

**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.П. Собина

2023 г.



**«ГСИ. Анализаторы рентгенофлуоресцентные Terra900S.
Методика поверки»**

МП 06-221-2023

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 – филиалом ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»)

2 ИСПОЛНИТЕЛЬ: старший инженер лаб. 221 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» Е.В. Соколова.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2023 г.

СОДЕРЖАНИЕ

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

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы рентгенофлуоресцентные Terra900S (далее – анализаторы), выпускаемые AXR Scientific Instrument (Hangzhou) Co., Ltd, Китай, и устанавливает методы и средства их первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверок. Поверка анализаторов должна проводиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки обеспечивается прослеживаемость анализаторов к государственному первичному эталону ГЭТ 176 «Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии с Приказом Росстандарта РФ от 19.02.2021 № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах».

1.3 При проведении поверки допускается применение стандартных образцов (СО) утвержденных типов, метрологические характеристики которых определены методом межлабораторного эксперимента с использованием аттестованных методик измерений, предусматривающих применение поверенных весов, прослеживаемых к ГЭТ 3-2020 «Государственный первичный эталон единицы массы (килограмм)» в соответствии с приказом Росстандарта РФ от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы».

1.4 В настоящей методике реализована поверка методом прямых измерений. Метод, обеспечивающий реализацию методики измерений: прямое измерение величины, воспроизводимой стандартным образцом.

1.5 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов рентгенофлуоресцентных Terra900S, используемых в качестве средств измерений в соответствии с государственной поверочными схемами, приведёнными в разделе 2 настоящей методики поверки.

В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведённые в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

| Наименование характеристики | Значение |
|--|---------------------|
| Диапазон измерений* массовой доли элементов в твёрдых образцах, в том числе порошках, % | от 0,001 до 100 |
| Пределы допускаемой относительной неисключённой составляющей систематической погрешности** измерений массовой доли элементов в твёрдых образцах, в том числе порошках, %, в поддиапазонах: – от 0,001 % до 1,0 % включ. – св. 1,0 % до 30 % включ. – св. 30,0 % до 100 % включ. | ±25 ±5,0 ±3,0 |
| Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения (СКО) массовой доли элементов в твёрдых образцах, в том числе порошках, %, в поддиапазонах: – от 0,001 % до 1,0 % включ. – св. 1,0 % до 30 % включ. – св. 30,0 % до 100 % включ. | 18 2 1 |
| Чувствительность***, усл.ед./%, не менее | 20 |

| Наименование характеристики | Значение |
|--|----------|
| Предел допускаемого относительного СКО выходного сигнала***, % | 2 |
| <p>* – перечень анализируемых элементов и диапазоны измерений могут быть ограничены, указываются в паспорте конкретного экземпляра анализатора и не могут быть изменены пользователем в процессе эксплуатации;</p> <p>** – значения нормированы для измерений массовой доли элементов при калибровке анализатора на стандартных образцах утверждённого типа;</p> <p>*** – значение нормировано для железа.</p> | |

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минтруда России от 15.12.2020 № 903н Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке

Приказ Росстандарта РФ от 19.02.2021 № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений неорганических компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах».

Приказ Росстандарта РФ от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»

СП 2.6.1.2612-10 Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99/2010)

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

СанПиН 2.6.1.3289-15 Гигиенические требования по обеспечению радиационной безопасности при обращении с источниками, генерирующими рентгеновское излучение при ускоряющем напряжении до 150 кВ

ГОСТ 12.2.007.0-75 ССБТ. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

Примечание: 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. Если ссылочный документ заменён (изменён), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (изменённым) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Перечень операций поверки

3.1 При проведении поверки анализаторов должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

| Наименование операции поверки | Обязательность выполнения операций поверки при | | Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки |
|--|--|-----------------------|--|
| | первичной поверке | периодической поверке | |
| Внешний осмотр | да | да | 8 |
| Подготовка к поверке и опробование | да | да | 9 |
| Проверка программного обеспечения (ПО) | да | да | 10 |

| Наименование операции поверки | Обязательность выполнения операций поверки при | | Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки |
|---|--|-----------------------|--|
| | первичной поверке | периодической поверке | |
| Определение метрологических характеристик средства измерений (СИ) и подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям | да | да | 11 |
| Проверка чувствительности | да | да | 11.1 |
| Проверка относительного СКО выходного сигнала | да | да | 11.2 |
| Определение относительного СКО результата измерений массовой доли элементов в твёрдых образцах, в том числе порошках | да | нет * | 11.3 |
| Определение относительной неисключённой составляющей систематической погрешности измерений массовой доли элементов в твёрдых образцах, в том числе порошках и проверка диапазона измерений | да | нет * | 11.4 |
| * – при периодической поверке анализаторов, которые применяются в соответствии с аттестованными методиками измерений, разработанными для конкретных объектов, операции по 11.3, 11.4 настоящей методики не выполняют. Инструментальную часть неисключённой систематической погрешности в таких методиках оценивают на основании допускаемых значений чувствительности и СКО выходного сигнала | | | |

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций по 3.1 настоящей методики поверка прекращается, анализатор признают непригодным к применению и оформляют результаты поверки в соответствии с разделом 12 настоящей методики поверки.

3.3 Допускается проведение периодической поверки для меньшего числа анализируемых элементов или на меньшем числе поддиапазонов измерений в соответствии с заявлением владельца анализатора с обязательным указанием информации об объёме проведённой поверки в соответствии с порядком, действующим на момент проведения поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80;
- атмосферное давление, кПа от 84,0 до 106.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке анализаторов допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие настоящую методику поверки, РЭ на поверяемые анализаторы и эксплуатационную документацию на средства поверки и работающие в организации, аккредитованной на право поверки физико-химических средств измерений.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки и вспомогательное оборудование, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки и вспомогательное оборудование

| Операции поверки, требующие применения средств поверки | Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки | Перечень рекомендуемых средств поверки |
|---|--|---|
| Подготовка к поверке и опробование СИ (Раздел 9) | Средство измерений температуры, относительной влажности и атмосферного давления с диапазонами измерений, охватывающими условия по разделу 4 настоящей методики (с погрешностями, находящимися в пределах $\pm 0,2$ °С, ± 3 %, $\pm 0,2$ кПа) | Термогигрометр ИВА-6А-Д2, рег. № 82393-21 |
| Определение метрологических характеристик СИ и подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям (Раздел 11, пункты 11.1, 11.2) | Стандартные образцы имитаторы с массовой долей железа от 0,9 % до 1,1 % и относительной погрешностью, находящейся в интервале ± 5 % | ГСО 11036-2018 |
| Определение метрологических характеристик СИ и подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям (Раздел 11, пункты 11.3, 11.4) | Матричные стандартные образцы: Массовая доля элементов от 0,001 % до 1,0 % включ., относительная погрешность в интервале $\pm 12,5$ % при $P=0,95$ Массовая доля элементов св. 1,0 % до 30 % включ., относительная погрешность в интервале $\pm 2,5$ % при $P=0,95$ Массовая доля элементов св. 30,0 % до 100 %, относительная погрешность в интервале $\pm 1,5$ % при $P=0,95$ | ГСО 11428-2019 ГСО 4165-91П, 2489-91П – 2497-91П ГСО 8876-2007 ГСО 4506-92П – 4510-92П ГСО 2141-81 – 2145-81 ГСО 8050-94 ГСО 11428-2019 ГСО 4165-91П, 2489-91П – 2497-91П ГСО 8876-2007 ГСО 4506-92П – 4510-92П ГСО 2141-81 – 2145-81 ГСО 8050-94 ГСО 11428-2019 ГСО 8876-2007 ГСО 2141-81 – 2145-81 ГСО 8050-94 |

6.2 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены (сведения о поверке должны быть внесены в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений), СО утверждённого типа должны иметь действующие паспорта.

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих соотношение погрешности измерений массовой доли элемента в СО к погрешности поверяемого СИ не более 0,5.

6.4 При выборе средств поверки предпочтительным является использование СО утверждённого типа с установленной прослеживаемостью к государственному первичному эталону единицы величины того же рода.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки анализаторов должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н, требования ГОСТ 12.2.007.0-75, СП 2.6.1.2612-10 (ОСПОРБ-99/2010), СанПиН 2.6.1.2523-09 (НРБ-99/2009), СанПиН 2.6.1.3289-15, требования безопасности согласно эксплуатационной документации на анализатор, а также правила техники безопасности, принятые на предприятии, эксплуатирующем анализатор.

7.2 Для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие операторов, обслуживающих анализаторы (под контролем поверителя).

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида сведениям, приведённым в описании типа;
- наличие эксплуатационной документации;
- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- чёткость обозначений и маркировки с указанием типа, серийного номера и года выпуска анализатора.

8.2 Результаты внешнего осмотра считают положительными, если выполняются требования, указанные в 8.1 настоящей методики.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 С помощью СИ, указанных в таблице 3, проверяют соответствие условий поверки требованиям пункта 4.1 настоящей методики.

9.2 Перед проведением поверки выполняют подготовительные работы, указанные в РЭ на анализаторы и в эксплуатационных документах на средства поверки.

9.3 При опробовании проверяют правильность функционирования анализатора в соответствии с РЭ. Работоспособность проверяют путём отображения наименования модели на дисплее анализатора.

9.5 Результат опробования считают положительным, если при включении анализатора отсутствует информация об отказах (коды ошибок).

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Для проверки соответствия встроенного метрологически значимого программного обеспечения (ПО) выполняют следующие операции:

- 1) проводят визуализацию идентификационных данных ПО анализатора (номер версии) в меню анализатора («Дополнительные настройки» – «Информация о приборе»);
- 2) сравнивают полученные данные с номером версии, установленным при проведении испытаний в целях утверждения типа и указанным в описании типа анализатора.

10.2 Результаты подтверждения соответствия встроенного ПО считают положительными, если номер версии соответствует указанному в описании типа анализатора, приведённому в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

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

1) Устанавливают измерительное окно размером, обеспечивающим перекрытие рабочего участка СО утверждённого типа.

2) Создают или открывают измерительное приложение в ПО анализатора, проводят настройку анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации. Порошкообразные СО утверждённых типов утрямбовывают в кювету с плёнкой.

11.1 Проверка чувствительности

11.1.1 Проводят не менее пяти измерений выходного сигнала анализатора на линии FeKa (для железа) для СО утверждённого типа в соответствии с таблицей 3 настоящей методики.

11.1.2 По результатам измерений выходного сигнала рассчитывают чувствительность по формуле

$$S_{\text{чFe}} = \frac{\overline{I_{\text{Fe}}}}{C_{\text{аттFe}}}, \quad (1)$$

где $C_{\text{аттFe}}$ – аттестованное значение массовой доли железа в СО, %;

$\overline{I_{\text{Fe}}}$ – среднее арифметическое значение выходных сигналов при измерении массовой доли железа в соответствующем СО утверждённого типа, усл. ед., которое рассчитывается по формуле

$$\overline{I_{\text{Fe}}} = \frac{\sum_1^5 I_{\text{Fe}i}}{n}, \quad (2)$$

где $I_{\text{Fe}i}$ – i -ое значение выходного сигнала при измерении массовой доли железа в СО утверждённого типа, усл. ед.;

n – число измерений ($n=5$).

11.1.3 Результаты считают положительными, если рассчитанные значения чувствительности соответствуют требованиям, указанным в таблице 1.

11.2 Проверка относительного СКО выходного сигнала

11.2.1 По результатам измерений, выполненных по 11.1, рассчитывают относительное СКО выходного сигнала для железа по формуле

$$S_{\text{vFe}} = \frac{100}{\overline{I_{\text{Fe}}}} \sqrt{\frac{\sum_1^5 (I_{\text{Fe}i} - \overline{I_{\text{Fe}}})^2}{n-1}}. \quad (3)$$

11.2.3 Результаты считают положительными, если рассчитанные значения относительного СКО выходного сигнала соответствуют требованиям, указанным в таблице 1.

11.3 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) массовой доли элементов в твёрдых образцах, в том числе порошках

11.3.1 Выбирают СО утверждённого типа в зависимости от поверяемого поддиапазона измерений анализатора. Проводят измерения массовой доли в трёх точках, расположенных в поддиапазоне измерений анализатора. В каждой точке проводят измерения не менее пяти раз.

11.3.2 Рассчитывают результат измерений массовой доли каждого из определяемых элементов как среднее арифметическое по формуле

$$\bar{C}_j = \frac{\sum_{i=1}^n C_{ji}}{n}, \quad (4)$$

где C_{ji} – i -й результат измерений массовой доли j -го элемента, %;

n – число измерений ($n=5$).

11.3.3 Значение относительного СКО массовой доли элементов рассчитывают по формуле

$$S_j = \frac{100}{\bar{C}_j} \sqrt{\frac{\sum_1^5 (C_{ij} - \bar{C}_j)^2}{n - 1}}. \quad (5)$$

11.3.4 Результаты считают положительными, если рассчитанные значения относительного СКО массовой доли элементов в твёрдых образцах, в том числе порошках, соответствуют указанным в таблице 1.

11.4 Определение относительной неисключённой составляющей систематической погрешности измерений массовой доли элементов в твёрдых образцах, в том числе порошках и проверка диапазона измерений

11.4.1 Рассчитывают относительную неисключённую составляющую систематической погрешности при измерении массовой доли j -го элемента по формуле

$$\delta_{j0} = \frac{(\bar{C}_j - C_{j\text{атт}})}{C_{j\text{атт}}} \cdot 100, \quad (6)$$

где $C_{j\text{атт}}$ – аттестованное значение массовой доли j -го элемента СО утверждённого типа, %.

11.4.2 Результаты считают положительными, если рассчитанные значения относительной неисключённой составляющей систематической погрешности при измерении массовой доли элементов в твёрдых образцах, в том числе порошках, соответствуют указанным в таблице 1.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы.

12.2 При положительных результатах поверки средство измерений признают пригодным к применению.

12.3 При отрицательных результатах поверки средство измерений признают непригодным к применению.

12.4 По заявлению владельца СИ или лица, представляющего СИ на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке, при отрицательных – извещение о непригодности.

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

12.6 При проведении периодической поверки для меньшего числа анализируемых элементов или на меньшем числе поддиапазонов измерений в соответствии с заявлением владельца анализатора информация об объёме проведённой поверки должна приводиться в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 или в соответствии с порядком, действующим на момент проведения поверки.

Старший инженер лаборатории 221
УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ
им.Д.И.Менделеева»

Е.В. Соколова