

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

12 2024 г.



«ГСИ. Спектрометры рентгенофлуоресцентные  
портативные Melytec. Методика поверки»

МП 13-251-2024

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 .....	5
4	Требования к условиям проведения поверки .....	5
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку.....	6
6	Метрологические и технические требования к средствам поверки .....	6
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки .....	7
8	Внешний осмотр средства измерений .....	7
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.....	8
12	Оформление результатов поверки .....	9

## 1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на Спектрометры рентгенофлуоресцентные портативные Melytec (далее – спектрометры), выпускаемые JSPEC INSTRUMENT 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 для модели	
	Melytec ED3	Melytec ED4
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения измерений выходного сигнала <sup>1)</sup> , %	1	
Чувствительность, (имп/с)/% <sup>1)</sup> , не менее	1000	
Диапазон измерений массовой доли элементов <sup>2)</sup> , %	от 0,001 до 100	
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли элементов <sup>2)</sup> , %, в поддиапазонах измерений:		
от 0,001 % до 0,1 % включ.	±15	
св. 0,1 % до 1,0 % включ.	±10	
св. 1,0 % до 30 % включ.	±4	
св. 30 % до 100 %	±3	
<sup>1)</sup> для железа в стандартном образце ГСО 11036-2018 с массовой долей железа от 0,90 % до 1,10 %.		
<sup>2)</sup> для элементов в стандартных образцах состава сталей.		

## 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 измерений выходного сигнала	да	да	11.1
Определение чувствительности	да	да	11.2
Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов <sup>1)</sup>	да	нет	11.3
Проверка диапазона измерений массовой доли элементов <sup>1)</sup>	да	нет	11.4
<sup>1)</sup> при периодической поверке спектрометров, которые применяются в соответствии с аттестованными методиками измерений, разработанными для конкретных объектов, операции по 11.3, 11.4 настоящей методики не выполняют. Инструментальную часть неисключённой систематической погрешности в таких методиках оценивают на основании допускаемых значений чувствительности и СКО выходного сигнала.			

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 РЭ 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
9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средство измерений температуры, относительной влажности с диапазонами измерений, охватывающими условия по разделу 4 настоящей методики: пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерений относительной влажности $\pm 2,5 \%$ , пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 1,0 \text{ }^\circ\text{C}$ .	Термогигрометр электронный «CENTER» 313, рег. № 22129-09
11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения измерений выходного сигнала 11.2 Определение чувствительности	Стандартные образцы имитаторы с массовой долей железа от 0,9 % до 1,1 %, относительная погрешность не хуже $\pm 5 \%$	ГСО 11036-2018
11.3 Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов	Матричные стандартные образцы: Массовая доля элементов от 0,001 % до 0,1 % включ., относительная погрешность не хуже $\pm 7,5 \%$ при $P=0,95$ Массовая доля элементов св. 0,1 % до 1,0 % включ., относительная погрешность не хуже $\pm 5,0 \%$ при $P=0,95$ Массовая доля элементов св. 1,0 % до 30 % включ., относительная погрешность не хуже $\pm 2,0 \%$ при $P=0,95$	ГСО 8456-2003 ГСО 8876-2007

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Массовая доля элементов св. 30 % до 100 %, относительная погрешность не хуже $\pm 1,5$ % при $P=0,95$	
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 термогигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.2 Подготавливают спектрометр в соответствии РЭ.

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. Версия ПО указывается в меню «Настройки»→ «Система»→ «Спецификация».

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	-
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.x или 2.x <sup>1)</sup>
Цифровой идентификатор ПО	-
<sup>1)</sup> x - обозначение номера версии метрологически незначимой части ПО, может содержать буквенные и цифровые символы.	

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

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

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

11.1.2 Помещают СО на измерительную позицию спектрометра, устанавливают время накопления сигнала 100 с и запускают измерения выходного сигнала железа на линии Ка в соответствии с РЭ. Проводят не менее 10 измерений выходного сигнала железа на линии Ка.

11.1.3 Относительное СКО измерений выходного сигнала железа 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, имп/с;

$\bar{X}$  – среднее арифметическое значение выходного сигнала, имп/с, рассчитывают по формуле

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

где  $n$  – количество измерений.

Полученные значения относительного СКО измерений выходного сигнала 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

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

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

Полученное значение чувствительности должно удовлетворять требованиям таблицы 1.

### 11.3 Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов

11.3.1 Проводят измерения массовой доли элементов в стандартных образцах сталей

ГСО 8456-2003, ГСО 8876-2007 (далее – СО). Элементы выбирают таким образом, чтобы аттестованное значение хотя бы одного элемента соответствовало проверяемому поддиапазону.

11.3.2 Каждый СО измеряют не менее пяти раз. Относительную погрешность измерений массовой доли элементов рассчитывают по формуле

$$\delta_j = \frac{t \cdot \frac{S_{ij}}{\sqrt{n}} + (|\Delta_{coij}| + |\bar{X}_{ij} - A_{ij}|)}{\frac{S_{ij}}{\sqrt{n}} + \frac{|\Delta_{coij}| + |\bar{X}_{ij} - A_{ij}|}{\sqrt{3}}} \cdot \sqrt{\frac{(|\Delta_{coij}| + |\bar{X}_{ij} - A_{ij}|)^2}{3} + \frac{S_{ij}^2}{n}} \cdot \frac{100}{A_{ij}}, \quad (4)$$

где  $\bar{X}_{ij}$  – среднее арифметическое значение массовой доли  $j$ -ого элемента в  $i$ -ом СО, %, рассчитанное по формуле

$$\bar{X}_{ij} = \frac{\sum_{k=1}^n X_{ijk}}{n}, \quad (5)$$

где  $X_{ijk}$  –  $k$ -ый результат измерений массовой доли  $j$ -ого элемента в  $i$ -ом СО, %;

$n$  – количество измерений;

$A_{ij}$  – аттестованное значение массовой доли  $j$ -ого элемента в  $i$ -ом СО, %;

$\Delta_{coij}$  – абсолютная погрешность аттестованного значения массовой доли  $j$ -ого элемента в  $i$ -ом СО, %;

$t$  – коэффициент Стьюдента, который зависит от доверительной вероятности  $P$  и количества результатов измерений  $n$ , при  $n=5$  и  $P=0,95$  коэффициент Стьюдента  $t=2,78$ ;

$S_{ij}$  – среднее квадратическое отклонение результатов измерений массовой доли  $j$ -ого элемента в  $i$ -ом СО, %, рассчитанное по формуле

$$S_{ij} = \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^n (X_{ijk} - \bar{X}_{ij})^2}{n-1}}. \quad (6)$$

11.3.3 Полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли элементов должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

11.4 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов

11.4.1 Результаты проверки диапазона измерений массовой доли элементов считают положительными, если значения относительной погрешности измерений, полученные по п.11.3.2, удовлетворяют 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**