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

XHN4ECKO **УТВЕРЖДАЮ** И.о. генерального директора ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» TEAL А.Н. Пронин INPEK DOF **TEHOT** KPABERE, 11. М.п. 1«25» июня 2020 г. OUOLNN.

Государственная система обеспечения единства измерений Спектрометры портативные рентгенофлуоресцентные X-SPEC

> Методика поверки МП 242-2388-2020

> > И.о. руководителя отдела ФГУП "ВНИИМ им, Д. И. Менделеева"

А.В. Колобова

1

Инженер 1 кат. ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

Л.А. Ерофеевская t

г. Санкт-Петербург 2020 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры портативные рентгенофлуоресцентные X-SPEC (далее — спектрометры) и устанавливает методы и средства их поверки.

Спектрометры подлежат периодической поверке в эксплуатации и первичной до ввода в эксплуатацию и после ремонта.

1. Операции поверки

1.1 При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в табл.1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер	Проведение операции при поверке	
	пункта	первичной	периодической
Внешний осмотр	6.1	Да	Да
Опробование	62		
- подтверждение соответствия ПО	0.2	Да	Да
Определение метрологических характеристик			
 определение контрастности и энергетического разрешения 	6.3	Да	Да
 определение относительного СКО выходного сигнала 		Да	Да

1.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

2. Средства поверки

2.1 Средства поверки указаны в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

№	Номер	Наименование, тип, марка эталонного	Номер ГСО, ГОСТ, ТУ или
п/п	пункта	средства измерений или вспомогательного	основные технические и (или)
	МΠ	средства поверки.	метрологические характеристики
1.	6.3.	Стандартные образцы сталей легированных с диапазоном аттестованных значений массовых долей элементов: - Ni от 15 % до 35 % - Cr от 15 % до 35 % - Si от 0,5 % до 2 %	Например, ГСО 8876-2007 (индекс ЛГ-64)
2.	4.1	Термогигрометр электронный (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 °C; абсл. погрешность не более 0,5 °C.

2.2. При проведении поверки допускается использовать другие аналогичные ГСО, вспомогательные средства поверки и средства измерений с метрологическими характеристиками не хуже вышеприведенных.

2.3. Все средства измерений, используемые при поверке, должны иметь свидетельства о поверке, а ГСО - действующие паспорта.

3. Требования к квалификации поверителей

3.1. К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие Руководство по эксплуатации спектрометра (далее — РЭ) и методику поверки. Для снятия данных при поверке допускается участие операторов, обслуживающих спектрометр (под контролем поверителя).

4. Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

4.1. Температура окружающего воздуха от +18 до +25°С.

4.2. Относительная влажность окружающего воздуха (при 25°С) до 80%.

5. Подготовка к поверке

5.1. Установка и подготовка спектрометра к поверке, включение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с эксплуатационной документацией.

6. Проведение поверки

6.1. Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- отсутствие механических повреждений корпуса
- четкость маркировки.

6.2. Опробование

6.2.1 Подтверждение соответствия программного обеспечения (ПО).

Спектрометры оснащены встроенным и автономными ПО «XSpec» (для OC Android) или «XRPortableMesaure» (для OC Windows).

Определение осуществляется одним из способов:

6.2.1.1 Подтверждение соответствия ПО «XRPortableMesaure» и встроенного ПО.

После запуска программы «XRPortableMesaure», работающей на ОС Windows, выбрать вкладку **Настройки**. В окне в правом нижнем углу будет выведена информация о наименовании ПО, версии ПО, а слева внизу о версии прошивки (встроенного ПО). Копия экрана приведена на рисунке 1.

Измерение методом РФА			- 0	×
Измерение Настройки Поверка Калибровка энергетической шкал Каналы => энергия: Эн а0: 0.0675148 a0: a1: 0.0102657 a1: a2: 0 a2:	ы ергия => каналы: 6.57 97.4116 0	Тип рентгеновской трубки МАGNUM, 40 кВ, 100 мкА МАGNUM, 50 кВ, 200 мкА	Порт для соединения с устройством Определять автоматически перед первым соединением Э Задать вручную (*): СОМ4 *: порт должен быть задан вручную в случае Bluetooth-соединения. Автоматическое соединение при запуске	
Другое Измерение по живому времени Измерение по живому времени Аначинать измерение, даже есл	и образец не в зоне	Состояние детектора Температура: 256.5 Готовность: НЕТ	Уменьшенная скорость связи Режим эксперта Путь к программе режима эксперта:	
 Начинать измерение после наж Автоматически сохранять каж; Директория для автосохранен С:\Спектры\Кубака СОПы 	катия курка (X-SPEC) зое измерение иия:		Обновить калибровочные коэффициенты	
Язык интерфейса: Default Состояние прибора Соединение с контроллером:	сть v			
Соединение с детектором:	ECTL			
Интерфейс связи:	Bluetooth			
Тип прибора: Версия прошивки:	X-SPEC 1.11			
Серийный номер:	015-18			
Установить ссединени	е с прибором		BepcHR XRPortableMeasure: 0.32 build 0 rev 0	

Рис. 1 – Окно с идентификационными данными ПО «XRPortableMesaure» и встроенного ПО.

6.2.1.2 Подтверждение соответствия ПО «ХЅрес» и встроенного ПО.

Для запуска программного обеспечения «ХЅрес» следует нажать на иконку приложения ХЅрес на экране мобильного устройства.

Появится главный экран программы.

×	141	X-SPEC	图 〓
Имя і Врем	методин ія, с: 0.0	(и: <>	
Ходи	ізмерен	ия:	
Резул	іьтаты:		
	Имя	Время	Загрузка
Н	ET П	одклю	ЧЕНИЯ
	TOP		0000
M	ЕТОДИ	IKA	СВЯЗБ

Рис 2. - Главный экран программного обеспечения «ХЅрес».

Наименование программного обеспечения высветится вверху экрана.

После запуска программы «XSpec» (для OC Android) открыть меню «Настройки» (3 горизонтальные линии справа вверху экрана). На экран будет выведена информация о названии автономного ПО, его версии и версии прошивки (встроенного ПО). Копия экрана приведена на рисунке 3.

Другие параметры	
Количество каналов: 4096	
Версия приложения: XSpec 1.2	
Версия прошивки: 1.4	

Рис. 3 – Окно с идентификационными данными ПО «ХЅрес» и встроенного ПО.

6.2.1.3 Спектрометр считается выдержавшим поверку по п. 6.2.1, если номера версий ПО не ниже указанных в таблице 3.

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение		
Идентификационное наименование ПО	Встроенное ПО спектрометров портативных рентгенофлуоресцентных X-SPEC	XSpec	XRPortableMesaure
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.1	не ниже 1.0	не ниже 0.21

6.3. Определение метрологических характеристик

Проведение поверки возможно с использованием ПО «XRPortableMesaure» либо ПО «XSpec».

6.3.1. Определение контрастности, энергетического разрешения и относительного СКО с использованием ПО «XRPortableMesaure».

6.3.1.1. Определение контрастности на воздухе для CrKa (5.41 кэВ), NiKa (7.47 кэВ) и энергетического разрешения на линии FeKa (6,4 кэВ).

Выберите вкладку Поверка.

Измерение методом РФА		-	×
Измерение Настройки Поверка			
CIAPI	CIOII		
Разрешение: <>	Проведено измерений: 0		
Контрастность (на воздухе)			
CTAPT	Дата последнего измерения: <>		
Контрастность СгКа: <>			
Контрастность NiKa: <>			
Контрастность (на гелии)			
CTAPT			
Контрастность SiKa: <>			
Определение СКО			
CTAPT			
Основная аппаратурная погрешность,			
СКО: <>			

Рис. 4 - Окно «Поверка» ПО «XRPortableMesaure».

Установите исследуемый образец и нажмите кнопку «СТАРТ» под надписью: «Энергетическое разрешение на линии FeKa».

Автоматически при проведении данного измерения будет рассчитано энергетическое разрешение на линии FeKa (6.4 кэВ).

Провести подобным образом определение контрастности (на воздухе) и определение относительного СКО (Определение СКО).

6.3.1.2 При наличии в приборе опции по работе с гелием произведите определение контрастности на линии SiKα (1,74 кэB)¹:

- подключить шланг от редуктора на гелиевом баллоне к прибору;

- открыть вентиль на гелиевом баллоне;

- установите исследуемый образец и нажмите кнопку «СТАРТ» под надписью: «Контрастность (на гелии)».

¹ Определение производится только для спектрометров исполнения с системой гелиевой продувки камеры для образцов

- автоматически при проведении измерения будет определена контрастность на линии SiKa (1,74 кэВ);

После измерения программа впишет в окна результаты расчётов и дату проведения поверки.

6.3.2. Определение контрастности, энергетического разрешения и относительного СКО с использованием ПО «ХЅрес».

6.3.2.1. Определение контрастности на воздухе для CrKa (5.41 кэВ), NiKa (7.47 кэВ) и энергетического разрешения на линии FeKa (6,4 кэВ).

Запустите приложение ХЅрес.

Нажмите кнопку «Настройки» (3 горизонтальные линии справа вверху экрана):



Внизу появившегося экрана нажмите кнопку «Проведение поверки»:



После этого на экране откроется окно «Поверка».

Энергетичес	кое разрешение
Разрешение	е на линии FeKa: <>
ИЗМЕРИТЬ	
Контрастнос	ть
Контрастно	сть на линии CrKa: <>
Контрастно	сть на линии NiKo: <>
ИЗМЕРИТЬ	
Контрастнос	ть (на гелии)
Контрастно	сть на линии SiKα: <>
ИЗМЕРИТЬ	
Среднеквад	ратическое отклонение
ско: <>	
ИЗМЕРИТЬ	
Подробности	и
Проведено	измерений: 0
Дата послед	него измерения: <>
OCTAHOBN	ТЬ ТЕКУЩЕЕ ИЗМЕРЕНИЕ

Рис. 5 - Окно «Поверка» ПО «ХЅрес».

Установите исследуемый образец и нажмите «Измерить» под надписью: «Разрешение на линии FeKa».

Автоматически при проведении данного измерения будет рассчитано энергетическое разрешение на линии FeKa (6.4 кэВ).

Провести подобным образом определение контрастности (на воздухе) и определение относительного СКО (Определение СКО).

6.3.2.2 При наличии в приборе опции по работе с гелием произведите определение контрастности на линии SiKα (1,74 кэB)²:

- подключить шланг от редуктора на гелиевом баллоне к прибору;

- открыть вентиль на гелиевом баллоне;

- установите исследуемый образец и нажмите кнопку «ИЗМЕРИТЬ» под надписью: «Контрастность на линии SiKa».

- автоматически при проведении измерения будет определена контрастность на линии SiKa (1,74 кэВ).

6.3.3 Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.3, если полученные характеристики удовлетворяют требованиям, указанным в Таблице 4.

	Таблица 4
Наименование характеристики	Значение
Энергетическое разрешение детектора по линии Fe Kα, эB, не более	155
Относительное СКО выходного сигнала, %, не более	1
Контрастность на линии Ni Kα, в воздушной среде, не менее	1
Контрастность на линии Cr Kα, в воздушной среде, не менее	1,5
Контрастность на линии Si Kα, в среде гелия, не менее	0,1

² Определение производится только для спектрометров исполнения с системой гелиевой продувки камеры для образцов

7. Оформление результатов поверки

7.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку.

7.2. Спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годным и на него оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

7.3. На оборотной стороне свидетельства приводятся результаты определения метрологических характеристик и дополнительные сведения, в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку.

7.4. Спектрометр, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на него выдается извещение о непригодности.

7.5. Знак поверки наносится на заднюю панель спектрометра и (или) на свидетельство о поверке.