

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. Соби́на

11 2024 г.



«ГСИ. Анализаторы рентгенофлуоресцентные
энергодисперсионные модернизированные
АДК ПРИЗМА-М. Методика поверки»
МП 61-251-2024

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** вед. инженер лаб. 251, Чунихина О.А.
- 3. СОГЛАСОВАНА** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2024 г.

СОДЕРЖАНИЕ

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

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на анализаторы рентгенофлуоресцентные энергодисперсионные модернизированные АДК ПРИЗМА-М (далее – анализаторы), выпускаемые ООО «ЮПХ», Россия, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость:

- 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»;

- к ГЭТ 3-2020 «Государственному первичному эталону единицы массы (килограмма)» путем применения стандартных образцов утвержденных типов, метрологические характеристики которых определены методом межлабораторного эксперимента с использованием аттестованных методик измерений, предусматривающих применение поверенных весов, прослеживаемых к ГЭТ 3-2020 в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 04.07.2022 г. № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы».

1.3 В настоящей методике реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, 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
Диапазон измерений массовой доли элементов, осажденных на фильтрах ¹⁾ , млн ⁻¹	от 0,1 до 11000
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли элементов, осажденных на фильтрах ¹⁾ , %, в поддиапазонах измерений: - от 0,1 до 1 млн ⁻¹ включ. - св. 1 до 11000 млн ⁻¹ включ.	±20 ±10
Диапазон измерений массовой доли элементов в металлах и сплавах ²⁾ , %	от 0,001 до 100
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли элементов в металлах и сплавах ²⁾ , %, в поддиапазонах измерений: - от 0,001 % до 0,1 % включ. - св. 0,1 % до 1 % включ. - св. 1 % до 10 % включ. - св. 10 % до 100 % включ.	±25 ±20 ±5 ±3
Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала на линиях К-серии Fe ³⁾ , %, не более	2
Чувствительность на линиях К-серии Fe ³⁾ , имп/(с·мкА·%), не менее	200

Наименование характеристики	Значение
¹⁾ Значения нормированы для анализаторов, которые имеют режим «FLT» (измерение массовой доли элементов, осаждённых на фильтрах). ²⁾ Значения нормированы для элементов в стандартных образцах сплавов на железной основе. ³⁾ Значение нормировано для железа в стандартном образце массовой доли железа в твердой матрице с массовой долей 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. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;
- Приказ 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»;
- Приказ Росстандарта Российской Федерации от 04.07.2022 г. № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы».

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 относительной погрешности измерений массовой доли элементов, осаждённых на фильтрах	да*	да*	11.1
Проверка диапазона измерений массовой доли элементов, осаждённых на фильтрах	да*	да*	11.2
Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов в металлах и сплавах	да	нет**	11.3
Проверка диапазона измерений массовой доли элементов в металлах и сплавах	да	нет**	11.4
Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала на линиях К-серии Fe	да	да	11.5

Наименование операции	Обязательность проведения операций поверки при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Определение чувствительности на линиях К-серии Fe	да	да	11.6

*Операции по п.11.1, п.11.2 выполняют, если анализатор имеет режим «FLT» (измерение массовой доли элементов, осаждённых на фильтрах)

**При периодической поверке анализаторов, которые применяются в соответствии с аттестованными методиками (методами) измерений, разработанными для конкретных объектов, операции по п.11.3, п.11.4 не выполняют. Инструментальную часть неисключённой систематической погрешности в таких методиках оценивают на основании допускаемых значений чувствительности и СКО выходного сигнала.

4 Требования к условиям проведения поверки

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.2 Для получения экспериментальных данных с анализатора допускается участие сервис-инженера или оператора, обслуживающего средство измерений.

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 11.1 Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов, осаждённых на фильтрах Раздел 11.2 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов, осаждённых на фильтрах	Стандартные образцы массовой доли железа, осажденного на фильтр из водного раствора, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов от 0,1 до 1 млн ⁻¹ включ. относительная погрешность аттестованных значений при P=0,95 не более ±10 %*;	ГСО 8465-2003; ГСО 11036-2018
	Стандартные образцы массовой доли железа, осажденного на фильтр из водного раствора, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов св. 1 до 16,5 млн ⁻¹ включ., относительная погрешность аттестованных значений при P=0,95 не более ±5 %*;	
	Стандартный образец массовой доли железа в твердой матрице; интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли железа от 0,90 % до 1,10 % (от 9000 до 11000 млн ⁻¹); относительная погрешность аттестованных значений при P=0,95 не более ±5 %*	
Раздел 11.3 Определение относительной погрешности измерений массовой доли в металлах и сплавах Раздел 11.4 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов в металлах и сплавах	Стандартные образцы сплавов на железной основе, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов от 0,001 % до 0,1 % включ., относительная погрешность аттестованных значений при P=0,95 не более ±12,5 %*;	ГСО 8876-2007; ГСО 8456-2003
	Стандартные образцы сплавов на железной основе, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов св. 0,1 % до 1 % включ., относительная погрешность аттестованных значений при P=0,95 не более ±10 %*;	
	Стандартные образцы сплавов на железной основе, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов св. 1 % до 10 % включ., относительная погрешность аттестованных значений при P=0,95 не более ±2,5 %*;	
Раздел 11.5 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала на линиях	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	ГСО 11036-2018

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
К-серии Fe Раздел 11.6 Определение чувствительности на линиях К-серии Fe	аттестованного значения при $P=0,95 \pm 3 \%$	
*Соотношение погрешности аттестованного значения массовой доли элемента в стандартном образце к погрешности поверяемого анализатора должно быть не более 0,5. Примечание - Допускается использовать при поверке другие типы стандартных образцов, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.		

6.2 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены.

6.3 Стандартные образцы, применяемые для поверки, должны иметь действующий паспорт.

6.4 При выборе средств поверки в части стандартных образцов рекомендуется отдавать приоритет стандартным образцам с установленной метрологической прослеживаемостью к государственным первичным эталонам единиц величин того же рода.

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 анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в описании типа;
- наличие обозначений, маркировки и предусмотренных пломб;

8.2 В случае, если при внешнем осмотре анализатора выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, поверка прекращается, анализатор бракуется.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

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

9.2 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготавливают в соответствии с инструкцией по применению. Перед измерением поверхность стандартных образцов сплавов на железной основе должна быть гладкой и не иметь дефектов, а также должна быть очищена от загрязнений и оксидной пленки.

9.3 Подготавливают анализатор в соответствии РЭ. При необходимости перед проведением поверки должна быть проведена настройка анализатора и калибровка в соответствии с РЭ и РП.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) анализатора. На панели управления работой анализатора выбирают кнопку управления «О программе». Наименование и номер версии ПО анализатора должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	ADC Prizma-M
Номер версии (идентификационный номер) ПО	4.X.X*
* «X» не относится к метрологически значимой части ПО и принимает значения от 0 до 99	

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

11.1 Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов, осаждённых на фильтрах

Проводят измерения массовой доли элементов в стандартных образцах массовой доли железа, осажденного на фильтр из водного раствора и стандартном образце массовой доли железа в твердой матрице (далее – ГСО).

ГСО устанавливают в держатель, далее держатель с ГСО устанавливают во вращающуюся платформу в соответствии с РЭ.

На панели управления работой анализатора в соответствии с РП выбирают режим измерения «FLT» (режим, предназначенный для работы с ГСО массовой доли элементов, осажденных на фильтр). Значение времени экспозиции устанавливают 40 с.

В каждом ГСО измеряют массовую долю железа, осаждённого на фильтр не менее трех раз. Относительную погрешность измерений массовой доли элементов, осаждённых на фильтрах (δ_{ij} , %) рассчитывают по формуле

$$\delta_{ij} = \frac{\omega_{ij} - A_i}{A_i} \cdot 100, \quad (1)$$

где A_i - аттестованное значение массовой доли железа, осаждённого на фильтр в i -ом ГСО, млн^{-1} ;

ω_{ij} - j -ый результат измерения массовой доли железа, осаждённого на фильтр в i -ом ГСО на анализаторе, млн^{-1} .

Полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли железа, осаждённого на фильтр, не должны превышать значений, указанных в таблице 1.

11.2 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов, осаждённых на фильтрах

Проверку диапазона измерений массовой доли элементов, осаждённых на фильтрах, проводят одновременно с определением относительной погрешности измерений массовой доли элементов, осаждённых на фильтрах по п.11.1.

Результаты проверки диапазона измерений массовой доли элементов, осаждённых на фильтрах, считают положительными, если значения относительной погрешности измерений

массовой доли элементов, осаждённых на фильтрах, полученные по п.11.1, удовлетворяют требованиям таблицы 1.

11.3 Определение относительной погрешности измерений массовой доли в металлах и сплавах

Проводят измерения массовой доли элементов в стандартных образцах сплавов на железной основе (далее – ГСО). Элементы выбирают таким образом, чтобы аттестованное значение массовой доли хотя бы одного элемента соответствовало проверяемому поддиапазону.

ГСО устанавливают на измерительную площадку узла позиционирования анализатора в соответствии с РЭ.

На панели управления работой анализатора в соответствии с РП выбирают режим измерения «СТЛ» (для измерений массовой доли элементов в сплавах на железной основе). Значение времени экспозиции устанавливают 20 с.

В каждом ГСО измеряют массовую долю элементов не менее трех раз. Относительную погрешность измерений массовой доли элементов ($\delta_{ijk}, \%$) рассчитывают по формуле

$$\delta_{ijk} = \frac{\omega_{ijk} - A_{ik}}{A_{ik}} \cdot 100, \quad (2)$$

где A_{ik} - аттестованное значение массовой доли k -го элемента в i -ом ГСО, %;

ω_{ijk} - j -ый результат измерения массовой доли k -го элемента в i -ом ГСО на анализаторе, %.

Полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли элементов в металлах и сплавах не должны превышать значений, указанных в таблице 1.

11.4 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов в металлах и сплавах

Проверку диапазона измерений массовой доли элементов проводят одновременно с определением относительной погрешности измерений массовой доли элементов по п.11.3.

Результаты проверки диапазона измерений массовой доли элементов в металлах и сплавах считают положительными, если значения относительной погрешности измерений массовой доли элементов в металлах и сплавах, полученные по п.11.3, удовлетворяют требованиям таблицы 1.

11.5 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала на линиях К-серии Fe

Для определения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала на линиях К-серии Fe используют стандартный образец массовой доли железа в твердой матрице (далее – ГСО).

ГСО устанавливают на измерительную площадку узла позиционирования анализатора в соответствии с РЭ.

На панели управления работой анализатора выбирают режим измерения «Fe».

Проводят не менее пяти измерений выходного сигнала на линиях К-серии Fe (выходные параметры для анализаторов: величина тока рентгеновской трубки 55 мкА, время экспозиции 20 с).

Переходят в окно «Просмотр измерений», выбирают диапазон номеров измерений ГСО, вносят данный диапазон в поле «Номера измерений». Нажимают кнопку «Вычислить среднее значение и СКО», активируя вычисления. Внешний вид окна «Просмотр измерений» представлен на рисунке 1.

При помощи встроенного ПО в столбце «с1» рассчитывают относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала на линиях К-серии Fe (S, %) или по формуле

$$S = \frac{100}{\bar{Y}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (Y_j - \bar{Y})^2}{n-1}}, \quad (3)$$

где Y_j - j -ый результат измерения выходного сигнала на линиях К-серии Fe, имп;

n - количество измерений выходного сигнала на линиях К-серии Fe;

$\bar{Y}$ - среднее арифметическое значение результатов измерений выходного сигнала на линиях К-серии Fe, имп, которое рассчитывают по формуле

$$\bar{Y} = \frac{\sum_{j=1}^n Y_j}{n}, \quad (4)$$

Полученное значение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала на линиях К-серии Fe не должно превышать значения, указанного в таблице 1.

Рисунок 1 - Внешний вид окна «Просмотр измерений»

11.6 Определение чувствительности на линиях К-серии Fe

Определение чувствительности на линиях К-серии Fe проводят одновременно с определением относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала на линиях К-серии Fe по п.11.5.

При помощи встроенного ПО в столбце «с2» рассчитывают чувствительность на линиях К-серии Fe (K , имп/(с·мкА·%) или по формуле

$$K = \frac{\bar{Y}}{I \cdot A \cdot t}, \quad (5)$$

где I - величина тока рентгеновской трубки, мкА;

A - аттестованное значение массовой доли железа в ГСО, %;

t - время экспозиции, с.

Полученное значение чувствительности на линиях К-серии Fe должно удовлетворять требованиям таблицы 1.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

12.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению.

12.3 Нанесение знака поверки на анализаторы не предусмотрено.

12.4 При отрицательных результатах поверки анализатор 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 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.

Разработчик:

**Вед. инженер лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»**

О.А. Чунихина