

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
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»)

СОГЛАСОВАНО



Директор УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

Е.Н. Собина

2023 г.

«ГСИ. Спектрометры рентгенофлуоресцентные EX.

Методика поверки»

МП 18-251-2023

Екатеринбург

2023

ПРЕДИСЛОВИЕ

1. **РАЗРАБОТАНА** Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)
2. **ИСПОЛНИТЕЛЬ** зам. зав. лаб. 251, Вострокнутова Е.В.
3. **СОГЛАСОВАНА** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2023 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения	4
2	Нормативные ссылки	4
3	Перечень операции поверки	5
4	Требования к условиям проведения поверки	5
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку	5
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	6
8	Внешний осмотр средства измерений	6
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений	7
10	Проверка программного обеспечения средства измерений	7
11	Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	7
12	Оформление результатов поверки	8

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные EX (далее – спектрометры), выпускаемые Xenometrix LTD, Израиль, 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 спектрометров:

- к ГЭТ 176-2019 «Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» путем применения стандартных образцов утвержденных типов в соответствии с поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта Российской Федерации от 19.02.2021 г. №148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах».

1.3 В настоящей методике реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки спектрометров, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Определяемые элементы: - На детекторе SDD - На детекторе SDD LE	от Na (Натрий) до Fm (Фермий) от C (Углерод) до Fm (Фермий)
Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала ¹ на K α линии Fe, %, не более	1
Чувствительность на K α линии Fe, имп/(с·мкА·%), не менее	35
¹ - по контрольному элементу в образце в диапазоне массовых долей железа от 0,90 % до 1,10 %.	

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;

- Приказ Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 г. N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

- 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».

3 Перечень операции поверки

3.1 Для поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 - Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций поверки при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
Внешний осмотр средства измерений	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
Проверка относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	да	да	11.1
Проверка чувствительности	да	да	11.2

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, поверка прекращается, спектрометр бракуется.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +16 до +30
- относительная влажность, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке спектрометра допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в установленном порядке в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на спектрометр.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Средство измерений температуры и относительной влажности: диапазон измерений температуры от +16 °С до +30 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,7$ °С, диапазон измерений относительной влажности до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности $\pm 2,5$ %	Термогигрометр электронный «CENTER» 313, рег. № 22129-09
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Стандартный образец массовой доли железа в твердой матрице (Fe-TM CO УНИИМ); интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли железа от 0,90 % до 1,10 %; границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ ± 3 %	ГСО 11036-2018
Примечание – Допускается использовать при поверке другие типы стандартных образцов, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.		

6.2 Стандартные образцы, применяемые для поверки, должны иметь действующий паспорт, средства измерений – поверены.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 г. N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- соответствие комплектности, указанной в описании типа;
- наличие обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре спектрометра выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты

поверки, поверка прекращается, спектрометр бракуется.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.2 Подготавливают спектрометр в соответствии РЭ.

9.3 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготавливают в соответствии с инструкцией по применению.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) спектрометра. Версия программного обеспечения указывается в главном окне программы AnalytiX. Главный экран программы AnalytiX приведен на рисунке 1.

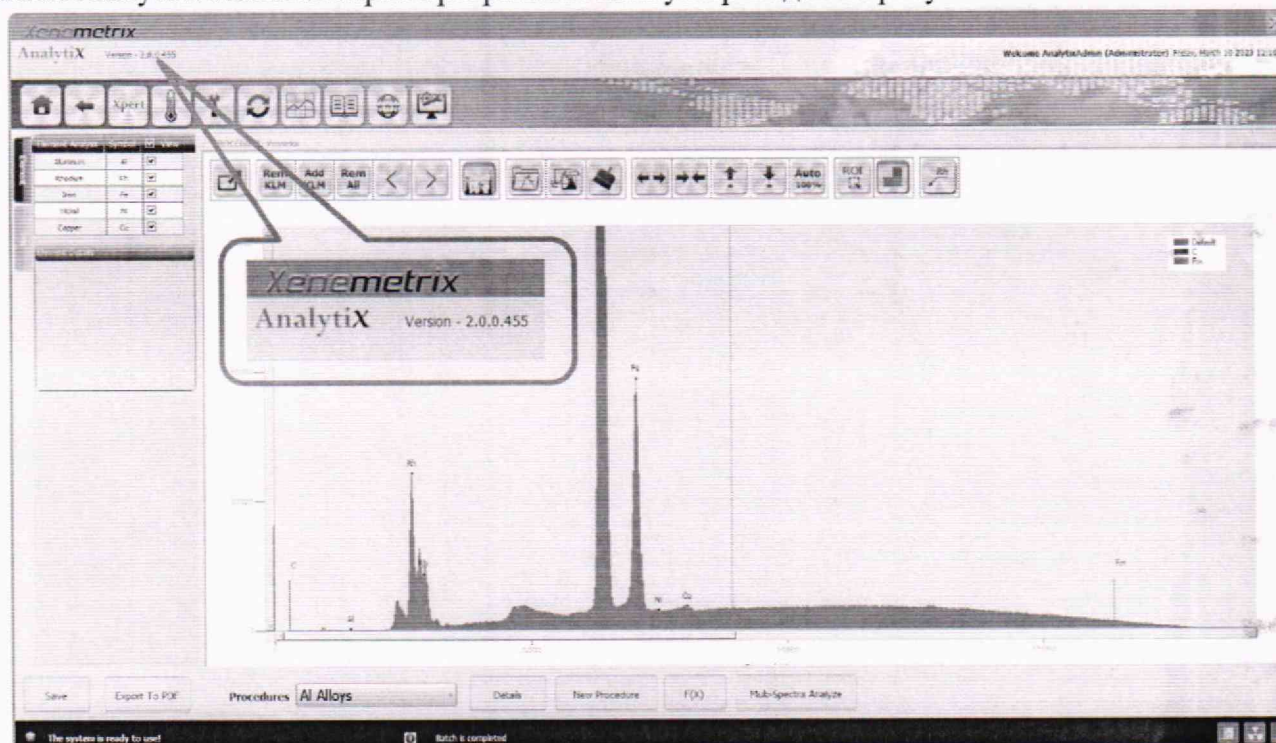


Рисунок 1 – Главный экран программы AnalytiX с указанием места расположения версии ПО

Идентификационные наименования и номера версий ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	AnalytiX
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	2.0.0.0
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Проверка относительного среднего квадратического отклонения (далее – СКО)

выходного сигнала

11.1.1 Проверку относительного СКО выходного сигнала провести с использованием стандартного образца (далее – СО) утвержденного типа согласно таблицы 3.

11.1.2 Помещают СО на измерительную позицию спектрометра, выбирают из списка аналитическую программу POVERKA и запускают измерения в соответствии с РЭ. Проводят не менее 10 измерений выходного сигнала спектрометра на К α линии Fe.

11.1.3 Относительного СКО выходного сигнала рассчитывают по формуле

$$S_j = \frac{100}{\bar{X}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_j - \bar{X})^2}{n-1}}, \quad (1)$$

где X_j – результат измерения j -го выходного сигнала, имп;

\bar{X} – среднее арифметическое значение выходного сигнала спектрометра на К α линии Fe, имп, рассчитывают по формуле

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n}, \quad (2)$$

где n – количество измерений выходного сигнала.

Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

11.2 Проверка чувствительности

11.2.1 Проверку чувствительности проводят одновременно с измерением относительного СКО.

11.2.2 С помощью ПО спектрометра выбирают метод POVERKA создают метод измерения скорости счета на К α линии Fe (выходные параметры подбирают таким образом, чтобы «Deadtime» (мертвое время) было не более 40 %: для этого напряжение выбирают 20 кВ, силу тока 250 мкА, время экспозиции 100 с). Проводят 10 измерений скорости счета аналитической линии.

11.2.3 Чувствительность рассчитывают по формуле

$$K_{ai} = \frac{\bar{X}}{I \cdot A \cdot t}, \quad (3)$$

где I – величина тока рентгеновской трубки, которая задается при измерениях с помощью программного обеспечения спектрометра, мкА;

A – аттестованное значение массовой доли железа, указанное в паспорте СО, %;

t – время экспозиции, с.

Полученные значения чувствительности должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

11.3 В результате анализа характеристик, полученных в результате поверки, делается вывод о пригодности дальнейшего использования средства измерений. Критериям пригодности является соответствие чувствительности и значения относительного СКО выходного сигнала средства измерений установленным нормам (11.1 и 11.2 настоящей методики поверки).

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

12.2 При положительных результатах поверки спектрометр признают пригодным к применению.

12.3 Нанесение знака поверки на спектрометры не предусмотрено. Пломбирование

спектрометров не предусмотрено.

12.4 При отрицательных результатах поверки спектрометры признают непригодным к применению.

12.5 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещения о непригодности к применению средства измерений.

12.6 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком.

Разработчик:

**Зам. зав. лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»**



Е.В. Вострокнутова