

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.И. Соби́на

2025 г.

**«ГСИ. Микронзонды аналитические рентгеновские
сканирующие ЭКРОС XRF-9720 STINGRAY.**

Методика поверки»

МП 110-251-2024

г. 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.....	6
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 микрозонды аналитические рентгеновские сканирующие ЭКРОС XRF-9720 STINGRAY (далее – микрозонды), 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 микрозондов, 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
Чувствительность на линии Fe K α ¹⁾ , имп/(с·мА·%), не менее	1000
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения чувствительности на линии Fe K α ¹⁾ , %	1
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 чувствительности на линии Fe K α и относительного среднего квадратического отклонения чувствительности на линии Fe K α	да	да	11.1

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, поверка прекращается, микрозонд 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 микрозонда допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в установленном порядке в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и изучившие руководство по эксплуатации на микрозонд (далее – РЭ), руководство пользователя на программное обеспечение MEAS9720 (далее – РУ).

5.2 Для получения экспериментальных данных с микрозонда 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 – Метрологические требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от плюс 15 °С до плюс 25 °С, с абсолютной погрешностью не более ± 1 °С; 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
п.11.1 Определение чувствительности на линии Fe K α и относительного среднего квадратического отклонения чувствительности на линии Fe K α	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 $P=0,95 \pm 3$ %	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.

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 микрозонда сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений микрозонда;
- соответствие комплектности, указанной в описании типа;
- наличие обозначений, маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре микрозонда выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, поверка прекращается, микрозонд 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 микрозонд в соответствии РЭ. При необходимости перед проведением поверки должна быть проведена настройка и регулировка микрозонда в соответствии с РЭ и РП.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

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

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	MEAS9720
Номер версии (идентификационный номер) ПО	6.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 чувствительности на линии Fe K α и относительного среднего квадратического отклонения чувствительности на линии Fe K α

Для определения чувствительности на линии Fe K α и относительного среднего квадратического отклонения чувствительности на линии Fe K α используют стандартный образец массовой доли железа в твердой матрице (далее – СО). Заданные параметры при поверке: напряжение рентгеновской трубки 25 кВ, ток рентгеновской трубки 0,5 мА (500 мкА), время экспозиции 100 мс (время измерения одной точки), скорость 500 мкм/с, шаг сканирования 500 мкм, тип движения – построчно, фильтр – без фильтра, квадратная область – 5 мм×5 мм.

В соответствии с РП СО устанавливают на предметный стол системы позиционирования микрозонда. Выделяют область сканирования СО 5 мм×5 мм. Для этого на изображении СО указывают кнопкой компьютерной мыши на точку в центре и для отображения области сканирования нажимают на кнопку-колёсико компьютерной мыши. Область сканирования на изображении СО будет отображена в виде прямоугольника с красной границей.

Выбирают вкладку «Настройки» → «Поверка». В поле «Концентрация Fe в СО» вводят аттестованное значение массовой доли железа СО. Далее нажимают «Выполнить тест». ПО микрозонда проводит десять сканирований выделенной области СО и для каждого скана считывает выходной сигнал на линии Fe K α (интегральную скорость счета - отношение числа распределённых импульсов (I_j , имп), зарегистрированных за определенный период времени (t_j , с), к этому периоду времени (t_j , с)), (имп/с)).

При первичной поверке чувствительность на линии Fe K α ($\bar{K}$, имп/(с·мА·%)) и относительное среднее квадратическое отклонение чувствительности на линии Fe K α (S , %) рассчитывают при помощи ПО (значения выводятся в соответствующих полях нажав кнопку «Показать расчеты» во вкладке «Поверка») и по формулам:

$$\bar{K} = \frac{\sum_{j=1}^n K_j}{n}, \quad (1)$$

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

где $K_j = \frac{X_j}{I \cdot A}$ - чувствительность для j -го скана, имп/(с·мА·%);

X_j - результат измерения выходного сигнала на линии Fe K α для j -го скана, имп/с;

n - количество сканов;

I - величина тока рентгеновской трубки, мА;

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

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

При периодической поверке чувствительность на линии Fe K α ($\bar{K}$, имп/(с·мА·%)) и относительное среднее квадратическое отклонение чувствительности на линии Fe K α (S , %) рассчитывают при помощи ПО (значения выводятся в соответствующих полях нажав кнопку «Показать расчеты» во вкладке «Поверка») или по формулам (1) и (2).

Полученные значения чувствительности на линии Fe K α и относительного среднего квадратического отклонения чувствительности на линии Fe K α должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

12.2 При положительных результатах поверки микрозонд признают пригодным к применению.

12.3 Нанесение знака поверки на микрозонды не предусмотрено.

12.4 При отрицательных результатах поверки микрозонд 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. Чумихина