



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 жидким 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 жидким 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 применения 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 Mn95 (Ф5) ГСО 1095-90П (далее – ПО-2)
п.8.1	Средство измерений температуры окружающей среды в диапазоне от +15 °C до +35 °C с абсолютной погрешностью не более $\pm 0,5$ °C. 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, °C 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 считаются положительными, если выполняются все требования п. 7.1

8 Подготовка к поверке и опробование спектрометра

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

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 мА, соответственно.

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

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 Ка линии Mn. Для этого провести 10 измерений интенсивности Ка линии Mn. 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:

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

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

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

10.2 Определение чувствительности на Ка линии Mn

Используя данные, полученные по п.10.1, рассчитать значение чувствительности на Ка линии Mn по формуле:

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

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

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

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

t – время набора спектра, с.

10.3 Определение энергетического разрешения на Ка линии Mn

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 Ка линию Mn. 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 К α марганца.

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

10.3.6 Энергетическое разрешение спектрометра на линии К α 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

$$S_{omn} \leq 1\%$$

где S_{omn} определяется по формуле (1).

10.4.2 Результаты определения чувствительности на К α линии Mn считать положительными, если выполнено требование

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

где значение K определяется по формуле (3).

10.4.3 Результаты определения энергетического разрешения спектрометра на линии К α 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