

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

ФГУП «ВНИИМ 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

2025 г.



«ГСИ. Спектрометры рентгенофлуоресцентные

LABORTEK MET-XL.

Методика поверки»

МП 139-221-2025

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. 221, Лифинцева М.Н.
3. СОГЛАСОВАНА: УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2025 г.

## СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения.....	4
2	Нормативные ссылки.....	5
3	Перечень операций поверки .....	5
4	Требования к условиям проведения поверки.....	6
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку .....	6
6	Метрологические и технические требования к средствам поверки .....	7
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки .....	8
8	Внешний осмотр средства измерений .....	8
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений.....	8
10	Проверка программного обеспечения средства измерений.....	8
11	Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям .....	8
12	Оформление результатов поверки .....	10

## 1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные LABORTEK MET-XL (далее – спектрометры) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка должна проводиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость:

- к ГЭТ 176-2019 «Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» путём 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» и приказом Росстандарта от 17.05.2021 г. № 761 «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. N 148», методом прямых измерений с помощью стандартных образцов утвержденного типа с установленной прослеживаемостью к ГЭТ 176;

- к ГЭТ 3-2020 «Государственный первичный эталон единицы массы - килограмма» путем применения стандартных образцов утвержденных типов, метрологические характеристики которых определены методом межлабораторного эксперимента с использованием аттестованных методик измерений, предусматривающих применение поверенных весов, прослеживаемых к ГЭТ 3-2020 в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 04.07.2022 г. № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы».

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
Диапазон определяемых химических элементов	от Na до Cm
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала на линии FeK $\alpha$ <sup>1)</sup> , %	2
Чувствительность на линии FeK $\alpha$ <sup>1)</sup> , имп/(с·мкА·%), не менее	5
Диапазон измерений массовой доли элементов в металлах и сплавах <sup>2)</sup> , %	от 0,001 до 100
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли элементов в металлах и сплавах <sup>2)</sup> , %, в поддиапазонах измерений:	
- от 0,001 % до 0,1 % включ.	±25
- св. 0,1 % до 1 % включ.	±25
- св. 1 % до 10 % включ.	±5
- св. 10 % до 100 % включ.	±3
<sup>1)</sup> 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 %.	
<sup>2)</sup> Значения нормированы для элементов в стандартных образцах сплавов на железной основе.	

## 2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы<sup>1)</sup>:

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.

Приказ Росстандарта от 17.05.2021 № 761 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. N 148.

Приказ Росстандарта от 04.07.2022 № 1622 Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы.

Приказ Минтруда России от 15.12.2020 № 903н Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок.

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке.

ГОСТ 12.2.007.0-75 ССБТ. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

## 3 Перечень операций поверки

3.1 Для поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

<sup>1)</sup> При использовании настоящим документом 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. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при использовании настоящим документом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

Таблица 2 - Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций поверки при		Номер пункта (раздела) 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 относительной погрешности измерений массовой доли элементов в металлах и сплавах	да	нет*	11.1
Проверка диапазона измерений массовой доли элементов в металлах и сплавах	да	нет*	11.2
Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала и чувствительности на линии FeKa	да	да	11.3
*При периодической поверке спектрометров, которые применяются в соответствии с аттестованными методиками (методами) измерений, разработанными для конкретных объектов, операции по п.11.1, п.11.2 не выполняют. Инструментальную часть неисключённой систематической погрешности в таких методиках оценивают на основании допускаемых значений чувствительности и СКО выходного сигнала.			

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, поверка прекращается, спектрометр бракуется.

3.3 Допускается проведение периодической поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений по заявлению владельца спектрометра в соответствии с приказом Минпромторга России от 31 июля 2020 № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» или в соответствии с порядком, действующим на момент проведения поверки.

#### 4 Требования к условиям проведения поверки

- 4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:
- температура окружающей среды, °С от +15 до +25
  - относительная влажность, %, не более 98

#### 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 пользователя на спектрометры (далее – РП).

5.2 Для получения экспериментальных данных с 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
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 $\pm 1$ °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне измерений относительной влажности до 98 %, с абсолютной погрешностью не более $\pm 3$ %	Термогигрометры электронные «CENTER» моделей 316, 317, рег. № 22129-09
п. 11.1 Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов в металлах и сплавах п. 11.2 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов в металлах и сплавах	<p>Стандартные образцы сплавов на железной основе, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов от 0,001 % до 0,1 % включ., относительная погрешность аттестованных значений при <math>P=0,95</math> не более <math>\pm 12,5</math> %</p> <p>Стандартные образцы сплавов на железной основе, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов св. 0,1 % до 1 % включ., относительная погрешность аттестованных значений при <math>P=0,95</math> не более <math>\pm 10</math> %</p> <p>Стандартные образцы сплавов на железной основе, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов св. 1 % до 10 % включ., относительная погрешность аттестованных значений при <math>P=0,95</math> не более <math>\pm 2,5</math> %</p> <p>Стандартные образцы сплавов на железной основе, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов св. 10 % до 100 %, относительная погрешность аттестованных значений при <math>P=0,95</math> не более <math>\pm 1,5</math> %</p>	ГСО 8876-2007; ГСО 8456-2003; ГСО 11428-2019; ГСО 8050-94
п. 11.3 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала и чувствительности на линии FeKa	Стандартный образец массовой доли железа в твердой матрице, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли железа от 0,90 % до 1,10 %, относительная погрешность аттестованных значений при $P=0,95$ не более $\pm 3$ %	ГСО 11036-2018

6.2 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены, данные о их поверке должны быть внесены в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (далее – ФИФ ОЕИ), стандартные образцы (далее – СО) должны иметь действующие паспорта.

6.3 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.

6.4 Допускается применение аналогичных средств поверки с метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающими требуемую точность передачи единиц величин поверяемому средству измерений согласно соответствующей государственной поверочной схеме.

## **7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки**

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 № 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;
- комплектность должна соответствовать сведениям, приведенным в описании типа;
- наличие маркировки;
- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность спектрометра;
- наличие серийного номера спектрометра, наличие предусмотренных пломб.

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 Перед проведением поверки выполняют подготовительные работы, указанные в РП спектрометра и в эксплуатационных документах на средства поверки.

9.3 При опробовании проверить правильность функционирования спектрометра путем отображения «LABORTEK MET-XL» на экране спектрометра.

9.4 Результаты опробования считать положительными, если при включении отсутствует информация об отказах (коды ошибок).

## **10 Проверка программного обеспечения средства измерений**

10.1 Идентификационное наименование и номер версии программного обеспечения (далее – ПО) спектрометра идентифицируется в меню спектрометра при включении.

10.2 Сравнить полученные данные с идентификационными данными, указанными в описании типа спектрометров.

10.3 Результат подтверждения соответствия встроенного ПО считать положительным, если идентификационные данные соответствуют указанным в описании типа спектрометров, приведенном в ФИФ ОЕИ.

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

11.1 Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов в металлах и сплавах

11.1.1 Для определения относительной погрешности измерений массовой доли элементов в металлах и сплавах применяют стандартные образцы сплавов на железной основе (далее – СО).

11.1.2 Проводят измерения массовой доли элементов в СО. Элементы выбирают таким образом, чтобы аттестованное значение массовой доли двух элементов соответствовало проверяемому поддиапазону.

11.1.3 СО устанавливают ровной поверхностью вплотную к измерительному окну спектрометра в соответствии с РП. СО должен полностью перекрывать измерительное окно спектрометра.

11.1.4 На дисплее спектрометра в меню выбирают вкладку «Управление», режим измерения «Сплав» (для измерений массовой доли элементов в сплавах на железной основе). Значение времени экспозиции устанавливают от 15 до 20 с. В каждом СО измеряют массовую долю элементов не менее пяти раз.

11.1.5 Рассчитывают относительную погрешность измерений массовой доли элементов в  $i$ -ом СО ( $\delta_{ijk}$ , %) по формуле

$$\delta_{ijk} = \frac{\omega_{ikj} - A_{ik}}{A_{ik}} \cdot 100, \quad (1)$$

где  $A_{ik}$  - аттестованное значение массовой доли  $k$ -го элемента в  $i$ -ом СО, %;

$\omega_{ikj}$  -  $j$ -ый результат измерения массовой доли  $k$ -го элемента в  $i$ -ом СО на спектрометре, %.

11.1.6 Полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли элементов в металлах и сплавах не должны превышать значений, указанных в таблице 1.

11.2 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов в металлах и сплавах

11.2.1 Проверку диапазона измерений массовой доли элементов в металлах и сплавах проводят одновременно с определением относительной погрешности измерений массовой доли элементов в металлах и сплавах по п. 11.1.

11.2.2 Результаты проверки диапазона измерений массовой доли элементов в металлах и сплавах считают положительными, если значения относительной погрешности измерений массовой доли элементов в металлах и сплавах, полученные по п. 11.1, удовлетворяют требованиям таблицы 1.

11.3 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала и чувствительности на линии FeKa

11.3.1 Для определения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала и чувствительности на линии FeKa применяют стандартный образец массовой доли железа в твердой матрице.

11.3.2 СО устанавливают ровной поверхностью вплотную к измерительному окну спектрометра в соответствии с РП. СО должен полностью перекрывать измерительное окно спектрометра.

11.3.3 На дисплее спектрометра в меню выбирают вкладку «Управление», режим измерения «Сплав II» (легкие сплавы).

11.3.4 Проводят не менее пяти измерений выходного сигнала на линии FeKa (выходные параметры: величина тока рентгеновской трубки 10 мкА, время экспозиции 35 с).

11.3.5 Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала ( $S$ , %) и чувствительность ( $K$ , имп/(с·мкА·%)) на линии FeKa рассчитывают по формулам:

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

$$K = \frac{\bar{Y}}{I \cdot A}, \quad (3)$$

где  $Y_j$  -  $j$ -ый результат измерения выходного сигнала на линии FeK $\alpha$ , имп/с;

$\bar{Y} = \frac{\sum_{j=1}^n Y_j}{n}$  - среднее арифметическое значение результатов измерений выходного сигнала на линиях К-серии Fe, имп/с;

$j=1 \dots, n$ ,  $n$  - количество измерений выходного сигнала на линиях К-серии Fe ( $n \geq 5$ );

$I$  - величина тока рентгеновской трубки, мкА;

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

11.3.6 Рассчитанные значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала и чувствительности на линии FeK $\alpha$  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 ФИФ ОЕИ в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки.

Разработчик:

Вед. инженер лаб. 221 УНИИМ – филиала  
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



М.Н. Лифинцева