. 7.1.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Контроль условий поверки

Измерить температуру и относительную влажность воздуха, атмосферное давление, напряжение питающей сети на месте поверки радиометра. Результаты измерений внести в протокол поверки.

8.2 Опробование

При опробовании необходимо выполнить следующие операции:

- произвести подготовку к работе спектрометра, его включение, установление рабочего режима в соответствии с разделом «Порядок работы» Руководства по эксплуатации;
- проверить общее функционирование, настройку аналитических трактов по тестам Программы сервисного обслуживания;
- определить скорости счета и контрастности на аналитических линиях для всех элементов, соответствующих комплектности каналов данного спектрометра с использованием стандартных образцов, указанных в разделе 5, и при условиях измерения, указанных в разделе 3.

Определение скорости счета и контрастности на аналитических линиях проводится по тесту «Контрастность» Программы сервисного обслуживания, выполняющей нижеуказанные вычисления:

- число измерений – три, с экспозицией, равной 10с;
- регистрация каждого измерения.

Значения скорости счета на линии на стандартном образце η и контрастность K для каждой анализируемой линии определяется по формулам:

$$\eta = \frac{\overline{N_k}}{T} \quad (1)$$

$$K = \frac{\overline{N_k}}{\overline{N_f}} \quad (2)$$

где $\overline{N_k}$ - среднее арифметическое значение зарегистрированного числа импульсов от стандартного образца с 1 % содержанием элемента;

T – экспозиция, с;

$\overline{N_f}$ - среднее арифметическое значение зарегистрированного числа импульсов от стандартного фонового образца (H_3BO_4).

Результаты опробования считаются удовлетворительными, если полученные значения скоростей счета на линии на стандартном образце и контрастности для каждой анализируемой линии соответствуют значениям, указанным в формуляре АПУ 2.770.023 ФО.

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

Определение основной относительной погрешности измерения интенсивности аналитических линий в диапазоне определяемых элементов проводят для спектрометрических каналов на анализируемые элементы, указанные в документации на спектрометр, с использованием стандартных образцов (ГСО), указанных в пункте 5.1 настоящей методики поверки, по тесту «Погрешность» программы сервисного обслуживания при следующих условиях выбора ГСО и режимов измерения:

Массовая доля элемента в ГСО, на котором производится измерение интенсивности аналитической линии, и режим работы рентгеновской трубки в пределах, указанных в формуляре АПУ 2.770.023 ФО,

значение экспозиции (время счёта импульсов) в пределах от 10 до 100 с, должны выбираться из расчёта выполнения соотношения:

$$\frac{100}{\sqrt{\eta T}} < \frac{1}{2} A_0, \quad (3)$$

где η - скорость счёта на линии, c^{-1} ;

T – экспозиция, с;

A_0 – значение основной погрешности средства измерения, %.

Каждое измерение проводится в режиме вращения образца и с выводом его из-под облучения после измерения. Время пауз между измерениями одной пробы или число проверяемых проб выбирается из расчёта: одиннадцать измерений каждой аналитической линии в течение не менее одного часа.

Программа выполняет три серии измерений, при этом в каждой серии одиннадцать измерений. Для каждой серии измерений рассчитывается дисперсия S_L^2 по формуле:

$$S_L^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (N_{iL} - \bar{N}_{cL})^2}{n - 1} \quad (4)$$

где N_{iL} – число импульсов при i -м измерении в L -й серии;

L – номер серии, $L = 1, 2, 3$;

n – число измерений в серии;

\bar{N}_{cL} – среднее арифметическое значение зарегистрированного числа импульсов в серии

$$\bar{N}_{cL} = \frac{\sum_{i=1}^n N_{iL}}{n} \quad (5)$$

Найденные значения дисперсии проверяются на однородность по критерию Кохрена сравнением с табличным значением отношения максимальной дисперсии к сумме всех дисперсий, рассчитанного по формуле:

$$G_{max} = \frac{S_{max}^2}{\sum_{i=1}^L S_i^2} \quad (6)$$

При однопроцентном уровне значимости для числа серий $L=3$ и числе степеней свободы $n-1=10$ табличное значение $G=0,674$.

Если G_{max} больше соответствующего табличного значения G , то после выяснения и устранения причины неоднородности дисперсий, измерения повторяются.

Если G_{max} меньше соответствующего табличного значения G , дисперсия усредняется и относительная основная погрешность измерения интенсивности аналитических линий, определяется в процентах по формуле

$$A_0 = \frac{100}{\bar{N}} \cdot \sqrt{|\bar{S}^2 - \sigma_{теор}^2|} \quad (7)$$

$$\text{где} \quad \bar{N} = \frac{1}{3} \sum_{L=1}^3 \bar{N}_{Li}; \quad \bar{S}^2 = \frac{1}{3} \sum_{L=1}^3 S_L^2; \quad \sigma_{теор}^2 = \bar{N}$$

В случае, если в каждой серии измерений основная относительная погрешность измерения интенсивности аналитических линий A_0 , рассчитанная по формуле (7), меньше заданной величины, то проверку по критерию Кохрена допускается не проводить. При этом основной относительной погрешностью измерения интенсивности аналитических линий, следует считать максимальное из полученных значений A_0 .

Результаты поверки спектрометра по определению основной относительной погрешности измерения интенсивности аналитических линий в диапазоне определяемых элементов считать положительными, если полученное значение основной относительной погрешности измерения интенсивности аналитических линий в диапазоне определяемых элементов не превышает $\pm 0,2 \%$.

10 Проверка программного обеспечения

10.1 Выйти в главное меню спектрометра. Нажать кнопку «ПО» и в открывшемся окне прочитать идентификационные данные программного обеспечения спектрометра.

10.2 Результаты проверки считать положительными, если идентификационные данные встроенного программного обеспечения спектрометра, определённые в 10.1, соответствуют значениям, приведённым в описании типа спектрометра.

11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты поверки спектрометра оформляются в соответствии с приказом Министерства промышленности и торговли Российской Федерации № 2510 от 31 июля 2020 г.

11.2 По результатам поверки должны быть оформлены протоколы.

11.3 Сведения о результатах поверки спектрометра должны быть переданы в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

11.4 По заявлению владельца спектрометра или лица, представившего его на поверку, при положительных результатах поверки выдается свидетельство о поверке, и (или) в формуляр АПУ2.770.023ФО вносится запись о проведенной поверке или адрес ссылки на электронную

версию свидетельства о поверке в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

11.5 В случае отрицательных результатов поверки, по заявлению владельца спектрометра или лица, представившего его на поверку, выдается извещение о непригодности к применению средства измерений.

И.о. начальника НИО-4 ФГУП «ВНИИФТРИ»



О. А. Картавенко

Заместитель начальника НИО-4 по научной работе
ФГУП «ВНИИФТРИ»



О. И. Коваленко