



НИЦПВ

**АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
«НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР ПО ИЗУЧЕНИЮ СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТИ И ВАКУУМА»**

**СОГЛАСОВАНО
Генеральный директор
АО «НИЦПВ»**



Д.М. Михайлюк

« 05 » июля 2024 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Спектрометры рентгенофлуоресцентные
микрофокусные MC50**

**Методика поверки
МП ДИ24-37-2024**

**Москва
2024**

СОДЕРЖАНИЕ

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

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные микрофокусные MC50 (далее – спектрометры), изготовленные ООО «Амтертек», РФ, модификаций MC50M и MC50B, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

1.2 Спектрометры предназначены для измерений интенсивностей аналитических линий химических элементов и, путем их пересчета, определения массовой концентрации элементов содержащихся в образце. Образцы могут находиться в твердой или жидкой фазе, в том числе спектрометры могут использоваться для анализа нефти и нефтепродуктов.

1.3 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость спектрометров к ГЭТ 176-2019 «Государственный первичный эталон 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 19.02.2021г. №148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах».

1.4 При реализации процедуры методики используется метод прямых измерений.

2 Перечень операций поверки

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции, выполняемые при проведении поверки.

Наименование операции поверки	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
		При первичной поверке	При периодической поверке
1. Внешний осмотр спектрометра	7	Да	Да
2. Подготовка к поверке и опробование спектрометра	8	Да	Да
3. Проверка программного обеспечения спектрометра	9	Да	Да
4. Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	10		
4.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала *	10.1	Да	Да
4.2 Определение чувствительности на К α линии Mn.	10.2	Да	Да
4.3. Определение энергетического разрешения на К α линии Mn.	10.3	Да	Да
4.4 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	10.4	Да	Да
*по стандартному образцу с массовой долей марганца 1,77%			

2.2 Проведение поверки не в полном объеме, для меньшего числа измеряемых величин не предусмотрено.

3 Метрологические и технические требования к средствам поверки

3.1 При проведении поверки применяются средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки, используемые при поверке

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.п. 10.1-10.2	Стандартный образец с аттестованным значением массовой доли марганца 1,77%, расширенная неопределенность аттестованного значения $U=0,02\%$.	Стандартный образец бронзы безоловянной ГСО 11363-2019 (далее – ПО-1)
п.10.3	Стандартный образец с массовой долей марганца не менее 95 %.	Стандартный образец состава марганца металлического типа Мн95 (Ф5) ГСО 1095-90П (далее – ПО-2)
п.8.1	Средство измерений температуры окружающей среды в диапазоне от +15 °С до +35 °С с абсолютной погрешностью не более $\pm 0,5$ °С. Средство измерений относительной влажности окружающей среды в диапазоне от 10 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более ± 3 %.	Прибор комбинированный Testo 622, рег. №53505-13

3.2 Допускается применение других средств поверки с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого спектрометра с требуемой точностью.

4 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться требования ГОСТ 12.3.019-80 «Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности» и «Нормы радиационной безопасности» НРБ-99/2009.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 Операции поверки проводятся юридическими лицами и индивидуальными предпринимателями, аккредитованными в установленном порядке.

5.2 К проведению измерений для поверки допускаются лица:

- прошедшие обучение и имеющие удостоверение поверителя для данного вида измерений;
- знающие основы рентгенофлуоресцентного анализа;
- изучившие Руководство по эксплуатации (далее – РЭ) и Методику поверки поверяемого спектрометра.

6 Требования к условиям проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С.....от +15 до + 35
- относительная влажность воздуха, %от 10 до 80

7 Внешний осмотр спектрометра

7.1 При внешнем осмотре должны быть установлены:

- надёжность крепления соединительных элементов;
- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность и метрологические характеристики спектрометра;
- исправность органов управления;
- соответствие внешнего вида спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- четкость обозначений и маркировки;
- наличие и исправность заземления.

7.2 Результаты внешнего осмотра спектрометра считают положительными, если выполняются все требования п. 7.1

8 Подготовка к поверке и опробование спектрометра

8.1 Подготовка спектрометра к работе провести в соответствии с руководством по эксплуатации, убедиться в соответствии условий проведения поверки требованиям по п.6.

8.2 Перед проведением поверки спектрометр должен быть выдержан во включенном состоянии не менее 60 минут при значениях напряжения и тока на рентгеновской трубке 20 кВ и 10 мкА, соответственно.

8.3 В соответствии с РЭ убедиться в наличии связи между управляющим ПК и спектрометром, возможности изменения напряжения и тока рентгеновской трубки.

8.4 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки по п. 8 с положительным результатом, если выполнены все требования п.п.8.1-8.3.

9 Проверка программного обеспечения

9.1 Для идентификации программного обеспечения спектрометра необходимо:

- запустить рабочую программу спектрометра согласно руководству по эксплуатации;
- открыть меню "Справка", активировать подменю "О программе";
- считать название программного обеспечения и номер версии.

9.2 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные признаки ПО спектрометра соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	PXRF
Номер версии (идентификационный номер) ПО	5.0.0 и выше
Цифровой идентификатор ПО	-

10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

10.1.1 Установить на столик образцов поверочный образец ПО-1 (ГСО 11363-2019).

10.1.2 Установить следующие режимы работы спектрометра:

- напряжение и ток рентгеновской трубки: 40 кВ; 5-100 мкА (ток подбирается в зависимости от загрузки детектора, оптимальное значение 10000-25000 имп/с, но не более 50000 имп/с).

- время набора спектра в точке 100 с.

10.1.3 Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала спектрометра определяют на К α линии Мп. Для этого провести 10 измерений интенсивности К α линии Мп. Предварительно убедиться, что значение параметра «мертвое время» не более 50 %, в противном случае уменьшить значение тока рентгеновской трубки на необходимую величину.

10.1.4 Определить относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала по формуле:

$$S_{\text{отн}} = \frac{100\%}{\bar{I}} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_i - \bar{I})^2}{n-1}} \quad (1)$$

где $\bar{I} = \frac{\sum_{i=1}^n I_i}{n}$, (2)

I_i – значение интенсивности выходного сигнала (имп.) для измерения с номером i ($i=1, 2, \dots, n$), $n=10$.

10.2 Определение чувствительности на К α линии Мп

Используя данные, полученные по п.10.1, рассчитать значение чувствительности на К α линии Мп по формуле:

$$K = \frac{\bar{I}}{I_{\text{XRT}} \cdot A \cdot t} \quad (3)$$

где I_{XRT} – значение тока рентгеновской трубки, мкА;

\bar{I} – среднее значение интенсивности К α линии Мп, имп., определяемое по формуле (2);

A – аттестованное значение массовой доли Мп в поверочном образце ПО-1, %;

t – время набора спектра, с.

10.3 Определение энергетического разрешения на К α линии Мп

10.3.1 Установить в спектрометр поверочный образец ПО-2 (стандартный образец состава марганца металлического ГСО 1095-90П).

10.3.2. Установить следующие режимы работы спектрометра:

- напряжение и ток рентгеновской трубки: 40 кВ; 40-100 мкА;

- время набора спектра в точке 100 с.

10.3.3 Зарегистрировать рентгеновский спектр, включающий К α линию Мп. Убедиться, что значение параметра «мертвое время» не превышает 20 %, в противном случае уменьшить ток рентгеновской трубки на необходимую величину.

10.3.4 На полученном рентгеновском спектре определить интенсивность в максимуме I_{\max} линии Ка марганца.

10.3.5 Определить точки E_1 и E_2 по оси энергии рентгеновского спектра по обе стороны от максимума линии Ка марганца ($E_1 < E_2$), соответствующие интенсивности линии Ка марганца на полувысоте.

10.3.6 Энергетическое разрешение спектрометра на линии Ка марганца ΔE_{Mn} , эВ, вычислить по формуле:

$$\Delta E_{Mn} = E_2 - E_1, \quad (4)$$

где значения E_1 и E_2 определяют по п.10.3.5 и выражают в эВ.

10.4 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.4.1 Результаты определения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала считать положительными, если выполнено требование

$$S_{отн} \leq 1\%$$

где $S_{отн}$ определяется по формуле (1).

10.4.2 Результаты определения чувствительности на Ка линии Мп считать положительными, если выполнено требование

$$K \geq 60 \text{ имп/(с} \cdot \text{мкА} \cdot \%),$$

где значение K определяется по формуле (3).

10.4.3 Результаты определения энергетического разрешения спектрометра на линии Ка марганца ΔE_{Mn} считать положительными, если выполнено требование

$$\Delta E_{Mn} \leq 135 \text{ эВ}$$

где значение ΔE_{Mn} определяют по формуле (4).

11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты поверки оформляются протоколом, в котором указывают результаты измерений по п.п.10.1-10.3 и выводы о соответствии метрологическим требованиям по п.10.4 настоящей методики. Протокол хранится в организации, проводившей поверку.

11.2 Спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признают годным к применению. Свидетельство о поверке оформляется в соответствии с требованиями нормативно-правовых актов в области обеспечения единства измерений. Знак поверки наносится в виде оттиска поверительного клейма на свидетельство о поверке спектрометра.

11.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр запрещают к применению. Извещение о непригодности, оформленное в соответствии с требованиями нормативно-правовых актов в области обеспечения единства измерений, выдают по заявлению владельца средства измерений или лица, представившего средство измерений на поверку.

11.4 Сведения о результатах поверки (положительных или отрицательных) передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Начальника отдела АО «НИЦПВ»,
кандидат физ.-мат. наук



В.Б. Митюхляев