

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



**«ГСИ. Спектрометры рентгенофлуоресцентные
универсальные настольные ЭКРОС XRF-9700 STARFISH.
Методика поверки»**

МП 115-251-2024

Екатеринбург

2025

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 2025 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.....	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 универсальные настольные ЭКРОС XRF-9700 STARFISH (далее – спектрометры), выпускаемые ООО «ЭКРОСХИМ», 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 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 на линии Fe K α ¹⁾ , %	1
Чувствительность на линии Fe K α ¹⁾ , имп/(с·мА·%), не менее	10000

¹⁾ Значение нормировано по площади пика; 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».

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 на линии Fe Ka и чувствительности на линии Fe Ka	да	да	11.1

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, °C от +15 до +25
 - относительная влажность, % от 20 до 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке спектрометра допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в установленном порядке в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и изучившие руководство по эксплуатации на спектрометры (далее – РЭ), руководство пользователя на программное обеспечение MEAS9700 (далее – РП).

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

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки согласно таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от плюс 15 °C до плюс 25 °C, с абсолютной погрешностью не более ±1 °C; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне измерений относительной влажности до 80 %, с абсолютной погрешностью не более ±3 %	Термогигрометры электронные «CENTER» моделей 316, 317, рег. № 22129-09
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 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. № 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, 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 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготавливают в соответствии с инструкцией по применению.

9.3 Подготавливают спектрометр в соответствии РЭ. При необходимости перед проведением поверки должна быть проведена настройка и регулировка спектрометра в соответствии с РЭ и РП.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

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

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	MEAS9700
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.X*

* «X» не относится к метрологически значимой части ПО и принимает значения от 1 до 999

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

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала на линии Fe Ka и чувствительности на линии Fe Ka

Для определения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала на линии Fe Ka и чувствительности на линии Fe Ka используют стандартный образец массовой доли железа в твердой матрице (далее – СО). Заданные параметры при поверке: напряжение рентгеновской трубки 25 кВ, ток рентгеновской трубки 0,1 мА (100 мкА), время экспозиции 100 с, размер коллиматора 2 мм, фильтр – без фильтра.

В соответствии с РЭ СО помещают в специальную кювету, далее кювету размещают в кюветодержателе, а кюветодержатель устанавливают в измерительную камеру (или в первую ячейку поддона автосамплера).

В соответствии с РП переходят во вкладку «Поверка». В поле «Концентрация Fe в СО» вводят аттестованное значение массовой доли железа СО.

Проводят десять измерений выходного сигнала на линии Fe Ka (площади пика) (интегральная интенсивность «Интеграл», имп), для этого нажимают кнопку «Выполнить поверку».

При первичной поверке относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала на линии Fe Ka ($S, \%$) и чувствительность на линии Fe Ka ($K, \text{имп}/(\text{с} \cdot \text{mA} \cdot \%)$) рассчитывают при помощи ПО (значения выводятся в соответствующих полях во вкладке «Поверка») и по формулам:

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

$$K = \frac{\bar{Y}}{I \cdot A \cdot t}, \quad (2)$$

где Y_j - j -ый результат измерения выходного сигнала на линии Fe Ka (площади пика), имп (результаты измерений выходного сигнала на линии Fe Ka выводят, нажимая кнопку «Показать результаты расчета» во вкладке «Проверка»);

$\bar{Y} = \frac{\sum_{j=1}^n Y_j}{n}$ - среднее арифметическое значение результатов измерений выходного сигнала на линии Fe Ka (площади пика), имп;

n - количество измерений выходного сигнала на линии Fe Ka (площади пика);

I - величина тока рентгеновской трубки, мА;

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

t - время экспозиции, с.

Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала на линии Fe Ka и чувствительности на линии Fe Ka при помощи ПО должны соответствовать значениям относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала на линии Fe Ka и чувствительности на линии Fe Ka, рассчитанным по формулам (1) и (2). При отрицательных результатах руководствуются п.12.4.

При периодической поверке относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала на линии Fe Ka ($S, \%$) и чувствительность на линии Fe Ka ($K, \text{имп}/(\text{с} \cdot \text{мА} \cdot \%)$) рассчитывают при помощи ПО (значения выводятся в соответствующих полях во вкладке «Проверка») или по формулам (1) и (2).

Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала на линии Fe Ka и чувствительности на линии Fe Ka должны 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.

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 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. Чурихина