


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

**СОГЛАСОВАНО**

Генеральный директор  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

  
А.Н. Пронин

М.П.  
" 15 " 11 2022 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

**Анализаторы рентгеновские АР**

**Методика поверки**

**МП-242-2504-2022**

Заместитель руководителя  
научно-исследовательского отдела  
государственных эталонов в области  
физико-химических измерений  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

  
Т.Б. Соколов

Ведущий инженер  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

  
Т.М. Эннанова

Санкт-Петербург  
2022 г.

## 1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на анализаторы рентгеновские АР, изготавливаемые АО «ИЦ «Буревестник», г. Санкт-Петербург, и устанавливает методы и средства их первичной поверки до ввода в эксплуатацию, а также после ремонта, и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Требования по обеспечению прослеживаемости поверяемого анализатора к государственным первичным эталонам единиц величин выполняются путем реализации на анализаторе методик измерений с применением стандартных образцов утвержденного типа, прослеживаемых к комплексу государственных первичных эталонов единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации по ГОСТ 8.735.0-2011 «Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Основные положения»:

ГЭТ 217-2018 ГПЭ единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектрального методов;

ГЭТ 176-2019 ГПЭ единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии;

ГЭТ 196-2019 ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов;

ГЭТ 208-2019 ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки: косвенное измерение поверяемым средством величины, воспроизводимой стандартным образцом.

Первичная поверка при выпуске из производства проводится только для тех спектрометрических каналов, которые входят в состав комплектации анализатора в соответствии с заказом. Первичная поверка после ремонта и периодическая поверка проводится только для тех спектрометрических каналов, с которыми анализатор эксплуатируется.

Допускается возможность проведения поверки анализатора для меньшего числа спектрометрических каналов (из числа входящих в его комплектацию).

Примечания:

1. При пользовании настоящей методикой поверки 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.

2. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

## 2. ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

2.1. Для поверки анализаторов рентгеновских АР должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1- Перечень операций поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	7
Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.3
Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	да	да	8.4
Проверка программного обеспечения	да	да	9
Определение метрологических характеристик	да	да	10
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	11

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

## 3. ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +12 до +32;
- атмосферное давление, кПа от 84,0 до 106,7;
- относительная влажность воздуха, %, не более 75

## 4. ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

4.1. Поверка анализаторов должна проводиться юридическими лицами или индивидуальными предпринимателями, аккредитованными на право оказания услуг в области обеспечения единства измерений, в установленном действующим законодательством порядке.

4.2. К проведению поверки допускаются лица, допущенные к выполнению поверки по данному виду измерений, изучившие методику поверки и руководство по эксплуатации анализаторов, прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

## 5. МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1. При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Перечень средств поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 8 Подготовка к поверке и опробование. п. 10 Определение метрологических характеристик	Стандартные образцы состава раствора ионов металлов, массовая концентрация иона металла: - железо - 10,0 г/дм <sup>3</sup> , - цинк - 1,0 г/дм <sup>3</sup> , - никель - 1,0 г/дм <sup>3</sup> , - медь - 1,0 г/дм <sup>3</sup> , - свинец - 10,0 г/дм <sup>3</sup>	ГСО 10730-2015 (СО ВРК-ПА-1), стандартный образец состава раствора ионов металлов (интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации иона металла от 0,005 до 15 г/дм <sup>3</sup> вкл.; границы допускаемых значений относительной погрешности СО при P=0,95 от ±1,1 до ±2,1 %). Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018.
п.8 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании)	Средства измерений температура окружающей среды в диапазоне измерений от +15 до +25 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне до 75 %; Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 84,0 до 106,7 кПа	Прибор комбинированный Testo 622 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 53505-13) или аналогичный
Допускается использовать при поверке другие средства измерений и стандартные образцы утвержденного типа, и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.		

## 6. ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1. Требования безопасности должны соответствовать правилам и нормам, изложенным в руководстве по эксплуатации анализаторов рентгеновских АР.

6.2. При проведении операций по поверке следует руководствоваться действующими на предприятии правилами и нормами, регламентированными инструкциями по безопасности труда для подразделений, где установлено поверяемое СИ.

## 7. ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

7.1. При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- соответствие внешнего вида анализатора описанию типа СИ;
- наличие знака утверждения типа в месте, указанном в описании типа СИ;
- соблюдение требований по защите анализатора от несанкционированного доступа, указанных в описании типа СИ: наличие и целостность пломб в соответствии с требованиями эксплуатационной документации;
- наличие маркировки, подтверждающей тип и идентифицирующей анализатор;

- отсутствие на наружных поверхностях анализатора повреждений и дефектов, влияющих на его работоспособность;
- отсутствие ослаблений элементов конструкции, чистоту разъемов;
- надежность крепления соединительных элементов, кабелей.

7.2. В случае обнаружения дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведения поверки и (или) на результаты поверки они должны быть устранены до начала поверки.

## **8. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ**

8.1. Подготовку анализатора к поверке, включение соединительных устройств, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляют в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в руководстве по эксплуатации анализаторов рентгеновских АР ТА21.1.211.126 РЭ, в руководстве пользователя анализаторов рентгеновских АР модель АР-35 ТА21.1.211.126 РП, руководстве пользователя анализаторов рентгеновских АР модель АР-31-НМ ТА22.1.211.127 РП.

8.2. Подготовить для анализа выбранные стандартные образцы в соответствии с инструкцией по применению соответствующего комплекта стандартных образцов, требованиями руководства по эксплуатации.

8.3. При подготовке к поверке проверить выполнение условий пунктов 3, 4, 5, 6 настоящей методики поверки и занести в протокол поверки условия проведения поверки (температура окружающей среды, атмосферное давление, относительная влажность воздуха).

8.4. При опробовании проверяют исправность работы анализатора. Включить анализатор в соответствии с п. 11.1 руководством по эксплуатации ТА21.1.211.126 РЭ. Прогреть анализатор в течение не менее 60 мин.

8.4.1. После включения анализатора рентгеновского АР модели АР-35 на панели оператора появится стартовое меню ПО «AR35» «Контроль работы анализатора». Войти в «Меню экранов аналитических».

Результаты опробования анализатора рентгеновского АР модели АР-35 считаются удовлетворительными, если ПО панели оператора ПО «AR35» загружается без сбоев, анализатор функционирует в соответствии с требованиями РЭ ТА21.1.211.126 РЭ и РП ТА21.1.211.126 РП.


8.4.2. После включения анализатора рентгеновского АР модели АР-31-НМ включить АРМ, выполняется загрузка операционной системы, запустить ПО «AR31NM». На экране монитора появится окно программы с выбором учетной записи, выбрать учетную запись «OPER», появится главное окно программы «Ручной режим». Открыть экран «Скорость счета и контрастность», нажав кнопку «СС и К». Нажатием соответствующей кнопки открыть экран «Поверка».

Результаты опробования анализатора рентгеновского АР модели АР-31-НМ считаются удовлетворительными, если ПО «AR31NM» загружается без сбоев, анализатор функционирует в соответствии с требованиями РЭ ТА21.1.211.126 РЭ и РП ТА22.1.211.127 РП.

## **9. ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ**

9.1. Определение идентификационных данных программных обеспечений анализаторов рентгеновских АР модели АР-35.

Для вызова окна идентификации ПО необходимо на любом экране панели оператора

нажать на ярлык ИЦ «Буревестник» , который находится в левом верхнем углу экрана. После чего на экране появится окно «Идентификационные данные» (рисунок 1).

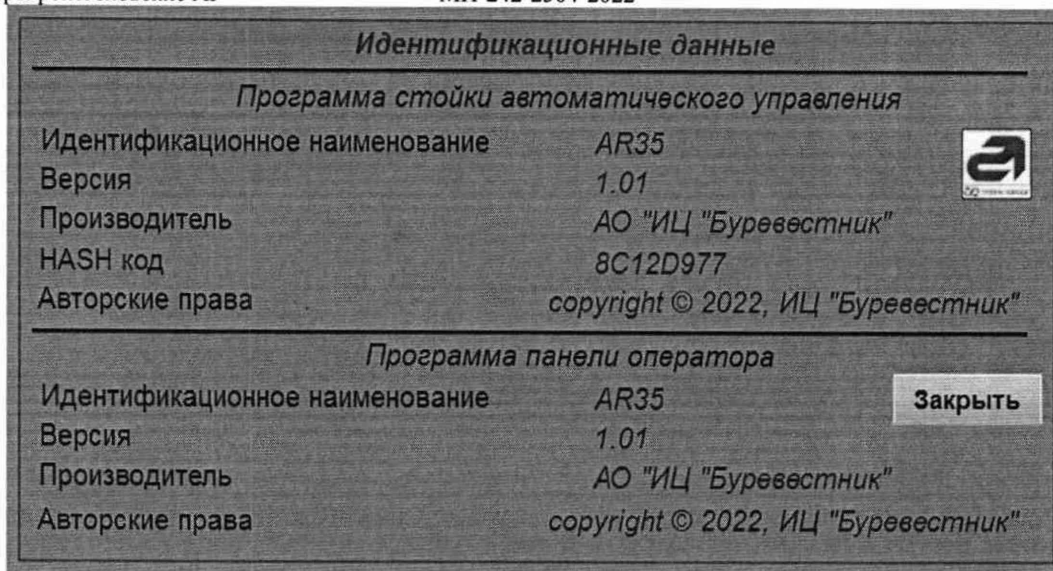


Рисунок 1. Окно «Идентификационные данные» анализаторов рентгеновских АР модели АР-35.

Информация, указанная в окне «Идентификационные данные»:

В верхней части окна указаны идентификационные данные ПО стойки автоматического управления «AR35»:

- идентификационное наименование ПО;
- номер версии (идентификационный номер) ПО указан в строке «Версия» (после последней цифры номера версии в формате X.XX допускаются дополнительные цифровые и/или буквенные суффиксы);
- цифровой идентификатор метрологически значимого файла ПО, рассчитанный по алгоритму CRC32, указан в строке «HASH код»;
- в строке «Производитель:» указан изготовитель СИ;
- в строке «Авторские права:» указан правообладатель.

В нижней части окна указаны идентификационные данные ПО панели оператора «AR35»:

- идентификационное наименование ПО;
- номер версии (идентификационный номер) ПО указан в строке «Версия» (после последней цифры номера версии в формате X.XX допускаются дополнительные цифровые и/или буквенные суффиксы);
- в строке «Производитель:» указан изготовитель СИ;
- в строке «Авторские права:» указан правообладатель.

Цифровой идентификатор программы верхнего уровня панели оператора «AR35» для версии не ниже 1.01 отсутствует для отображения.

Анализатор рентгеновский АР модели АР-35 считается выдержавшим поверку, если:

- версия ПО стойки автоматического управления «AR35» не ниже 1.00, полная версия ПО и цифровой идентификатор ПО совпадают с указанными в паспорте наверяемый анализатор;
- версия ПО панели оператора «AR35» не ниже 1.01, полная версия ПО совпадает с указанной в паспорте наверяемый анализатор.

9.2. Определение идентификационных данных программных обеспечений анализаторов рентгеновских АР модели АР-31-НМ.

Для вызова окна идентификации ПО необходимо на экране «Поверка» ПО «AR31NM» нажать на кнопку «Идентификация ПО», которая находится в правом нижнем углу экрана. После чего на экране появится окно «Идентификационные данные» (рисунок 2).

Идентификационные данные	
Наименование	<i>Программа стойки автоматического управления</i>
Идентификационное наименование	<i>AR35</i>
Версия	<i>1.00</i>
Производитель	<i>ИЦ "Буревестник"</i>
HASH код	<i>8C12D977</i>
Авторские права	<i>copyright © 2022, ИЦ "Буревестник"</i>
Наименование	<i>Программа АРМ анализатора</i>
Идентификационное наименование	<i>AR31NM</i>
Версия	<i>1.00</i>
Производитель	<i>ИЦ "Буревестник"</i>
HASH код	<i>f145369358992b841981ae2d9695c570</i>
Авторские права	<i>copyright © 2022, ИЦ "Буревестник"</i>

Рисунок 2. Окно «Идентификационные данные» анализаторов рентгеновских АР модели АР-31-НМ.

Информация, указанная в окне «Идентификационные данные»:

В верхней части окна указаны идентификационные данные ПО стойки автоматического управления «AR35»:

- идентификационное наименование ПО;
- номер версии (идентификационный номер) ПО указан в строке «Версия» (после последней цифры номера версии в формате X.XX допускаются дополнительные цифровые и/или буквенные суффиксы);
- цифровой идентификатор метрологически значимого файла ПО, рассчитанный по алгоритму CRC32, указан в строке «HASH код»;
- в строке «Производитель:» указан изготовитель СИ;
- в строке «Авторские права:» указан правообладатель.

В нижней части окна указаны идентификационные данные ПО «AR31NM»:

- идентификационное наименование ПО;
- номер версии (идентификационный номер) ПО указан в строке «Версия» (после последней цифры номера версии в формате X.XX допускаются дополнительные цифровые и/или буквенные суффиксы);
- цифровой идентификатор метрологически значимого файла ПО, рассчитанный по алгоритму SHA, указан в строке «HASH код»;
- в строке «Производитель:» указан изготовитель СИ;
- в строке «Авторские права:» указан правообладатель.

Анализатор рентгеновский АР модели АР-31-НМ считается выдержавшим поверку, если:

- версия ПО стойки автоматического управления «AR35» не ниже 1.00, полная версия ПО и цифровой идентификатор ПО совпадают с указанными в паспорте на поверяемый анализатор;
- версия ПО «AR31NM» не ниже 1.00, полная версия ПО и цифровой идентификатор ПО совпадают с указанными в паспорте на поверяемый анализатор.

## 10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК

10.1. Определение чувствительности и относительного среднеквадратического отклонения (СКО) среднего значения интенсивности выходного сигнала.

10.1.1. Для проведения измерений по данному пункту применяют ГСО 10730-2015 (СО ВРК-ПА-1), стандартный образец состава раствора ионов металлов; воду дистиллированную по ГОСТ Р 58144-2018. Допускается использовать при поверке другие стандартные образцы утвержденного типа, удовлетворяющие метрологическим требованиям к стандартным образцам, указанным в таблице 2 МП.

Применяют ГСО 10730-2015 следующих ионов металлов налитых в специальные кюветы для жидких проб с применением пленки из ПЭТ толщиной 10 мкм:

- железо (массовая концентрация иона металла 10,0 г/дм<sup>3</sup>),
- цинк (массовая концентрация иона металла 1,0 г/дм<sup>3</sup>),
- никель (массовая концентрация иона металла 1,0 г/дм<sup>3</sup>),
- медь (массовая концентрация иона металла 1,0 г/дм<sup>3</sup>),
- свинец (массовая концентрация иона металла 10,0 г/дм<sup>3</sup>).

Кюветы для жидких проб с налитыми ГСО и водой дистиллированной устанавливают в измерительные гнезда анализатора. Дистиллированная вода по ГОСТ Р 58144-2018 применяется в качестве фонового образца для определения чувствительности.

10.1.2. Включить анализатор в соответствии с руководством по эксплуатации анализаторов рентгеновских АР. Процедуры при выполнении измерений должны выполняться:

- в соответствии с п. 6.2 руководства пользователя ТА21.1.211.126РП – для анализаторов рентгеновских АР модели АР-35;
- в соответствии с п. 6.4, руководства пользователя ТА22.1.211.127РП – для анализаторов рентгеновских АР модели АР-31-НМ.

Результаты измерений отображаются на панели оператора для анализаторов модели АР-35 и на экране монитора АРМ для анализаторов модели А-31-НМ.

Подготовить анализатор в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора.

Условия измерений:

- режим работы рентгеновской трубки: напряжение - 40 кВ, ток 40 мА;
- на окне трубки должен быть установлен фильтр из алюминия А99 (ГОСТ 618), толщиной 0,6 мм (из комплекта прибора);
- максимум амплитудного распределения выведен на середину диапазона амплитудного анализатора;
- значение нижнего порога обеспечивает дискриминацию шумов, а ширина окна - выделение не менее чем 95 % интегрального счета импульсов.

10.1.3. Выполняют по 10 измерений интенсивности для каждого стандартного образца (в соответствующем спектрометрическом канале)  $I_i^{КО}$  и для дистиллированной воды  $I_i^{ФО}$  с экспозицией 50 с. На панели оператора для анализаторов модели АР-35 и на экране монитора АРМ для анализаторов модели А-31-НМ интенсивности (соответствуют скоростям счета) стандартного образца  $I_i^{КО}$  и дистиллированной воды  $I_i^{ФО}$  отображаются в столбцах с наименованием  $J_i$  и  $J_f$  соответственно.

Средние арифметические значения интенсивностей для соответствующего определяемого элемента (соответствующего стандартного образца)  $I_{ср}^{КО}$  и дистиллированной воды (фоновый образец)  $I_{ср}^{ФО}$  для каждого спектрометрического канала отображаются в строке с названием «Сред.  $J_i$ , имп/с».



10.1.4. Значение чувствительности  $\theta$ , рассчитанное в соответствии с формулой (1), для каждого спектрометрического канала отображается в строке с названием «Среднее  $\theta$ ».

$$\theta = \frac{I_{\text{ср}}^{\text{КО}} - I_{\text{ср}}^{\text{Ф0}}}{C^{\text{КО}}}, \quad (1)$$

где  $C^{\text{КО}}$  – аттестованное значение массовой концентрации контролируемого элемента в соответствующем ГСО, г/дм<sup>3</sup>.

Чувствительность  $\theta$  для каждого спектрометрического канала, рассчитанная по формуле (1), и отображаемая в строке с названием «Среднее  $\theta$ », выражается в (г/дм<sup>3</sup>)<sup>-1</sup>.

10.1.5. Значение относительного СКО среднего значения интенсивности  $S_I$ , рассчитанное в соответствии с формулой (2), для каждого спектрометрического канала отображается:

- в строке с названием «Отн. СКО S, %» на панели оператора для анализаторов модели АР-35,

- в строке с названием «Погрешность, %» на экране монитора АРМ для анализаторов модели АР-31-НМ.

$$S_I = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_i^{\text{КО}} - I_{\text{ср}}^{\text{КО}})^2}{n(n-1)}}}{I_{\text{ср}}^{\text{КО}}} \times 100 \% \quad (2)$$

где n – число единичных измерений интенсивности, равное 10.

Относительное СКО среднего значения интенсивности  $S_I$  для каждого спектрометрического канала, рассчитанное по формуле (2), и отображаемое в строке с названием «Отн. СКО S, %» (для анализаторов модели АР-35) либо в строке с названием «Погрешность, %» (для анализаторов модели АР-31-НМ), выражается в %.

## 11. ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

11.1. Критерием соответствия для принятия поверителем решения о пригодности анализатора является соответствие результатов измерений для каждого поверяемого спектрометрического канала Описанию типа анализаторов рентгеновских АР; метрологические характеристики приведены в таблице 3

Таблица 3 – Пределы допускаемых значений чувствительности и относительного СКО среднего значения интенсивности выходного сигнала анализаторов рентгеновских АР

Элемент, аналитическая линия	Массовая концентрация, г/дм <sup>3</sup>	Чувствительность $\theta$ , (г/дм <sup>3</sup> ) <sup>-1</sup> не менее	Относительное СКО среднего значения интенсивности $S_I$ , %, не более
Железо (FeK $\alpha$ )	10	100	1,5
Цинк (ZnK $\alpha$ )	1	400	1,5
Никель (NiK $\alpha$ )	1	400	1,5
Медь (CuK $\alpha$ )	1	1000	1,5
Свинец (PbL $\beta$ )	10	1000	1,5
Рассеянное излучение (дистиллированная вода)	-	-	0,5

## 12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

12.2. Сведения о результатах поверки СИ передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с порядком проведения поверки средств измерений, предусмотренным действующим законодательством Российской Федерации.

12.3. При положительных результатах поверки по заявлению заказчика оформляют свидетельство о поверке, подтверждающее соответствие анализатора метрологическим требованиям к средству измерений. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке в случае его оформления и (или) в паспорт.

12.4. При отрицательных результатах поверки анализатор к применению не допускают, по заявлению заказчика выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с действующим законодательством Российской Федерации.