

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. Собина

23 " 11 2023 г.

**«ГСИ. Спектрометры рентгеновские
энергодисперсионные WEPER.
Методика поверки»
МП 01-251-2023**

Екатеринбург

2023

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. 251, Вострокнутова Е.В.
3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2023 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения	4
2	Нормативные ссылки	4
3	Перечень операций поверки	5
4	Требования к условиям проведения поверки	5
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку	5
6	Метрологические и технические требования к средствам поверки	5
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	6
8	Внешний осмотр средства измерений	6
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений	7
10	Проверка программного обеспечения средства измерений	7
11	Определение метрологических характеристик средства измерений	7
12	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	7
13	Оформление результатов поверки	8

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на спектрометры рентгеновские энергодисперсионные WEPER (далее – спектрометры), выпускаемые «Changsha Kaiyuan Instruments Co, LTD», Китай, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость спектрометров к ГЭТ 176-2019 «Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» путем применения стандартных образцов утвержденных типов в соответствии с поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта Российской Федерации от 19.02.2021 г. №148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах».

1.3 В настоящей методике реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки спектрометров, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
	XRF2500, XRF2510, XRF2501
Диапазон определяемых элементов	от F(9) до U(92)
Чувствительность (на линии FeK α), имп/(с·мкА·%), не менее	20
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (на линии FeK α)*, %	1,0
* - при измерении скорости счета импульсов для железа в стандартном образце ГСО 11036-2018 с массовой долей железа от 0,90 % до 1,10 %.	

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;

- Приказ Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 г. N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

- Приказ Росстандарта от 19.02.2021 №148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах».

3 Перечень операций поверки

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

Таблица 2 - Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций поверки при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений	да	да	11
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, поверка прекращается, спектрометр бракуется.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +20 до +33
- относительная влажность, % от 20 до 80 при температуре до 30°C вкл.
от 20 до 60 при температуре св. 30°C

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке спектрометра допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в установленном порядке в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на спектрометр.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование 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 и относительной влажности с диапазонами измерений температуры от плюс 20 °С до плюс 33 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,7$ °С, диапазон измерений относительной влажности от 20 % до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности $\pm 2,5$ %	Термогигрометр электронный «CENTER» 313, рег. 22129-09
Раздел 11 Определение метрологических характеристик	Стандартный образец массовой доли железа в твердой матрице (Fe-TM CO УНИИМ), интервал аттестованных значений массовой доли железа от 0,9 % до 1,1 %, границы допускаемых значений относительной погрешности при $P=0,95$ от ± 3 %	ГСО 11036-2018
Примечание - Допускается использовать при поверке другие типы стандартных образцов, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.		

6.2 Стандартные образцы, применяемые для поверки, должны иметь действующий паспорт, средства измерений должны быть поверены.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

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

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- соответствие комплектности, указанной в описании типа;
- наличие обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре спектрометра выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

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

9.2 Подготавливают спектрометр в соответствии с РЭ.

9.3 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготавливают в соответствии с инструкцией по применению, средства измерений, используемые при поверке, согласно их эксплуатационной документации.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) спектрометра. Для получения информации о номере версии, в основном окне ПО необходимо перейти во вкладку «Help» («Помощь»). В строчке «Software version» будет указана актуальная версия ПО. Идентификационные наименования и номера версий ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение для моделей		
	XRF2500	XRF2510	XRF2501
Идентификационное наименование ПО	WEPER-XRF2500 EDXRF Spectrometer Software	WEPER-XRF2510 EDXRF Spectrometer Software	WEPER-XRF2501 EDXRF Spectrometer Software
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	V1.0.13		
Цифровой идентификатор ПО	-		

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка чувствительности и относительного среднего квадратического отклонения (далее – относительное СКО) выходного сигнала.

11.1.1 Проверку чувствительности и относительного СКО выходного сигнала спектрометра проводят с помощью стандартных образцов утвержденного типа из таблицы 3 (далее - ГСО).

11.1.2 Для проведения измерений устанавливают на измерительную позицию спектрометра ГСО, запускают измерение (выходные параметры на высоковольтном генераторе: сила тока 200 мкА, напряжение 25 кВ, время накопления выходного сигнала не менее 100 с). Проводят 10 измерений выходного сигнала на линии FeK α .

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 По данным, полученным по п. 11.1, рассчитывают чувствительность спектрометра для железа, $\text{имп}/(\text{с}\cdot\text{мкА}\cdot\%)$, по формуле

$$K_{\alpha} = \frac{\bar{Y}}{I \cdot A \cdot t}, \quad (1)$$

где A - аттестованное значение массовой доли железа, указанное в паспорте ГСО, %;
 I - величина тока рентгеновской трубки, которая задается при измерении с помощью программного обеспечения спектрометра, мкА;

t - время накопления выходного сигнала, с;

\bar{Y} - среднее арифметическое значение интенсивности сигнала спектрометра для железа, имп, которое вычисляется по формуле

$$\bar{Y} = \frac{\sum_{i=1}^n Y_i}{n}, \quad (2)$$

где Y_i - i -й результат измерений интенсивности для железа, имп;

n - число измерений.

12.2 Полученное значение чувствительности спектрометра должно удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.3 По данным, полученным по п. 11.1, рассчитывают значение относительного СКО выходного сигнала, S_r , %, для железа по формуле

$$S_r = \frac{S}{\bar{Y}} \cdot 100, \quad (3)$$

где S - среднее квадратическое отклонение выходного сигнала спектрометра для железа, имп, которое вычисляется по формуле

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (Y_i - \bar{Y})^2}{n-1}}, \quad (4)$$

12.4 Значение относительного СКО выходного сигнала для железа должно соответствовать требованиям, приведенным в таблице 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки спектрометр признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки на спектрометры не предусмотрено. Пломбирование спектрометров не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к применению.

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

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

Разработчик:

Зам. зав. лаб. 251 УНИИМ – филиала
 ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



Е.В. Вострокнутова