

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

СОГЛАСОВАНО



Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


А.Н. Пронин

М.П. «08» 08 2025 г.

«ГСИ. Анализаторы рентгеновские однокюветные АРО. Методика поверки»

МП-242-2628-2025

Заместитель руководителя
научно-исследовательского отдела
государственных эталонов в области
физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


Т.Б. Соколов

Ведущий инженер
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


Т.М. Эннанова

Санкт-Петербург
2025 г.

1. Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы рентгеновские однокюветные АРО (далее – анализаторы) и устанавливает методы и средства их первичной поверки при вводе в эксплуатацию и периодической поверки в процессе эксплуатации и после ремонта.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость анализаторов обеспечивается:

- 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 в соответствии с приказом 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 приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 761 от 17.05.2021 г. «О внесении изменений в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерения 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» посредством применения стандартных образцов утвержденных типов

и (или)

- к Государственному первичному эталону единиц массы - килограмму ГЭТ 3-2020 посредством применения стандартных образцов утвержденных типов, аттестованные значения которых установлены методом межлабораторного эксперимента с использованием аттестованных методик измерений, предусматривающих применение поверенных весов, прослеживаемых к ГЭТ 3-2020 в соответствии с приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 1622 от 04.07.2022 г. «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы».

1.3 В настоящей методике поверки реализована поверка методом прямых измерений поверяемым средством измерений величины, воспроизводимой стандартным образцом.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1

Таблица 1 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значение
Чувствительность анализатора, (имп/с) / (г/дм ³), не менее при определении элементов (на аналитических линиях)	
- железо (FeK α)	100
- цинк (ZnK α), никель (NiK α)	400
- медь (CuK α), свинец (PbL β_1),	1000
- молибден (MoK α)	300
Относительное среднее квадратическое отклонение среднего значения интенсивности выходного сигнала, %, не более	
при определении элементов (на аналитических линиях): железо (FeK α), цинк (ZnK α), никель (NiK α), медь (CuK α), свинец (PbL β_1), молибден (MoK α)	1,5
при определении рассеянного излучения (дистиллированная вода)	1,5

2. Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Перечень операций 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 средства измерений	да	да	7
Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.4
Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.5
Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	9
Определение метрологических характеристик средства измерений:	да	да	10
- определение чувствительности анализатора и относительного среднего квадратического отклонения среднего значения интенсивности выходного сигнала			10.1
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	11

2.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается, анализатор признают непригодным к применению.

2.3 Настоящей методикой поверки предусмотрена возможность проведения периодической поверки анализаторов в сокращенном объеме для меньшего числа спектрометрических каналов (из числа входящих в его комплектацию) по заявке владельца анализаторов.

2.4 В государстве-участнике Соглашения о взаимном признании результатов испытаний с целью утверждения типа, метрологической аттестации, поверки и калибровки средств измерений (далее - Соглашение) возможно проведение поверки в сокращенном объеме, если национальным законодательством в области обеспечения единства измерений государства-участника Соглашения предусмотрена поверка в сокращенном объеме.

Примечания:

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

2. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой поверки 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. Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от +17 до +28;
- относительная влажность воздуха, %, не более 75

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 Поверка анализаторов должна проводиться юридическими лицами или индивидуальными предпринимателями, аккредитованными на право оказания услуг в области обеспечения единства измерений, в установленном действующим законодательством порядке.

4.2 К проведению поверки допускаются лица, допущенные к выполнению поверки по данному виду измерений, изучившие методику поверки и руководство по эксплуатации анализаторов.

5. Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяют средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Перечень средств поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.8 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании)	Средства измерений температуры окружающего воздуха и относительной влажности воздуха с диапазонами измерений, охватывающими условия проведения поверки по пункту 3 настоящей методики поверки. Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры не более $\pm 0,5$ °С. Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности не более $\pm 3,0$ %	Прибор комбинированный Testo 622 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 53505-13)
п. 10 Определение метрологических характеристик	Стандартные образцы состава растворов ионов металлов, массовые концентрации ионов металлов: - железо - $10,0$ г/дм ³ , - цинк - $1,0$ г/дм ³ , - никель - $1,0$ г/дм ³ , - медь - $1,0$ г/дм ³ , - свинец - $10,0$ г/дм ³ - молибден - $1,0$ г/дм ³ границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 4,0$ % ($P=0,95$)	Стандартный образец состава раствора ионов металлов ГСО 10730-2015 (СО ВРК-ПА-1), интервал допускаемых аттестованных значений массовых концентраций ионов металлов от $0,005$ до 15 г/дм ³ вкл.; границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ от $\pm 1,1$ до $\pm 2,1$ % Стандартный образец состава водных растворов ионов молибдена (VI) ГСО 8086-94/8088-94 (комплект 14К), интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации ионов молибдена (VI) от $0,095$ до $1,05$ г/дм ³ вкл.; границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ $\pm 1,1$ %
Вода дистиллированная ГОСТ Р 58144-2018		
Примечания: 1) Стандартные образцы (СО) и средства измерений (СИ), применяемые для поверки анализаторов, должны быть утвержденного типа, СИ на момент использования должны быть по-		

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
верены (сведения о результатах поверки должны быть включены в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений), СО должны иметь действующие паспорта		
2) Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, стандартные образцы утвержденного типа, обеспечивающие определение метрологических характеристик средства измерений с требуемой точностью		

6. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки анализаторов должны быть соблюдены требования безопасности, изложенные в руководстве по эксплуатации анализаторов, требования приказа Минтруда РФ от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.1.007 (либо замененным или измененным стандартом).

6.2 При проведении операций поверки следует руководствоваться действующими на предприятии правилами и нормами, регламентированными инструкциями по безопасности труда для подразделений, где установлено поверяемое СИ.

7. Внешний осмотр средства измерений

7.1 При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- соответствие внешнего вида анализатора описанию и изображению, приведенному в описании типа СИ;
- наличие знака утверждения типа в месте, указанном в описании типа СИ;
- соблюдение требований по защите анализатора от несанкционированного доступа, указанных в описании типа СИ: наличие и целостность ключей в соответствии с требованиями эксплуатационной документации;
- наличие маркировки, подтверждающей тип и идентифицирующей анализатор;
- отсутствие на наружных поверхностях анализатора повреждений и дефектов, влияющих на его работоспособность;
- отсутствие ослаблений элементов конструкции, чистоту разъемов;
- надежность крепления соединительных элементов, кабелей.

7.2 В случае обнаружения дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведения поверки и (или) на результаты поверки они должны быть устранены до начала поверки.

8. Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Подготовка анализатора к поверке, включение соединительных устройств, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляют в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в руководстве по эксплуатации анализаторов и в руководстве оператора ПО XRF-MSA SCADA.

8.2 Стандартные образцы утвержденных типов, используемые в качестве средств поверки, подготавливают к применению в соответствии с их паспортами и требованиями руководства по эксплуатации анализаторов.

8.3 Если анализатор и средства поверки до начала измерений находились в климатических условиях, отличающихся от указанных в пункте «Требования к условиям проведения поверки» настоящей МП, то их следует выдержать при этих условиях не менее часа или времени, указанного в эксплуатационной документации на поверяемый анализатор и средства поверки.

8.4 При подготовке к поверке проверить выполнение условий пунктов 3, 4, 5, 6 настоящей методики поверки и занести в протокол поверки условия проведения поверки (температура окружающего воздуха, относительная влажность воздуха).

8.5 Опробование анализатора заключается в его включении в соответствии с руководством по эксплуатации и руководством оператора ПО XRF-MSA SCADA, загрузке программы для управления прибором. Результаты опробования считаются удовлетворительными, если на панели оператора после загрузки управляющей программы не появляется сообщений об ошибках.

9. Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Подтверждение соответствия программного обеспечения (ПО) проводится путем определения идентификационных данных (признаков) ПО XRF-MSA SCADA и ПО Armognac:

Определение идентификационного наименования ПО XRF-MSA SCADA и ПО Armognac, номера версии ПО XRF-MSA SCADA и ПО Armognac, цифрового идентификатора ПО Armognac: после запуска программы XRF-MSA SCADA на панели оператора в главном меню (на экране выбора пользователя) нажать на расположенную в верхней строке кнопку «Помощь» и выбрать пункт «Идентификационные данные». После этого на экран будет выведено окно с информацией. В всплывающем окне приведены идентификационное наименование ПО XRF-MSA SCADA и ПО Armognac, номер версии ПО XRF-MSA SCADA и ПО Armognac, цифровой идентификатор ПО Armognac и информация о компании разработчике ПО.

9.2. Анализатор считают выдержавшим операцию поверки по п. 9, если отображаемые в соответствии с п. 9.1 идентификационные данные (признаки) ПО соответствуют данным (признакам), приведенным в таблицах 4 и 5, и совпадают с указанными в паспорте на поверяемый анализатор.

Таблица 4 – Идентификационные данные (признаки) ПО XRF-MSA SCADA

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	XRF-MSA SCADA
Номер версии (идентификационный номер) ПО	2.xx ¹⁾
Цифровой идентификатор ПО	-
¹⁾ Номер версии записывается в виде метрологически значимой (неизменяемой) части ПО, указанной в виде цифрового обозначения в начале номера версии (до первой точки), и последующим рядом цифр, принимающих значения от 0 до 9, которые описывают модификации ПО (обозначенных буквой «х»)	

Таблица 5 – Идентификационные данные (признаки) ПО Armognac

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Armognac
Номер версии (идентификационный номер) ПО	2.xx ¹⁾
Цифровой идентификатор ПО	3CD48D12 ²⁾
Алгоритм расчета цифрового идентификатора	CRC32
¹⁾ Номер версии записывается в виде метрологически значимой (неизменяемой) части ПО, указанной в виде цифрового обозначения в начале номера версии (до первой точки), и последующим рядом цифр, принимающих значения от 0 до 9, которые описывают модификации ПО (обозначенных буквой «х»)	
²⁾ Исполняемый модуль с защитой Program ID для версии 2.01	

10. Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение чувствительности анализатора и относительного среднеквадратического отклонения (СКО) среднего значения интенсивности выходного сигнала

10.1.1 Для проведения измерений по данному пункту применяют стандартные образцы состава раствора ионов металлов ГСО 10730-2015 (СО ВРК-ПА-1), ГСО 8086-94/8088-94 (комплект 14К), либо аналогичные, и воду дистиллированную по ГОСТ Р 58144-2018.

Применяют стандартные образцы состава следующих ионов металлов, налитые в специальные кюветы для жидких проб с применением пленки из ПЭТ толщиной 10 мкм:

- железо (массовая концентрация иона металла 10,0 г/дм³),
- никель (массовая концентрация иона металла 1,0 г/дм³),
- медь (массовая концентрация иона металла 1,0 г/дм³),
- цинк (массовая концентрация иона металла 1,0 г/дм³),
- свинец (массовая концентрация иона металла 10,0 г/дм³),
- молибден (массовая концентрация иона металла 1,0 г/дм³).

Кюветы для жидких проб с налитыми стандартными образцами состава раствора ионов металлов и водой дистиллированной устанавливают в измерительное гнездо анализатора. Дистиллированная вода применяется в качестве фонового образца для определения чувствительности. При выполнении измерений осуществляется последовательная установка стандартных образцов и воды дистиллированной.

10.1.2 Подготовить анализатор в соответствии с руководством по эксплуатации.

Условия измерений:

- режим работы рентгеновской трубки: напряжение - 40 кВ, ток 40 мА;

10.1.3 Включить анализатор в соответствии с руководством по эксплуатации.

Процедуры при выполнении измерений:

- налить стандартные образцы и дистиллированную воду в кюветы для жидких образцов;
- на экране панели оператора в программе пользователя «Наладчик» нажать кнопку «Паспортные данные»;
- в отобразившемся меню выбрать пункт «Поверка»;
- откроется экран, приведенный на рисунке 1;

Паспортные данные

i

Режим

Аналитические параметры

Оценка аппаратурной погрешности

● Поверка

Параметры

Канал	Экспозиция, мс	Кювета
1	100	10
2	100	10
3	100	10
4	100	10

Концентрация ГСО, г/дм³

Mo Fe Cu Ni

1 1 1 1

Количество измерений: 10

Среднее

№	Ри	Ид. элемент	Ид. канал	Ид. кювета	Ид. элемент	Ид. канал	Ид. кювета	Ид. элемент	Ид. канал	Ид. кювета	Ид. элемент	Ид. канал	Ид. кювета
1	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
2	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
3	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
4	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
5	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
6	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
7	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
8	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
9	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
Среднее	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
СКО, мм/с	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
Отн. СКО, %	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10

Рисунок 1 – Окно «Паспортные данные» программы пользователя «Наладчик»

- на панели «Параметры» окна «Паспортные данные» ввести следующие значения:
 - названия кювет, в которых находятся стандартные образцы для соответствующих измерительных спектрометрических каналов;
 - время измерения для каждого измерительного канала «Экспозиция», по умолчанию ввести 100 секунд;
 - значения массовых концентраций ионов металлов в соответствии с п. 10.1.1 настоящей МП;
- нажать кнопку «Старт», начнутся измерения интенсивностей I_i^{CO} и I_i^{FO} (скоростей счёта J_L , имп/с и J_F , имп/с) измерительных спектрометрических каналов, выполняется по 10 измерений для каждого стандартного образца, по мере получения данных в таблице будут появляться результаты измерений;
- кюветы с налитыми в них ранее стандартными образцами устанавливать в измерительную кювету анализатора в соответствии с указаниями на экране панели оператора.

10.1.4 Выполняют по 10 измерений интенсивности для каждого стандартного образца (в соответствующем измерительном канале) I_i^{CO} и для дистиллированной воды I_i^{FO} с экспозицией не менее 100 с.

11. Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Подтверждение соответствия поверяемого анализатора метрологическим требованиям к чувствительности анализатора и относительному среднеквадратическому отклонению (СКО) среднего значения интенсивности выходного сигнала

11.1.1 По результатам измерений, полученным в п. 10.1 на панели оператора (см. рисунок 1), интенсивности стандартного образца I_i^{CO} и дистиллированной воды I_i^{FO} отображаются в столбцах с наименованием J_L , имп/с и J_F , имп/с соответственно.

Средние арифметические значения интенсивностей для соответствующего определяемого элемента (соответствующего стандартного образца) I_{cp}^{CO} , имп/с, и дистиллированной воды (фоновый образец) I_{cp}^{FO} , имп/с, для каждого спектрометрического канала отображаются в строке с названием «Среднее».

11.1.2 Чувствительность анализатора для каждого спектрометрического канала θ рассчитывается по формуле (1), отображается в столбце с названием « θ ».

$$\theta = \frac{I_{cp}^{CO} - I_{cp}^{FO}}{C^{CO}}, \text{ (имп/с) / (г/дм}^3\text{)} \quad (1)$$

где C^{CO} – аттестованное значение массовой концентрации контролируемого элемента в соответствующем стандартном образце, г/дм³.

Среднее значение чувствительности для каждого измерительного спектрометрического канала отображается в соответствующем столбце строки «Среднее» и выражается в (имп/с) / (г/дм³)

11.1.3 Значение относительного СКО среднего значения интенсивности S_I рассчитывается в соответствии с формулой (2) для каждого спектрометрического канала:

$$S_I = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_i^{CO} - I_{cp}^{CO})^2}{n(n-1)}}}{I_{cp}^{CO}} \times 100 \% \quad (2)$$

где n – число единичных измерений интенсивности, равное 10.

Относительное СКО среднего значения интенсивности S_I для каждого спектрометрического канала отображается на панели оператора (см. рисунок 1) в строке с названием «Отн. СКО S_I , %» и выражается в %.

11.1.4 Полученные значения чувствительности анализатора и относительного СКО среднего значения интенсивности выходного сигнала должны соответствовать значениям, указанным в таблице 1.

12. Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку.

12.2 Сведения о результатах поверки средства измерений передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с порядком проведения поверки средств измерений, предусмотренным действующим законодательством Российской Федерации в области обеспечения единства измерений.

12.3 При положительных результатах поверки анализатор признается годным к применению. По заявлению владельца или лица, представившего анализатор на поверку, оформляют свидетельство о поверке, подтверждающее соответствие анализатора метрологическим требованиям к средству измерений.

12.4 Нанесение знака поверки на анализатор не предусмотрено. Пломбирование анализатора не предусмотрено.

12.5 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению. По заявлению владельца или лица, представившего анализатор на поверку, выдают извещение о непригодности с указанием причин.