

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ» (ФГУП УНИИМ))
ФЕДЕРАЛЬНОГО АГЕНТСТВА ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских
2018 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

СПЕКТРОМЕТРЫ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ ВОЛНОДИСПЕРСИОННЫЕ
ZSX Primus, ZSX Primus II, ZSX Primus IV

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 233-223-2017

Екатеринбург
2018

Предисловие

1 РАЗРАБОТАНА

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)

2 ИСПОЛНИТЕЛИ

Ким Н.А., Собина А.В.

3 ПОДГОТОВЛЕНА К УТВЕРЖДЕНИЮ

Лабораторией физических и химических методов метрологической аттестации стандартных образцов ФГУП «УНИИМ»

4 УТВЕРЖДЕНА

ФГУП «УНИИМ»

2018 г.

5 ЗАРЕГИСТРИРОВАНА

ФГУП «УНИИМ»

2017 г.

6 ВВЕДЕНА ВПЕРВЫЕ

Содержание

1 Область применения.....	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Операции поверки	1
4 Средства поверки.....	2
5 Требования безопасности	2
6 Требования квалификации поверителей.....	3
7 Условия поверки и подготовка к ней.....	3
8 Проведение поверки.....	3
9 Оформление результатов поверки	7
Приложение А (рекомендуемое). Форма протокола поверки	8

Государственная система обеспечения единства измерений
СПЕКТРОМЕТРЫ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ ВОЛНОДИСПЕРСИОННЫЕ
ZSX Primus, ZSX Primus II, ZSX Primus IV
Методика поверки

Дата введения 2018-07-23

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные волнодисперсионные ZSX Primus, ZSX Primus II, ZSX Primus IV (далее – спектрометры), производимые «Rigaku Corporation», Япония, предназначенные для измерений массовой доли элементов от бериллия до урана в различных веществах и материалах: металлах, сплавах, порошках, стружках, геологических породах, жидкостях в соответствии с методиками измерений, аттестованными или стандартизованными в установленном порядке.

Методика устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок спектрометров.

Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

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

ГОСТ 8.315-97 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов

ГОСТ 8.395-80 ГСИ. Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования

ГОСТ 12.3.019-80 ССБТ. Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности

СП 2.6.1.2612-10 «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности. Санитарные правила и нормативы» (ОСПОРБ-99/2010)

СанПиН 2.6.1.2523-09 «Нормы радиационной безопасности» (НРБ-99/2009)

Приказ Минпромторга России от 02 июля 2015 г. № 1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Министерства труда и социальной защиты РФ от 24 июля 2013 г. № 328н «Об утверждении правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

3 Операции поверки

3.1 При проведении поверки спектрометров выполняют операции, указанные в таблице 1.

3.2 При получении отрицательных результатов при проведении любой из операций, указанных в таблице 1, поверку прекращают и признают поверяемый спектрометр несоответствующим установленным в описании типа метрологическим требованиям и непригодным к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений.

Т а б л и ц а 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта НД по поверке	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	8.1	Да	Да
Опробование	8.2	Да	Да
Проверка скорости счета и контрастности	8.3	Да	Да
Проверка относительного СКО выходного сигнала	8.4	Да	Да
Проверка чувствительности	8.5	Да	Нет

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки спектрометров применяют следующие средства поверки:

4.1.1 Стандартный образец (СО) массовой доли натрия и хлора в твердой матрице (NaCl-ТМ СО УНИИМ) – ГСО 10934-2017, массовая доля натрия 39,3 %, границы относительной погрешности $\pm 0,1$ %.

4.1.2 СО массовой доли титана в твердой основе (КО-100) – ГСО 10020-2011, массовая доля титана 1,0 %, границы относительной погрешности ± 5 %.

4.1.3 СО массовой доли свинца в твердой матрице (Рb-ТМ СО УНИИМ) – ГСО 10991-2017, массовая доля свинца 1,03 %, границы относительной погрешности ± 3 %.

4.1.4 СО массовой доли борной кислоты в твердой основе (КО-163) – ГСО 10022-2011, массовая доля борной кислоты 99,83 %, границы относительной погрешности $\pm 0,10$ %.

4.1.5 СО состава сталей легированных – ГСО 4506-92П/4510-92П (комплект СО ЛГ32-ЛГ36), образец с индексом ЛГ 34 (рекомендуемые элементы: Si, Cu, Ni, Cr, W), абсолютная погрешность аттестованных значений массовых долей элементов от 0,004 % до 0,06 %;

4.1.6 Термогигрометр ИВА-6А-КП-Д (рег. № 46434-11), диапазон измерений относительной влажности (0-98) %, ПГ ± 2 %; диапазон измерений температуры (0-60) °С, ПГ $\pm 0,3$ °С; диапазон измерений атмосферного давления (70-110) кПа, ПГ $\pm 0,25$ кПа.

4.2 Допускается применение других СО состава утвержденного типа, допущенных к применению в соответствии с требованиями ГОСТ 8.315, соответствующих области применения спектрометров и предназначенных для градуировки, поверки и контроля точности измерений рентгеновских спектрометров (анализаторов), а также средств измерений с метрологическими характеристиками, обеспечивающими необходимую точность.

5 Требования безопасности

При проведении поверки спектрометров соблюдают требования безопасности электрических испытаний и измерений согласно ГОСТ 12.3.019, требования Приказа Министерства труда и социальной защиты РФ от 24 июля 2013 г. № 328н «Об утверждении правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99/2010)», «Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009)», а также указания, изложенные в «Руководстве по эксплуатации» поверяемого спектрометра.

6 Требования к квалификации поверителей

К поверке спектрометров допускаются специалисты, имеющие высшее образование, профессиональную подготовку, опыт работы с рентгенофлуоресцентными спектрометрами (анализаторами), вторую квалификационную группу по электробезопасности (до 1000 В), изучившие «Руководство по эксплуатации» поверяемого спектрометра и работающие в организации, аккредитованной на право поверки средств измерений физико-химического состава и свойств веществ.

7 Условия поверки и подготовка к ней

7.1 Поверку спектрометров согласно ГОСТ 8.395 проводят при следующих условиях:

- температура окружающей среды, °C 20±5;
- относительная влажность воздуха, %, не более 60;
- атмосферное давление, кПа от 84,0 до 106,7.

7.3 Перед проведением поверки проверяют наличие эксплуатационной документации на поверяемый спектрометр («Руководство по эксплуатации» на русском языке), проводят подготовку поверяемого спектрометра к работе в соответствии с «Руководством по эксплуатации».

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре поверяемого спектрометра устанавливают:

- соответствие комплектности (без запасных частей) и внешнего вида требованиям «Руководства по эксплуатации»;
- отсутствие внешних повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность спектрометра;
- наличие маркировки, четкость надписей на панелях спектрометра и их соответствие технической документации;
- исправность органов управления и настройки спектрометра;
- наличие заземления.

При обнаружении какого-либо несоответствия поверку не проводят.

8.2 Опробование

Процедура опробования включает в себя проверку работоспособности (п. 8.2.1) и проверку идентификационных данных программного обеспечения (п. 8.2.2) поверяемого спектрометра.

8.2.1 Включают поверяемый спектрометр как указано в «Руководстве по эксплуатации». Проверяют, что все режимы работы, а также параметры, соответствующие заданному режиму, высвечиваются на мониторе управляющего компьютера спектрометра. Выбор необходимого режима измерений, а также выполнение команд, производят в соответствии «Руководством по эксплуатации».

8.2.2 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (ПО) поверяемого спектрометра.

Проверку идентификационных данных метрологически значимой части программного обеспечения (ПО) поверяемого спектрометра проводят при его включении путем запуска программы ZSX (для спектрометров ZSX Primus, ZSX Primus II) или ZSX Guidance (для спектрометра ZSX Primus IV) с рабочего стола управляющего компьютера спектрометра. Нажатием клавиши мышки в главном меню на наименование исполняемого файла ПО спектрометра ZMonitor, на монитор управляющего компьютера будут выведены

идентификационное наименование и номер версии ПО. Идентификационное наименование, идентификационное наименование исполняемого файла и номер версии метрологически значимой части ПО поверяемого спектрометра должны соответствовать данным, приведенным в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 – Идентификационные данные ПО поверяемых спектрометров

Идентификационные данные (признаки)	Значение для модификации спектрометра		
	ZSX Primus	ZSX Primus II	ZSX Primus IV
Идентификационное наименование ПО	ZSX		ZSX Guidance
Идентификационное наименование исполняемого файла	ZMonitor		ZMonitor
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 7.71		не ниже 8.37
Цифровой идентификатор ПО	-		-

8.3 Проверка скорости счета и контрастности

8.3.1 Проверка скоростей счета, соответствующих определяемым элементам, проводят с использованием СО состава утвержденного типа, указанным в 4.1.1-4.1.3 – ГСО 10934-2017 (аналитическая линия $K\alpha$ натрия), ГСО 10020-2011 (аналитическая линия $K\alpha$ титана), ГСО 10991-2017 (аналитическая линия $L_{\beta 1}$ свинца). Рекомендуемое время экспозиции (время накопления выходного сигнала) – 40 с. Рекомендуемые выходные параметры на высоковольтном генераторе рентгеновской трубки: ток 60 мА, напряжение 50 кВ. Рекомендуемый диаметр анализируемой области 10 мм.

П р и м е ч а н и е – Если спектрометр выдает показания интенсивностей в числе импульсов в секунду, деленные на силу тока трубки в мА, то чтобы получить скорость счета в имп/с, необходимо умножить полученную величину на 60 мА (силу тока на высоковольтном генераторе рентгеновской трубки).

8.3.2 Устанавливают ГСО 10934-2017 в отделение для образцов. Проводят десять измерений скорости счета на линии натрия. Вычисляют среднее арифметическое значение скорости счета по формуле

$$\overline{N}_i = \frac{\sum_{j=1}^n N_{ij}}{n}, \quad (8.1)$$

где N_{ij} – результат j-го измерения скорости счета на линии i-го элемента, имп/с.

8.3.3 Операции по 8.3.2 повторяют для ГСО 10020-2011 (на линии титана), ГСО 10991-2017 (на линии свинца).

Полученные значения скоростей счета на линиях контрольных элементов должны быть не менее указанных в таблице 3.

8.3.4 В отделение для образцов устанавливают фоновый образец – ГСО 10022-2011, указанный в 4.1.4. На фоновом образце выполняют по десять измерений скорости счета на аналитических линиях контрольных элементов: натрия, титана и свинца.

Рассчитывают средние арифметические значения скорости счета на фоновом образце по формуле

$$\overline{N}_{\phi i} = \frac{\sum_{j=1}^n N_{\phi ij}}{n}, \quad (8.2)$$

где $N_{\phi ij}$ – результат j-го измерения скорости счета на фоновом образце на линии i-го элемента, имп/с.

8.3.5 Рассчитывают контрастность для i-го элемента, отн.ед., по формуле

$$K_i = \frac{\overline{N}_i}{N_{\phi i}}, \quad (8.3)$$

Полученные значения контрастности на линиях контрольных элементов должны быть не менее указанных в таблице 3.

Т а б л и ц а 3 – Нормированные значения скорости счета и контрастности

Скорость счета при измерении стандартных образцов, имп/с, не менее, для элементов и их аналитических линий:	
- Na ($K\alpha$)	11000
- Ti ($K\alpha$)	3000
- Pb ($L_{\beta 1}$)	39000
Контрастность (отношение скорости счета при измерении стандартного образца, содержащего указанный элемент, к скорости счета при измерении фоновго образца), отн.ед., не менее, для элементов и их аналитических линий:	
- Na ($K\alpha$)	2700
- Ti ($K\alpha$)	70
- Pb ($L_{\beta 1}$)	20

8.4 Проверка относительного СКО выходного сигнала

8.4.1 Проверку относительного СКО выходного сигнала (скорости счета) проводят с использованием ГСО 4506-92П/4510-92П, образец с индексом ЛГ34, указанного в 4.1.5, для элементов Si, Cu, Ni, Cr (на аналитических линиях $K\alpha$) и W (на аналитической линии $L\alpha$). Рекомендуемое время экспозиции 40 с. Рекомендуемые выходные параметры на высоковольтном генераторе рентгеновской трубки: ток 60 мА, напряжение 50 кВ. Рекомендуемый диаметр анализируемой области 30 мм.

8.4.2 Устанавливают стандартный образец в отделение для образцов на измерительную позицию. В соответствии с «Руководством по эксплуатации» выполняют десятикратные измерения ($n=10$) выходного сигнала (скорости счета) на линии каждого i-го указанного в 8.4.1 элемента.

По результатам n измерений скорости счета на линии i-го элемента рассчитывают относительное СКО выходного сигнала по формуле

$$S_i = \frac{100}{\overline{N}_i} \cdot \sqrt{\frac{1}{(n-1)} \sum_{j=1}^n (N_{ij} - \overline{N}_i)^2}, \quad (8.4)$$

где N_{ij} – результат j-го измерения скорости счета на линии i-го элемента, имп/с;

\overline{N}_i – среднее арифметическое значение результатов измерений скорости счета на линии i-го элемента, имп/с, рассчитанное по формуле (8.5)

$$\overline{N}_i = \frac{\sum_{j=1}^n N_{ij}}{n} . \quad (8.5)$$

Полученные значения относительного СКО выходного сигнала, полученные на аналитических линиях элементов Si, Cu, W, Ni, Cr, не должны превышать значений, указанных в таблице 4.

Т а б л и ц а 4 – Нормированные значения метрологических характеристик

Наименование характеристики	Значение характеристики
Предел допускаемого относительного СКО выходного сигнала, %:	
- Si (K α), Cu (K α), W (L α)	1,5
- Ni (K α), Cr (K α)	0,5
Чувствительность, (имп/с)/%, не менее:	
- Si (K α)	915
- Cu (K α)	770
- W (L α)	35

8.5 Проверка чувствительности

8.5.1 Проверку чувствительности проводят при первичной поверке с помощью ГСО 4506-92П/4510-92П, образец с индексом ЛГ34, указанного в 4.1.5, для элементов для элементов Si, Cu (на аналитических линиях K α) и W (на аналитической линии L α) , и ГСО 10022-2011 с массовой долей борной кислоты 99,83 % в качестве фонового образца (на аналитических линиях указанных элементов), в котором отсутствуют определяемые элементы.

8.5.2 Выполняют десятикратные измерения (n=10) выходного сигнала (скорости счета) на фоновом образце для аналитических линий Si, Cu, W в рекомендуемых условиях измерений: время экспозиции 40 с; выходные параметры на высоковольтном генераторе рентгеновской трубки: ток 60 мА, напряжение 50 кВ; диаметр анализируемой области 10 мм.

8.5.3 Рассчитывают чувствительность для элементов Si, Cu, W по формуле

$$\xi_i = \frac{\overline{N}_i - \overline{N}_{\phi i}}{C_i} , \quad (8.6)$$

где ξ_i – чувствительность i-го элемента, (имп/с)/%;

C_i – массовая доля i-го определяемого элемента, указанная в паспорте СО;

\overline{N}_i – среднее арифметическое значение результатов измерений скорости счета на линии i-го элемента, полученное на образце стали ЛГ34 при выполнении измерений по 8.4, имп/с;

$\overline{N}_{\phi i}$ – среднее арифметическое значение скорости счета фона на линии i-го элемента, полученное на фоновом образце ГСО 10022-2011 согласно 8.5.2, имп/с.

Полученные значения чувствительности по линии Ка для элементов Si, Cu и линии La для W должны быть не менее указанных в таблице 4.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты поверки заносят в протокол поверки, форма которого приведена в рекомендуемом приложении А. Протокол поверки хранят до следующей поверки.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют свидетельством о поверке в соответствии с «Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», утвержденным Приказом Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015 г.

9.3 В случае отрицательных результатов поверки, спектрометр признают несоответствующим установленным в описании типа метрологическим требованиям и непригодным к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, свидетельство о предыдущей поверке аннулируют и выписывают извещение о непригодности с указанием причин непригодности.

Зав. лабораторией ФГУП «УНИИМ»



А.В. Соби́на

Ведущий инженер ФГУП «УНИИМ»



Н.А. Ки́м

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № _____
от « ____ » _____ 20__ г.

Наименование и тип СИ _____
Принадлежит _____
Зав. №, дата выпуска _____
Регистрационный номер в ФИФ ОЕИ: _____
Изготовитель _____

Проверка проведена в соответствии с документом МП 233-223-2017 «ГСИ. Спектрометры рентгенофлуоресцентные волнодисперсионные ZSX Primus, ZSX Primus II, ZSX Primus IV. Методика поверки».

Средства поверки _____

Условия поверки:

- температура окружающей среды, °С
- атмосферное давление, кПа
- относительная влажность воздуха, %

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

А.1 Внешний осмотр _____

А.2 Опробование _____

Проверка работоспособности по 8.2.1 _____

Идентификация ПО по 8.2.2 проведена с положительным (отрицательным) результатом.

Проверка по 8.2 настоящей методики проведена с положительным (отрицательным) результатом.

А.3 Проверка скорости счета и контрастности

Результаты проверки скорости счета и контрастности в соответствии с 8.3 методики поверки, приведены в таблицах А.1 и А.2.

Т а б л и ц а А.1 – Результаты проверки скорости счета

Номер СО	ГСО 10934-2017	ГСО 10020-2011	ГСО 10991-2017
Элемент	натрий (K α)	титан (K α)	свинец (L β_1)
	Результаты измерений скорости счета, имп/с		
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
n=10			
Среднее арифметическое значение скорости счета, имп/с			
Нормированное значение скорости счета, имп/с, не менее	11000	3000	39000

Полученные значения скоростей счета на линиях контрольных элементов не менее (менее) указанных в таблице 3 настоящей методики поверки.

Т а б л и ц а А.2 – Результаты проверки контрастности

Номер СО	ГСО 10022-2011 (фоновый образец)		
Элемент	аналитическая линия натрий (K α)	аналитическая линия титана (K α)	аналитическая линия свинца (L β_1)
	Результаты измерений скорости счета на линии элемента, имп/с		
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
n=10			
Среднее арифметическое значение скорости счета на фоновом образце, имп/с			
Контрастность, отн.ед.			
Нормированное значение контрастности, отн.ед., не менее	2700	70	20

Полученные значения контрастности на линиях контрольных элементов не менее (менее) указанных в таблице 3 настоящей методики поверки.

Проверка по 8.3 проведена с положительным (отрицательным) результатом.

А.3 Проверка относительного СКО выходного сигнала

Результаты проверки относительного СКО выходного сигнала в соответствии с 8.4 методики поверки, приведены в таблице А.3.

Т а б л и ц а А.3 – Результаты проверки относительного СКО выходного сигнала

Номер (индекс) СО	ГСО 4506-92П/4510-92П, образец с индексом ЛГ34				
Элемент	Si (K α)	Cu (K α)	W (L α)	Ni (K α)	Cr (K α)
	Результаты измерений скорости счета на линии элемента, имп/с				
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					
n=10					
Среднее арифметическое значение скорости счета, имп/с					
Относительное СКО выходного сигнала, %					
Нормированное значение предела допускаемого относительного СКО выходного сигнала, %	1,5	1,5	1,5	0,5	0,5

Полученные значения относительного СКО выходного сигнала на линиях контрольных элементов не превышают (превышают) значения, указанные в таблице 4 настоящей методики поверки.

Проверка по 8.4 проведена с положительным (отрицательным) результатом.

А.4 Проверка чувствительности

Результаты проверки чувствительности в соответствии с 8.5 методики поверки, приведены в таблице А.4.

Т а б л и ц а А.4 – Результаты проверки чувствительности

Номер (индекс) СО	ГСО 4506-92П/4510-92П, образец с индексом ЛГ34		
Элемент	Si (K α)	Cu (K α)	W (L α)
Массовая доля элемента, указанная в паспорте СО			
	Результаты измерений скорости счета на линии элемента, имп/с		
Среднее арифметическое значение скорости счета при выполнении измерений по 8.4, имп/с			

Окончание таблицы А.4

Номер СО Элемент	ГСО 10022-2011 (фоновый образец)		
	аналитическая линия Si (K α)	аналитическая линия Cu (K α)	аналитическая линия W (L α)
	Результаты измерений скорости счета на линии элемента, имп/с		
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
n=10			
Среднее арифметическое значение скорости счета на фоновом образце, имп/с			
Чувствительность, (имп/с)/%			
Нормированное значение чувствительности, (имп/с)/%, не менее	915	770	35

Полученные значения чувствительности по линии K α для элементов Si, Cu и линии L α для W не превышают (превышают) значения, указанные в таблице 4 настоящей методики поверки.

Проверка по 8.5 проведена с положительным (отрицательным) результатом.

Заключение:

Спектрометр признан соответствующим (несоответствующим) установленным в описании типа метрологическим требованиям и пригодным (непригодным) к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений.

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности) № _____ от _____.

Срок действия свидетельства до _____.

Поверитель _____

(подпись)

(Ф. И. О.)

Организация, проводившая поверку _____.