

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. Собина

"22" 04 2025 г.



**«ГСИ. Спектрометры рентгенофлуоресцентные  
волнодисперсионные S8 LION. Методика поверки»**

**МП 97-251-2024**

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 зам. зав. лаб. 251, Вострокнутова Е.В.
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 .....	4
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 волнодисперсионные S8 LION (далее – спектрометры), выпускаемые «Bruker AXS GmbH», Германия, 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 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».

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, %: - для железа на линии Fe K $\alpha$ <sup>1)</sup>	0,5
Чувствительность (скорость счета), кимп/(с·мА·%), не менее: - на линии Fe K $\alpha$ <sup>1)</sup>	0,5
<sup>1)</sup> Для железа в стандартном образце ГСО 11036-2018 с массовой долей железа 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 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 выходного сигнала	да	да	11.1
Определение чувствительности	да	да	11.2

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 +17 до +29
- 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 руководством пользователя (далее – РП) на спектрометры.

#### **6 Метрологические и технические требования к средствам поверки**

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 3.



Таблица 3 – Метрологические и технические 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
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средство измерений температуры окружающей среды и относительной влажности с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 4: диапазон измерений относительной влажности от 0 % до 80 %, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности $\pm 2,5$ %, диапазон измерений температуры от плюс 17 °С до плюс 29 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,7$ °С	Термогигрометр электронный «CENTER» 313, 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 $P=0,95$ $\pm 3$ %	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 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. № 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 средств измерений в соответствии с таблицей 3.

9.2 Подготавливают спектрометр в соответствии с РП.

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. Наименование и версия ПО указываются в меню «Пуск», «Параметры», «Приложения».

Идентификационное наименование и номер версии ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	SPECTRAplus
Номер версии (идентификационный номер) ПО	V3.x.x <sup>1)</sup>
Цифровой идентификатор ПО	-

<sup>1)</sup> «х» - обозначение номера версии метрологически незначимой части ПО, может принимать значения от 0 до 99.

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

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

11.1.1 Определение относительного СКО выходного сигнала проводят с использованием стандартных образцов согласно таблице 3.

11.1.2 Помещают СО на измерительную позицию спектрометра и запускают измерения в соответствии с РП. Устанавливают следующие условия: время накопления сигнала 100 с, напряжение на трубку 40 кВ, ток на трубку 75 мА. Проводят не менее 10 измерений выходного сигнала.

11.1.3 Относительное СКО выходного сигнала 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, кимп/с;

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

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

где  $n$  – количество измерений выходного сигнала.



Полученные значения относительного СКО 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

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

где  $A$  – аттестованное значение массовой доли элемента в СО, %;

$I$  – величина тока рентгеновской трубки, которая задается при измерении с помощью программного обеспечения спектрометра, мА.

11.2.3 Полученное значение чувствительности должно 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. 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