

УТВЕРЖДАЮ  
Директор ФГУП  
«ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»



К.В.Гоголинский

15 декабря 2016 г.

Государственная система обеспечения единства измерений  
Спектрометры рентгенофлуоресцентные энергодисперсионные

Epsilon 3

Методика поверки

МП- 242-2072-2016

Руководитель отдела  
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

Л.А.Конопелько

Старший научный сотрудник  
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

М.А.Мешалкин

2016 г.

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные энергодисперсионные Epsilon 3, изготавливаемые фирмой «PANalytical B.V.», Нидерланды и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Методика распространяется на ранее выпущенные спектрометры. Интервал между поверками - 1 год.

## 1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1- Операции поверки

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			периодическая поверка	первичная поверка
1.	Внешний осмотр. Проверка комплектности.	6.1	да	да
2.	Опробование.	6.2	да	да
3.	Проверка соответствия ПО	6.3	да	да
4.	Определение метрологических характеристик	6.4	да	да

## 2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. Средства поверки указаны в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

№ п/п	Номер пункта МП	Наименование, тип, марка эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки.	Номер ГСО, ГОСТ, ТУ или основные технические и (или) метрологические характеристики
1.	6.3.	Стандартный образец состава латуни оловянно-свинцовой ЛЦ25С2	ГСО 6319-92/6323-92 (индекс 1715)
2.	4.1	Термогигрометр электронный (любого типа, зарегистрированный в Федеральном информационном фонде по ОЕИ)	Диапазон измерений отн. влажности от 10 до 100 %; абсл. погрешность не более 3,0 % Диапазон измерений температуры от +10 до +40 °С; абсл. погрешность не более 0,5 °С.

Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых спектрометров с требуемой точностью.

### 3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации на спектрометры.

3.2. К проведению измерений при поверке допускаются лица, изучившие методику поверки прибора и руководство по эксплуатации прибора и имеющие удостоверение поверителя. Для получения данных по поверке допускается участие операторов, обслуживающих прибор (под контролем поверителя)

### 4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

диапазон температуры окружающей среды	$(20 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$ ;
диапазон атмосферного давления	от 84 до 106,7 кПа;
диапазон относительной влажности воздуха	не более 80 %;
напряжение питания	$(220^{+22}_{-33}) \text{ В}$ ;
частота питания переменного тока	$(50 \pm 1) \text{ Гц}$ .

Напряжение линии должно быть устойчивым и свободным от скачков.

### 5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Прогреть спектрометр не менее двух часов.

### 6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр

6.1.1. При проведении внешнего осмотра проверяют:

- наличие на всех блоках спектрометра обозначения (наименования), заводских номеров;
- отсутствие механических повреждений корпуса и загрязнений, влияющих на работоспособность спектрометра;
- целостность показывающих приборов.

6.1.2. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.1, если он соответствует всем перечисленным выше требованиям.

6.2. Опробование

6.2.1. Опробование прибора происходит в автоматическом режиме.

6.2.2. Включить питание прибора. После включения питания происходит автоматическое тестирование прибора. В случае успешного прохождения тестирования на дисплее появляется стандартное окно программного обеспечения анализатора. В случае если прибор не прошел тестирование, на дисплее появляется сообщение об ошибке.

6.3. Проверка соответствия ПО

6.3.1. Проверка соответствия ПО заключается в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Определение осуществляется следующим образом:

- в главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на команде **Справка (Help)**. В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке **О программе (About)**, в результате чего откроется окно, в котором приведены название ПО и номер версии. Копия экрана с окном приведена на рисунке 1.

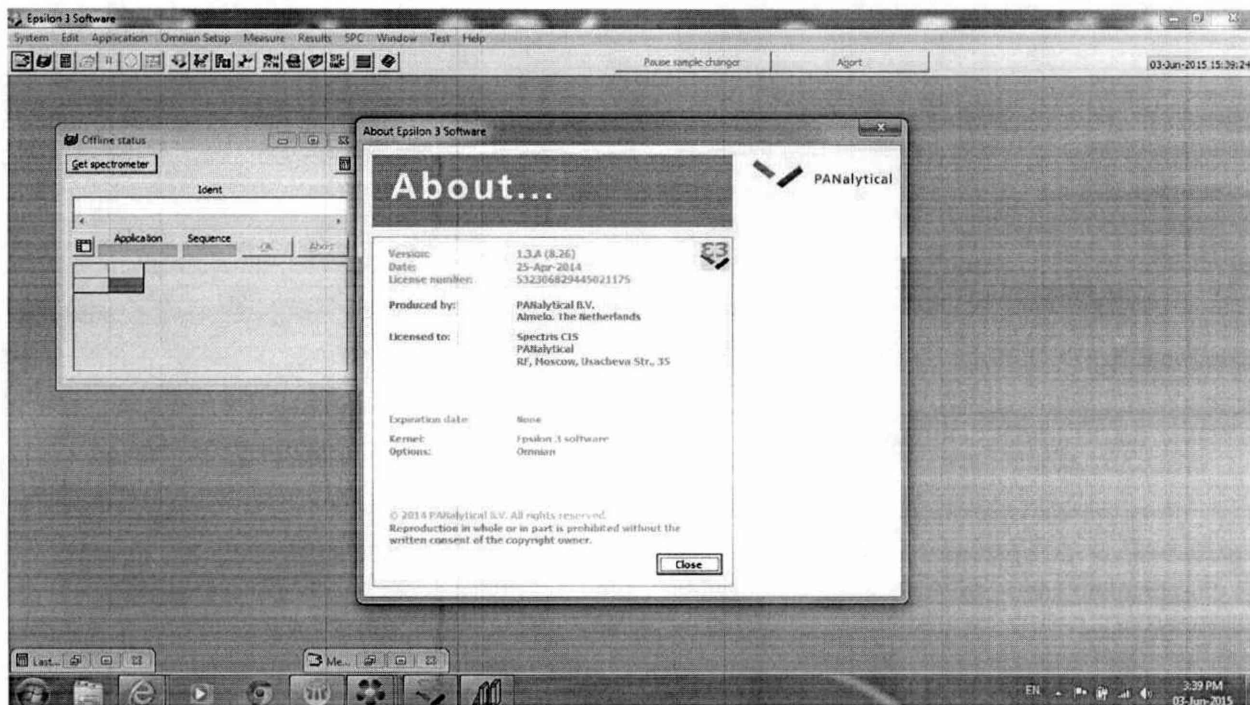


Рисунок 1. Окно с названием и номером версии ПО

Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.3, если номер версии ПО не ниже 1.2. Версия ПО может иметь дополнительные цифровые и/или буквенные суффиксы.

#### 6.4. Определение метрологических характеристик

6.4.1. Определение чувствительности (скорости счета на линии Ка контрольного элемента).

6.4.1.1. Установить стандартный образец в одну из ячеек податчика спектрометра.

6.4.1.2. Создать аналитическую программу с условиями измерений, указанными в таблице 3.

Таблица 3 –Условия измерений

Время измерения, с	60
Напряжение на рентгеновской трубке, кВ	30
Анодный ток, мкА	10
Наличие фильтра на рентгеновской трубке	серебро
Измерение в среде	воздух

6.4.1.3. Провести 10 измерений скорости счёта в канале меди. Измерения следует проводить в режиме рядовых проб (пункт меню Measure sample раздела программного обеспечения Epsilon 1 - Measure Sample).

6.4.1.4. Среднее значение скорости счета (N) автоматически рассчитывается аналитической программой на основе данных, полученных в п.6.4.1.3 и выводится в предпоследнюю строку таблицы результатов измерений (**Ave of 10**).

6.4.1.5. Рассчитать чувствительность (S) по формуле:

$$S=N/C \quad (1)$$

Где: N – средняя скорость счета, имп/с;

C – массовая доля контрольного элемента, %.

6.4.1.6. Спектрометр считается выдержавшим испытание по п. 6.4.1, если чувствительность не менее 10 (имп/с)/%.

#### 6.4.2. Определение относительного СКО выходного сигнала (скорости счета)

6.4.2.1. Среднее значение скорости счета (при n=10) автоматически рассчитывается аналитической программой на основе данных, полученных в п.6.4.1.3 и выводится в предпоследнюю строку таблицы результатов измерений (**Ave of 10**).

6.4.2.2. СКО скорости счета, выраженное в имп/с, автоматически рассчитывается аналитической программой на основе данных, полученных в п.6.4.1.3 и выводится в таблице результатов измерений в последней строке (**SDev of 10**).

6.4.2.3. Вычислить относительное СКО выходного сигнала, выраженное в процентах, по формуле:

$$S_r = \frac{S}{\bar{N}} \times 100, \% \quad (1)$$

где:  $S = (\text{SDev of 10})$ ;

$\bar{N} = (\text{Ave of 10})$ .

6.4.2.4. Спектрометр считается выдержавшим испытание по п.6.4.2, если значение относительного СКО выходного сигнала не превышает 3,0 %.

### 7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений. Рекомендуемая форма протокола приведена в Приложении А.

7.2. Спектрометры, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными.

7.3. При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке установленной формы.

7.4. Спектрометры, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на них выдается извещение о непригодности.

7.5. Знак поверки наносится на лицевую панель спектрометра.

## ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

спектрометр рентгенофлуоресцентный модели \_\_\_\_\_

Зав.№ \_\_\_\_\_

Принадлежит \_\_\_\_\_

ИНН владельца \_\_\_\_\_

Дата выпуска \_\_\_\_\_

Дата поверки \_\_\_\_\_

Условия поверки:

температура окружающего воздуха \_\_\_\_\_ °С;

атмосферное давление \_\_\_\_\_ кПа;

относительная влажность \_\_\_\_\_ %.

Наименование документа, по которому проводилась  
поверка \_\_\_\_\_

Наименование стандартных образцов, использованных при  
поверке \_\_\_\_\_

## РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра \_\_\_\_\_
2. Результаты определения энергетического разрешения \_\_\_\_\_
3. Результаты определения чувствительности \_\_\_\_\_
4. Результаты определения относительного СКО выходного сигнала \_\_\_\_\_

Заключение \_\_\_\_\_

Поверитель \_\_\_\_\_  
(подпись)