



**НИЦПВ**

**АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО  
«НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР ПО ИЗУЧЕНИЮ СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТИ И ВАКУУМА»**

**СОГЛАСОВАНО  
Генеральный директор  
АО «НИЦПВ»**



 Д.М. Михайлюк

**« 05 » июля 2024 г.**

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ  
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Спектрометры рентгенофлуоресцентные  
микрофокусные МС50**

**Методика поверки  
МП ДИ24-37-2024**

Москва  
2024

## СОДЕРЖАНИЕ

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

## 1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные микрофокусные МС50 (далее – спектрометры), изготовленные ООО «Амтертек», РФ, модификаций МС50М и МС50В, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

1.2 Спектрометры предназначены для измерений интенсивностей аналитических линий химических элементов и, путем их пересчета, определения массовой концентрации элементов содержащихся в образце. Образцы могут находиться в твердой или жидкой фазе, в том числе спектрометры могут использоваться для анализа нефти и нефтепродуктов.

1.3 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость спектрометров к ГЭТ 176-2019 «Государственный первичный эталон 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 19.02.2021г. №148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах».

1.4 При реализации процедуры методики используется метод прямых измерений.

## 2 Перечень операций поверки

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции, выполняемые при проведении поверки.

Наименование операции поверки	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
		При первичной поверке	При периодической поверке
1. Внешний осмотр спектрометра	7	Да	Да
2. Подготовка к поверке и опробование спектрометра	8	Да	Да
3. Проверка программного обеспечения спектрометра	9	Да	Да
4. Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	10		
4.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала *	10.1	Да	Да
4.2 Определение чувствительности на К $\alpha$ линии Mn.	10.2	Да	Да
4.3. Определение энергетического разрешения на К $\alpha$ линии Mn.	10.3	Да	Да
4.4 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	10.4	Да	Да
*по стандартному образцу с массовой долей марганца 1,77%			

2.2 Проведение поверки не в полном объеме, для меньшего числа измеряемых величин не предусмотрено.

### 3 Метрологические и технические требования к средствам поверки

3.1 При проведении поверки применяются средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки, используемые при поверке

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.п. 10.1-10.2	Стандартный образец с аттестованным значением массовой доли марганца 1,77%, расширенная неопределенность аттестованного значения $U=0,02\%$ .	Стандартный образец бронзы безоловянной ГСО 11363-2019 (далее – ПО-1)
п.10.3	Стандартный образец с массовой долей марганца не менее 95 %.	Стандартный образец состава марганца металлического типа Mn95 (Ф5) ГСО 1095-90П (далее – ПО-2)
п.8.1	Средство измерений температуры окружающей среды в диапазоне от +15 °С до +35 °С с абсолютной погрешностью не более $\pm 0,5$ °С. Средство измерений относительной влажности окружающей среды в диапазоне от 10 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более $\pm 3$ %.	Прибор комбинированный Testo 622, рег. №53505-13

3.2 Допускается применение других средств поверки с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого спектрометра с требуемой точностью.

### 4 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться требования ГОСТ 12.3.019-80 «Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности» и «Нормы радиационной безопасности» НРБ-99/2009.

### 5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 Операции поверки проводятся юридическими лицами и индивидуальными предпринимателями, аккредитованными в установленном порядке.

5.2 К проведению измерений для поверки допускаются лица:

- прошедшие обучение и имеющие удостоверение поверителя для данного вида измерений;
- знающие основы рентгенофлуоресцентного анализа;
- изучившие Руководство по эксплуатации (далее – РЭ) и Методику поверки поверяемого спектрометра.

## 6 Требования к условиям проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С.....от +15 до + 35
- относительная влажность воздуха, % .....от 10 до 80

## 7 Внешний осмотр спектрометра

7.1 При внешнем осмотре должны быть установлены:

- надёжность крепления соединительных элементов;
- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность и метрологические характеристики спектрометра;
- исправность органов управления;
- соответствие внешнего вида спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- четкость обозначений и маркировки;
- наличие и исправность заземления.

7.2 Результаты внешнего осмотра спектрометра считают положительными, если выполняются все требования п. 7.1

## 8 Подготовка к поверке и опробование спектрометра

8.1 Подготовка спектрометра к работе провести в соответствии с руководством по эксплуатации, убедиться в соответствии условий проведения поверки требованиям по п.б.

8.2 Перед проведением поверки спектрометр должен быть выдержан во включенном состоянии не менее 60 минут при значениях напряжения и тока на рентгеновской трубке 20 кВ и 10 мкА, соответственно.

8.3 В соответствии с РЭ убедиться в наличии связи между управляющим ПК и спектрометром, возможности изменения напряжения и тока рентгеновской трубки.

8.4 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки по п. 8 с положительным результатом, если выполнены все требования п.п.8.1-8.3.

## 9 Проверка программного обеспечения

9.1 Для идентификации программного обеспечения спектрометра необходимо:

- запустить рабочую программу спектрометра согласно руководству по эксплуатации;
- открыть меню “Справка”, активировать подменю “О программе”;
- считать название программного обеспечения и номер версии.

9.2 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные признаки ПО спектрометра соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	PXRF
Номер версии (идентификационный номер) ПО	5.0.0 и выше
Цифровой идентификатор ПО	-

## 10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

### 10.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

10.1.1 Установить на столик образцов поверочный образец ПО-1 (ГСО 11363-2019).

10.1.2 Установить следующие режимы работы спектрометра:

- напряжение и ток рентгеновской трубки: 40 кВ; 5-100 мкА (ток подбирается в зависимости от загрузки детектора, оптимальное значение 10000-25000 имп/с, но не более 50000 имп/с).

- время набора спектра в точке 100 с.

10.1.3 Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала спектрометра определяют на К $\alpha$  линии Mn. Для этого провести 10 измерений интенсивности К $\alpha$  линии Mn. Предварительно убедиться, что значение параметра «мертвое время» не более 50 %, в противном случае уменьшить значение тока рентгеновской трубки на необходимую величину.

10.1.4 Определить относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала по формуле:

$$S_{\text{отн}} = \frac{100\%}{\bar{I}} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_i - \bar{I})^2}{n-1}} \quad (1)$$

где  $\bar{I} = \frac{\sum_{i=1}^n I_i}{n}$ , (2)

$I_i$  – значение интенсивности выходного сигнала (имп.) для измерения с номером  $i$  ( $i = 1, 2, \dots, n$ ),  $n = 10$ .

### 10.2 Определение чувствительности на К $\alpha$ линии Mn

Используя данные, полученные по п.10.1, рассчитать значение чувствительности на К $\alpha$  линии Mn по формуле:

$$K = \frac{\bar{I}}{I_{\text{XRT}} \cdot A \cdot t} \quad (3)$$

где  $I_{\text{XRT}}$  – значение тока рентгеновской трубки, мкА;

$\bar{I}$  – среднее значение интенсивности К $\alpha$  линии Mn, имп., определяемое по формуле (2);

$A$  – аттестованное значение массовой доли Mn в поверочном образце ПО-1, %;

$t$  – время набора спектра, с.

### 10.3 Определение энергетического разрешения на К $\alpha$ линии Mn

10.3.1 Установить в спектрометр поверочный образец ПО-2 (стандартный образец состава марганца металлического ГСО 1095-90П).

10.3.2 Установить следующие режимы работы спектрометра:

- напряжение и ток рентгеновской трубки: 40 кВ; 40-100 мкА;

- время набора спектра в точке 100 с.

10.3.3 Зарегистрировать рентгеновский спектр, включающий К $\alpha$  линию Mn. Убедиться, что значение параметра «мертвое время» не превышает 20 %, в противном случае уменьшить ток рентгеновской трубки на необходимую величину.

10.3.4 На полученном рентгеновском спектре определить интенсивность в максимуме  $I_{\max}$  линии  $K\alpha$  марганца.

10.3.5 Определить точки  $E_1$  и  $E_2$  по оси энергии рентгеновского спектра по обе стороны от максимума линии  $K\alpha$  марганца ( $E_1 < E_2$ ), соответствующие интенсивности линии  $K\alpha$  марганца на полувысоте.

10.3.6 Энергетическое разрешение спектрометра на линии  $K\alpha$  марганца  $\Delta E_{Mn}$ , эВ, вычислить по формуле:

$$\Delta E_{Mn} = E_2 - E_1, \quad (4)$$

где значения  $E_1$  и  $E_2$  определяют по п.10.3.5 и выражают в эВ.

## 10.4 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.4.1 Результаты определения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала считать положительными, если выполнено требование

$$S_{отн} \leq 1\%$$

где  $S_{отн}$  определяется по формуле (1).

10.4.2 Результаты определения чувствительности на  $K\alpha$  линии Mn считать положительными, если выполнено требование

$$K \geq 60 \text{ имп}/(\text{с} \cdot \text{мкА} \cdot \%),$$

где значение  $K$  определяется по формуле (3).

10.4.3 Результаты определения энергетического разрешения спектрометра на линии  $K\alpha$  марганца  $\Delta E_{Mn}$  считать положительными, если выполнено требование

$$\Delta E_{Mn} \leq 135 \text{ эВ}$$

где значение  $\Delta E_{Mn}$  определяют по формуле (4).

## 11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты поверки оформляются протоколом, в котором указывают результаты измерений по п.п.10.1-10.3 и выводы о соответствии метрологическим требованиям по п.10.4 настоящей методики. Протокол хранится в организации, проводившей поверку.

11.2 Спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признают годным к применению. Свидетельство о поверке оформляется в соответствии с требованиями нормативно-правовых актов в области обеспечения единства измерений. Знак поверки наносится в виде оттиска поверительного клейма на свидетельство о поверке спектрометра.

11.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр запрещают к применению. Извещение о непригодности, оформленное в соответствии с требованиями нормативно-правовых актов в области обеспечения единства измерений, выдают по заявлению владельца средства измерений или лица, представившего средство измерений на поверку.

11.4 Сведения о результатах поверки (положительных или отрицательных) передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Начальника отдела АО «НИЦПВ»,  
кандидат физ.-мат. наук



В.Б. Митюхляев