Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»

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
"__" ____ 2024 г.

«ГСИ. Спектрометры рентгенофлуоресцентные волнодисперсионные S8 TIGER. Методика поверки»

МП 38-251-2024

Екатеринбург

2024

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 2024 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения 4
2 Нормативные ссылки 4
3 Перечень операций поверки 4
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 и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям 7
12 Оформление результатов поверки 8

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные волнодисперсионные S8 TIGER (далее – спектрометры), выпускаемые «BRUKER AXS GmbH», Германия, 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 государственной 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
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала[1)], %	0,5
Чувствительность (скорость счета на линии Fe Kα)[1)], кимп/(с·мА·%), не менее	1
[1)] 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	
Внешний осмотр средства измерений	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям			11
Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	да	да	11.1
Определение чувствительности	да	да	11.2

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 +15 до +25
- относительная влажность, % не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

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

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 окружающей среды и относительной влажности с диапазонами измерений,	Термогигрометр электронный «CENTER» 313, рег. № 22129-09

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
средства измерений	охватывающими условия по п. 4: диапазон измерений относительной влажности от 0 % до 80 %, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности ± 2,5 %, диапазон измерений температуры от плюс 15°С до плюс 25°С, пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 0,7 °С	
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Стандартный образец массовой доли железа в твердой матрице; интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли железа от 0,90 % до 1,10 %; границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения при Р=0,95 ±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 – 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 прекращается, спектрометр бракуется.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

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

9.2 Подготавливают спектрометр в соответствии с РП.

9.3 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготавливают в соответствии с инструкцией по применению.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) спектрометра. Наименование и версия программного обеспечения указывается в меню «Пуск», «Параметры», «Приложения».

Идентификационное наименование и номер версии ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	SPECTRAplus
Номер версии (идентификационный номер) ПО	4.x.x*
Цифровой идентификатор ПО	-
*x - обозначение номера версии метрологически незначимой части ПО, может принимать значения от 0 до 99.	

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

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения (далее – СКО) выходного сигнала

11.1.1 Определение относительного СКО выходного сигнала проводят с использованием стандартного образца массовой доли железа в твердой матрице (Fe-ТМ СО УНИИМ) ГСО 11036-2018 (далее – СО) согласно таблице 3.

11.1.2 Помещают СО на измерительную позицию спектрометра и запускают измерения в соответствии с РП. Устанавливают следующие условия: время накопления сигнала 100 с, напряжение на трубку 20 кВ, ток на трубку 50 мА. Проводят не менее 10 измерений выходного сигнала железа на линии Kα.

11.1.3 Относительное СКО выходного сигнала рассчитывают по формуле

$$S_j = \frac{100}{\bar{X}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{n}(X_j - \bar{X})^2}{n-1}}, \quad (1)$$

где X_j – j-ый результат измерений выходного сигнала железа, кимп/с;

$\bar{X}$ – среднее арифметическое значение выходного сигнала железа, кимп/с, рассчитанное по формуле

$$\bar{X} = \frac{\sum_{j=1}^{n} X_j}{n}, \quad (2)$$

где n – количество измерений выходного сигнала.

Полученные значения относительного СКО выходного сигнала железа должны

удовлетворять требованиям таблицы 1.

11.2 Определение чувствительности

11.2.1 Определение чувствительности проводят по результатам, полученным по п. 11.1.

11.2.2 Чувствительность рассчитывают по формуле

$$N = \frac{\bar{X}}{I \cdot A}, \quad (3)$$

где A – аттестованное значение массовой доли железа в СО, %;

I - величина тока рентгеновской трубки, которая задается при измерении с помощью программного обеспечения спектрометра, мА.

11.2.3 Полученное значение чувствительности должно удовлетворять требованиям таблицы 1.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

12.2 При положительных результатах поверки спектрометр признают пригодным к применению.

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

12.4 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к применению.

12.5 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными действующими на момент проведения поверки нормативными правовыми актами в области обеспечения единства измерений или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещение о непригодности к применению средства измерений.

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

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