

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. Соби́на

03 2024 г.

«ГСИ. Спектрометры рентгенофлуоресцентные
портативные Jingru. Методика поверки»

МП 73-251-2023

Екатеринбург

2024

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 2024 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения	4
2	Нормативные ссылки	5
3	Перечень операции поверки	5
4	Требования к условиям проведения поверки	6
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку.....	6
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	7
8	Внешний осмотр средства измерений	7
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 требованиям.....	8
12	Оформление результатов поверки	10

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные портативные Jingpu (далее – спектрометры), выпускаемые Shanghai Jingpu Technology Co., Ltd., Китай, 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 государственной 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 для модели	
	MX-1 (A), MX-1 (B)	MX-2 (A), MX-2 (B)
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения измерений массовой доли элементов ¹⁾ , %	1	
Предел обнаружения, %, не более	0,001	
Диапазон измерений массовой доли элементов ³⁾ , %	от 0,01 до 100	
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли элементов ³⁾ , %, в поддиапазонах:		
от 0,01 % до 1 % включ.	±25	
св. 1 % до 15 % включ.	±5	
св. 15 % до 100 %	±3	
¹⁾ для железа в стандартном образце ГСО 11036-2018 с массовой долей железа от 0,90 % до 1,10 %. ²⁾ для железа в стандартном образце ГСО 12173-2023. ³⁾ для элементов в стандартных образцах сталей ГСО 8876-2007, ГСО 8456-2003; значения нормированы для измерений массовой доли элементов по градуировочной зависимости, построенной с помощью стандартных образцов утвержденного типа.		

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 операций 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	
Внешний осмотр средства измерений	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям			11
Определение относительного среднего квадратического отклонения измерений массовой доли элементов	да	да	11.1
Определение предела обнаружения	да	да	11.2
Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов	да	нет ¹⁾	11.3
Проверка диапазона измерений массовой доли элементов	да	нет ¹⁾	11.4

¹⁾ при периодической поверке спектрометров, 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, поверка прекращается, спектрометр бракуется.

3.3 Допускается проводить определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов и проверку диапазона измерений массовой доли элементов с применением стандартных образцов с матрицами (железо, медь, алюминий и др.), для которых предполагается использовать спектрометр.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +15 до +25
- относительная влажность, % от 20 до 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

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

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 средства измерений	Средство измерений температуры окружающей среды и относительной влажности с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 4: диапазон измерений относительной влажности от 20 % до 80 %, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности $\pm 2,5$ %, диапазон измерений температуры от плюс 15°C до плюс 25°C, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,7$ °C.	Термогигрометр электронный «CENTER» 313, рег. № 22129-09
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям (п.11.1)	Стандартный образец массовой доли железа в твердой матрице (Fe-ТМ СО УНИИМ); интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли железа от 0,90 % до 1,10 %; границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 3$ %	ГСО 11036-2018

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям (п.11.2)	Стандартный образец массовой доли борной кислоты в твердой матрице (БК-ТМ СО УНИИМ), интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли борной кислоты от 99,80 % до 100,00 %, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,1$ %	ГСО 12173-2023
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям (п.11.3, 11.4)	Стандартные образцы сталей легированных, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов от 0,01 % до 1 % включ., границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованных значений при $P=0,95 \pm 10$ %	ГСО 8456-2003 ГСО 8876-2007
	Стандартные образцы сталей легированных, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов св. 1 % до 15 % включ., границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованных значений при $P=0,95 \pm 2,5$ %	
	Стандартные образцы сталей легированных, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов св. 15 % до 100 % включ., границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованных значений при $P=0,95 \pm 1,5$ %	
Примечание – Допускается использовать при поверке другие типы стандартных образцов, средства измерений утвержденного типа и поверенные, обеспечивающие определение метрологических характеристик поверяемого спектрометра с требуемой точностью.		

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

9.4 При необходимости проводят градуировку спектрометра с помощью стандартных образцов, указанных в таблице 3.

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.

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	Jingpu Handheld Analysis System
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	10.23*
Цифровой идентификатор ПО	-
*После последней цифры номера версии, указанной в таблице, допускаются дополнительные цифровые суффиксы.	

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

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения (далее – СКО) измерений массовой доли элементов

11.1.1 Определение относительного СКО измерений массовой доли элементов проводят с использованием стандартного образца массовой доли железа в твердой матрице (Fe-ТМ СО УНИИМ) ГСО 11036-2018 (далее – СО) согласно таблице 3.

11.1.2 Помещают СО на измерительную позицию спектрометра и запускают измерения в соответствии с РЭ. Проводят не менее 10 измерений массовой доли железа на линии Ка.

11.1.3 Относительное СКО измерений массовой доли железа 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 – j -ый результат измерений массовой доли железа, %;

\bar{X} – среднее арифметическое значение массовой доли железа, %, рассчитывают по формуле

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

где n – количество измерений массовой доли.

Полученные значения относительного СКО измерений массовой доли железа должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

11.2 Определение предела обнаружения

11.2.1 С помощью стандартных образцов ГСО 12173-2023 и ГСО 11036-2018 строят градуировочную зависимость для измерений массовой доли железа в соответствии с РЭ.

11.2.2 По построенной градуировочной зависимости проводят не менее 10 измерений массовой доли железа на линии Fe K α в стандартном образце массовой доли борной кислоты в твердой матрице (БК-ТМ СО УНИИМ) ГСО 12173-2023 (далее – СО).

11.2.3 Предел обнаружения рассчитывают по формуле

$$ПО = 3 \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_j - \bar{X})^2}{n-1}}, \quad (3)$$

где X_j – j -ый результат измерений массовой доли железа, %;

\bar{X} – среднее арифметическое значение массовой доли железа, %, рассчитываемое по формуле (2);

n – количество измерений.

Полученное значение предела обнаружения должно удовлетворять требованиям таблицы 1.

11.3 Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов

11.3.1 Строят градуировочную зависимость для измерений массовой доли элементов с помощью стандартных образцов состава сталей, указанных в таблице 3.

11.3.2 Проводят измерения массовой доли элементов в стандартных образцах сталей ГСО 8456-2003, ГСО 8876-2007 (далее – СО). Элементы выбирают таким образом, чтобы аттестованное значение хотя бы одного элемента соответствовало проверяемому поддиапазону.

11.3.3 Каждый СО измеряют не менее трех раз. Относительную погрешность измерений массовой доли элементов рассчитывают по формуле

$$\delta_{ij} = \frac{(X_{ijk} - A_{ij})}{A_{ij}} \cdot 100, \quad (4)$$

где X_{ijk} – k -ый результат измерений массовой доли j -ого элемента в i -ом СО, %;

A_{ij} – аттестованное значение массовой доли j -ого элемента в i -ом СО, %.

11.3.4 Полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли элементов должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

11.4 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов

11.4.1 Проверку диапазона измерений массовой доли элементов проводят

одновременно с определением относительной погрешности измерений массовой доли элементов по п.11.3 настоящей методики поверки.

11.4.2 За диапазон измерений принимают диапазон, указанный в таблице 1, если полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли элементов соответствуют требованиям таблицы 1.

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 спектрометр 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 нормативными правовыми актами в области обеспечения единства измерений или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещение 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.

Разработчики:

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



Е.В. Вострокнутова