

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 SynTower.
Методика поверки»**

МП 132-221-2025

Екатеринбург
2025

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА: 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»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ: А.Е. Тюрнина, и.о. зав. лабораторией 221 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»
- 3 СОГЛАСОВАНА: УНИИМ – филиал 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	7
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
11.1 Определение чувствительности и относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала на линии FeK α	8
11.2 Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов	9
12 Оформление результатов поверки	9

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные SynTower (далее – спектрометры) 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:

- 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. № 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 утверждённых 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 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 средств измерений в соответствии с государственной поверочной схемой по приказам Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148 и от 17.05.2021 г. № 761. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические характеристики, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение для модели			
	SynTower Eco	SynTower Lab	SynTower Station 10	SynTower Line 46
Чувствительность на линии $\text{FeK}\alpha^{1)}$, $\text{имп}\cdot\text{с}^{-1}\cdot\%^{-1}\cdot\text{мкА}^{-1}$, не менее	200	200	300	200
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала на линии $\text{FeK}\alpha^{1)}$, %	0,5			
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли элементов ²⁾ , %, в поддиапазонах: - от 0,01 до 1,0 % включ. - св. 1 до 10 % включ. - св. 10 до 100 %	-	± 25 ± 15 ± 10	-	-
¹⁾ Значение нормировано для железа с массовой долей от 0,9 % до 1,1 % ²⁾ Значения установлены при измерении массовых долей Al, S, Ti, V, Cr, Mn, Ni, Mo, W, Nb, Cu в стандартных образцах сплавов на железной и медной основе (ГСО 8876-2007, ГСО 11428-2019)				

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы¹⁾:

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. № 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 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

¹⁾ 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 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	Да	Да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	-	-	11
Определение чувствительности и относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала на линии FeK α	Да	Да	11.1
Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов	Да	Нет ¹⁾	11.2
¹⁾ При периодической поверке спектрометров, которые применяются в соответствии с аттестованными методиками (методами) измерений, разработанными для конкретных объектов, операции по 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 в соответствии с заявлением владельца спектрометра с обязательным указанием информации об объеме проведенной поверки 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

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °C от 15 до 35;
- относительная влажность окружающей среды, %, не более 80.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке спектрометров допускаются лица, изучившие руководство по эксплуатации (далее – РЭ) на поверяемый спектрометр, эксплуатационную документацию на средства поверки, настоящую методику поверки и работающие в качестве поверителей в организации, аккредитованной на право поверки средств измерений физико-химического состава и свойств веществ.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

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

Таблица 3 – 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
9	Средство измерений температуры окружающей среды: диапазон измерений от 15 °С до 35 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 1 °С	Термогигрометр ИВА-6А-КП-Д, рег. № 46434-11
	Средство измерений относительной влажности окружающей среды: диапазон измерений от 0 % до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 3 %	
11.1	Стандартный образец массовой доли железа в твердой матрице, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли железа от 0,9 % до 1,1 %, относительная погрешность аттестованного значения ± 3 % при $P=0,95$	ГСО 11036-2018
11.2	Стандартные образцы сплавов на железной основе или медной основе, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов от 0,01 % до 1,0 % включ., относительная погрешность аттестованных значений при $P=0,95$ не более ± 12 %	ГСО 8876-2007, ГСО 11428-2019
	Стандартные образцы сплавов на железной основе или медной основе, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов св.1 % до 10 % включ., относительная погрешность аттестованных значений при $P=0,95$ не более $\pm 7,5$ %	
	Стандартные образцы сплавов на железной основе или медной основе, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов св.10 % до 100 % включ., относительная погрешность аттестованных значений при $P=0,95$ не более ± 5 %	

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 необходимо соблюдать требования ГОСТ 12.2.007.0, Приказ Минтруда России № 903н и требования безопасности, установленные в РЭ спектрометра и эксплуатационной документации на средства поверки.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить соответствие спектрометра следующим требованиям:

- соответствие внешнего вида спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- соответствие комплектности спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- наличие маркировки;
- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность спектрометра.

8.2 Результаты внешнего осмотра считать положительными, если выполняются требования, указанные в 8.1 настоящей методики.

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 РЭ спектрометра и в эксплуатационных документах на средства поверки.

9.3 При опробовании проверить правильность функционирования спектрометра путем отображения наименования модели 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 ПО спектрометра идентифицируются в меню ПО: «Помощь» - «Версия».

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

10.3 Результат подтверждения соответствия ПО считать положительным, если идентификационные данные соответствуют сведениям, 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 чувствительности и относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала на линии FeK α

11.1.1 Подготовить спектрометр к работе в соответствии с РЭ.

11.1.2 Провести не менее 10 измерений ($i=1...n$, $n\geq 10$) интенсивности выходного сигнала спектрометра на линии FeK α , используя СО массовой доли железа в твердой матрице. Время одного измерения не менее 100 с, напряжение 18 кВ, ток 100 мкА, коллиматор 8 мм.

11.1.3 По результатам измерений интенсивности выходного сигнала рассчитать чувствительность для железа на линии FeK α (S_{Fe}), $\text{имп}\cdot\text{с}^{-1}\cdot\%\cdot\text{мкА}^{-1}$, по формуле

$$S_{\text{чFe}} = \frac{\overline{I_{\text{Fe}}}}{C_{\text{атFe}} \cdot I}, \quad (1)$$

где $C_{\text{атFe}}$ – аттестованное значение массовой доли железа, указанное в паспорте СО, %;
 I – значение величины тока рентгеновской трубки, мкА;
 $\overline{I_{\text{Fe}}}$ – среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала при измерении массовой доли железа СО, имп·с⁻¹, которое рассчитывается по формуле

$$\overline{I_{\text{Fe}}} = \frac{\sum_{i=1}^n I_{\text{Fe}i}}{n}, \quad (2)$$

где $I_{\text{Fe}i}$ – i -ое значение интенсивности выходного сигнала при измерении массовой доли железа СО, имп·с⁻¹;

n – число измерений ($n \geq 10$).

11.1.4 Рассчитать относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала ($S_{\text{ч}}$), %, по формуле

$$S_{\text{ч}} = \frac{100}{\overline{I_{\text{Fe}}}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_{\text{Fe}i} - \overline{I_{\text{Fe}}})^2}{(n - 1)}}. \quad (3)$$

11.1.5 Результаты считают положительными, если полученное значение чувствительности выходного сигнала на линии FeK α и относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала на линии FeK α соответствуют значениям, приведенным в таблице 1 настоящей методики.

11.2 Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов

11.2.1 Подготовить спектрометр к работе в соответствии с РЭ.

11.2.2 Провести не менее десяти измерений массовой доли элементов в СО в соответствии с РЭ. Элементы выбирают таким образом, чтобы аттестованное значение массовой доли хотя бы двух элементов соответствовало проверяемому поддиапазону. Время одного измерения не менее 100 с, напряжение 18 кВ, ток 100 мкА, коллиматор 8 мм.

11.2.3 Рассчитывают относительную погрешность при измерении массовой доли j -го элемента δ_{j0} по формуле

$$\delta_{j0} = \frac{C_{ji} - C_{\text{ятт}}}{C_{\text{ятт}}} \cdot 100, \quad (4)$$

где C_{ji} – i -й результат измерения массовой доли j -го элемента, полученный как среднее арифметическое результатов 10 измерений в соответствии с РЭ, %;

$C_{\text{ятт}}$ – аттестованное значение массовой доли j -го элемента в ГСО, %.

11.2.4 Результаты считают положительными, если рассчитанные значения относительной погрешности при измерении массовой доли всех измеренных элементов соответствуют значениям, указанным в таблице 1.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки заносят в протокол поверки произвольной формы, сведения о результатах поверки передаются в ФИФ ОЕИ.

12.2 При положительных результатах поверки спектрометр признают пригодным к эксплуатации, по заявлению владельца спектрометра или лица, представившего спектрометр на поверку, оформляется свидетельство о поверке установленной формы.

12.3 При проведении периодической поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений указывается информация об объеме проведенной поверки.

12.4 Знак поверки наносится в свидетельство о поверке спектрометра в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 или действующим на дату поверки нормативным правовым актом в области обеспечения единства измерений.

12.5 При отрицательных результатах поверки спектрометр к применению не допускают и по заявлению владельца спектрометра или лица, представившего спектрометр на поверку, оформляется извещение о непригодности установленной формы.

И.о. заведующего лабораторией 221
УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ
им.Д.И.Менделеева»



А.Е. Тюрнина