

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
ФГУП «ВНИИМ 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



« 25 » 04 2025 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА
ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

Спектрометры рентгенофлуоресцентные РФСУ

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 86-223-2024

**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. **ИСПОЛНИТЕЛИ:** зав. лаб. 223 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» Соби́на А.В., зам. заведующего лаб. 223 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» Кузнецова М.Ф.

3 СОГЛАСОВАНА

Директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» 25.04.2025 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.....	7
12 ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ.....	7
13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....	8

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные РФСУ (далее — спектрометры), изготавливаемые Акционерным обществом «ТЕХНОЛИНК» (АО «ТЕХНОЛИНК»), г. Санкт-Петербург, предназначенные для измерений массовой доли (массовой концентрации) компонентов в жидких и твердых веществах и материалах.

1.2 Спектрометры подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию) и периодической поверке (в процессе эксплуатации, в т.ч., после ремонта). Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.3 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость спектрометра:

- к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии (ГЭТ 176-2019) согласно Приказам Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021 г. «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах» и № 761 от 17.05.2021 «О внесении изменений в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148».

1.4 В настоящей методике поверки реализована поверка методом прямых измерений.

1.5 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 FeK_{α} , %	0,3
Чувствительность, (имп/с)/(%·мкА) ¹⁾ , не менее	100

¹⁾ При измерении скорости счета импульсов на линии Fe K_{α} в стандартном образце ГСО 11036-2018 с массовой долей железа от 0,90 % до 1,10 %.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике использованы ссылки на следующие нормативные документы и нормативные правовые акты:

ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

ГОСТ IEC 61010-1-2014 Безопасность электрических контрольно-измерительных приборов и лабораторного оборудования. Часть 1. Общие требования.

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах».

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 761 от 17.05.2021 «О внесении изменений в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148».

Примечание — При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января года проведения поверки и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в году проведения поверки.

Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Перечень операций поверки

3.1 При проведении поверки спектрометра выполняют операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	Да	Да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	Да	9
Проверка программного обеспечения (ПО) средства измерений	Да	Да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений - определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала на линии FeK α	Да	Да	11
- определение чувствительности	Да	Да	11
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	12

3.2 Настоящей методикой поверки не предусмотрена возможность проведения периодической поверки спектрометров в сокращенном объеме.

3.3 При получении отрицательных результатов по одному из пунктов таблицы 2 поверка прекращается, спектрометр признают непригодным к применению.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающей среды, °Сот + 18 до + 28;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80;
- атмосферное давление, кПа.....от 84 до 106,7.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке спектрометров допускаются специалисты, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и руководством по эксплуатации спектрометра.

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 применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
9	Средство измерений температуры, относительной влажности, атмосферного давления с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 4. Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности $\pm 2\%$, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,3\text{ }^{\circ}\text{C}$, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений атмосферного давления $\pm 0,25\text{ кПа}$	Термогигрометр ИВА-6А-КП-Д (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 46434-11).
11.1	СО массовой доли железа в твердой матрице, массовая доля железа от 0,90 до 1,10 %, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения (при $P=0,95$) $\pm 3\%$.	СО массовой доли железа в твердой матрице (Fe ТМ СО УНИИМ) ГСО 11036-2018

6.2 Средства измерений должны быть исправны, иметь эксплуатационную документацию (ЭД). СИ на момент использования должны быть поверены. Стандартные образцы должны иметь действующие паспорта.

6.3 Допускается применение аналогичных приведённым в таблице 3 средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых спектрометров с требуемой точностью.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.007, ГОСТ ИЕС 61010-1, а также требования, предусмотренные эксплуатационной документацией на поверяемый спектрометр.

7.2 Лица, допущенные к работе, проходят проверку знаний техники безопасности в установленном порядке.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При проведении внешнего осмотра необходимо установить:

- четкость и правильность маркировки (обозначение спектрометра, наименование предприятия-изготовителя, заводской номер, обозначение органов управления, соединителей и гнезд);

- соответствие комплектности спектрометра требованиям эксплуатационной документации;

- чистоту и целостность соединителей и гнезд;

- соответствие внешнего вида спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;

- наличие пломбы на корпусе спектрометра.

8.2 Спектрометр считают выдержавшим операцию поверки по 8.1, если отсутствуют дефекты, препятствующие нормальному функционированию.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Поверяемый спектрометр собирают и готовят к измерениям в соответствии с руководством по эксплуатации.

9.2 Средства поверки, указанные в таблице 3, подготавливают к работе в соответствии с эксплуатационной документацией.

9.3 Непосредственно перед проверкой по 9.4 и определением характеристик по 11 проводят контроль условий поверки, указанных в разделе 4.

9.4 Проводят опробование спектрометра. Для этого запускают программу RFSU_CONTROL_SC и убеждаются в отсутствии аварийных сообщений и наличии статуса спектрометра «Готов к измерениям».

9.5 Спектрометр считают выдержавшим операцию поверки по 9, если при запуске программы RFSU_CONTROL_SC отсутствуют аварийные сообщения и отображается статус «Готов к измерениям».

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Подтверждение соответствия программного обеспечения (ПО) проводится путём определения идентификационных данных (признаков) ПО, отображаемых в окне «Идентификационные данные» программы RFSU_CONTROL_SC.

10.2 Окно «Идентификационные данные» вызывают нажатием кнопки «О программе» в правом нижнем углу главного окна программы RFSU_CONTROL_SC.

10.3 Спектрометр считают выдержавшим операцию поверки по 10, если отображаемые на мониторе идентификационные данные (признаки) ПО соответствуют данным (признакам), приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные (признаки) ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	RFSU_CONTROL_SC
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.XX ¹⁾
Цифровой идентификатор ПО	-

¹⁾ X может принимать значения от 0 до 9.

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала на линии FeK_α. Определение чувствительности

Измерения проводят при напряжении рентгеновской трубки 35 кВ. Ток рентгеновской трубки подбирают таким образом, чтобы мертвое время детектора составило (25 – 30) %.

Перед началом измерений необходимо убедиться, что проведена процедура энергетической калибровки спектрометра и максимум линии FeK_α соответствует энергии 6,40 кэВ. При необходимости, проводят энергетическую калибровку.

Проводят 10 измерений скорости счета на аналитической линии FeK_α (диапазон энергий (6,25–6,55) кэВ) J_i^{Fe} с экспозицией 100 с на ГСО 11036-2018.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Проверка соответствия относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала на линии FeK_α

По результатам измерений, полученным в 11.1, рассчитывают среднее арифметическое значение результатов измерений скорости счета J_{cp}^{Fe} по формуле

$$J_{\text{ср}}^{\text{Fe}} = \frac{\sum_{i=1}^n J_i^{\text{Fe}}}{n}, \quad (1)$$

где J_i^{Fe} – результат i -го измерения скорости счета, имп/с;
 n – число измерений.

Рассчитывают относительное СКО выходного сигнала на линии FeK_{α} по формуле

$$S_J = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (J_i^{\text{Fe}} - J_{\text{ср}}^{\text{Fe}})^2}{n-1}}}{J_{\text{ср}}^{\text{Fe}}} \cdot 100 \quad (2)$$

Относительное СКО выходного сигнала на линии FeK_{α} не должно превышать 0,3 %.

12.2 Проверка соответствия чувствительности

По результатам измерений, полученным в 11.1, рассчитывают значение чувствительности по формуле

$$K = \frac{J_{\text{ср}}^{\text{Fe}}}{I \cdot C^{\text{Fe}}} \quad (3)$$

где $J_{\text{ср}}^{\text{Fe}}$ – среднее арифметическое значение результатов измерений скорости счета, рассчитанное по формуле (1), имп/с;

I – ток рентгеновской трубки, мкА;

C^{Fe} – аттестованное значение массовой доли железа в ГСО 11036-2018, %.

Значение чувствительности должно быть не менее 100 (имп/с)/(%·мкА).

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки СИ признают пригодным к применению.

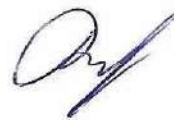
13.3 Нанесение знака поверки на СИ не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки СИ признают непригодным к применению.

13.5 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего средство измерений на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке, при отрицательных – извещение о непригодности.

13.6 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком.

Зав. лабораторией УНИИМ - филиала
 ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



А.В. Соби́на

Зам. зав. лабораторией УНИИМ - филиала
 ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



М.Ф. Кузнецова