

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. Соби́на

"25" 11 2022 г.

«ГСИ. Спектрометры рентгенофлуоресцентные компактные
ЭКРОС XRF-9710 PEARL. Методика поверки»

МП 67-251-2022

Екатеринбург

2022

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 2022 г. _____

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
3	ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ.....	5
4	ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ.....	5
5	ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ	5
6	МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ	56
7	ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ.....	6
8	ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ.....	6
9	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ.....	67
10	ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ	7
11	ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ.....	7
12	ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ	7
13	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	8

Государственная система обеспечения единства измерений. Спектрометры рентгенофлуоресцентные компактные ЭКРОС XRF-9710 PEARL. Методика поверки	МП 67-251-2022
---	----------------

Дата введения в действие:

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные компактные ЭКРОС XRF-9710 PEARL (далее – спектрометры), выпускаемые ООО «ЭКРОСХИМ», Россия. Спектрометры подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке. Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость спектрометра 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 Настоящая методика поверки применяется для поверки спектрометров, используемых в качестве рабочих средств измерений. При поверке используется метод прямых измерений.

1.4 В результате поверки должны быть подтверждены следующие метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование характеристики	Значение
Диапазон определяемых элементов	от ^{11}Na до ^{95}Am
Чувствительность Fe (на линии $K\alpha$), имп/(с·мА·%), не менее	20000
Предел допускаемого относительного СКО выходного сигнала Fe (на линии $K\alpha$)*, %	1,0

* - при измерении скорости счёта импульсов для железа в стандартном образце ГСО 11036-2018 с массовой долей железа от 0,90 % до 1,10 %.

1.5 При реализации процедуры методики поверки используется метод прямых измерений.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

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»

Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

3 Перечень операций поверки

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

Таблица 2

Наименование операции поверки	Обязательность проведения 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	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений	да	да	11
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций проводится настройка спектрометра в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем необходимые операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, спектрометр бракуется.

3.3 Проведение поверки в сокращенном объеме не допускается.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +10 до +35
- относительная влажность, % не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке спектрометров допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие РЭ на спектрометр и настоящую методику поверки.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 3.

Таблица 3

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Стандартный образец массовой доли железа в твердой матрице: - интервал аттестованных значений массовой доли железа от 0,90 % до 1,10 %, - границы допускаемых значений относительной погрешности при $P=0,95$ $\sigma \pm 3$ %	ГСО 11036-2018 Стандартный образец массовой доли железа в твердой матрице (Fe-TM СО УНИИМ)
Раздел 9 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Средства измерений температуры окружающей среды от +10 до +35 °С с абсолютной погрешностью не более ± 1 °С Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 10 до 80 % с абсолютной погрешностью не более ± 3 %	термогигрометр электронный «CENTER» 313, рег. №22129-09

6.2 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается использовать при поверке другие утвержденные типы средств измерений и стандартных образцов, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 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 РЭ;
- наличие обозначения и заводского номера, четкость маркировки, а также отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность системы.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре спектрометра выявлены повреждения или дефекты способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Спектрометр готовят к работе в соответствии с РЭ.

9.2 Средства поверки готовят к работе в соответствии с эксплуатационной документацией.

9.3 Проводят контроль условий поверки с помощью средств измерений условий окружающей среды в соответствии с таблицей 3.

9.4 Проверяют работоспособность органов управления и регулировки спектрометра в соответствии с РЭ.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее - ПО) спектрометра сравнением с данными, приведенными в описании типа.

10.2 Наименование ПО идентифицируется в нижнем левом углу окна ПО. Номер версии ПО идентифицируется во вкладке «Настройки» главного окна ПО. Номер версии ПО должен соответствовать требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	MEAS9710
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.0
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка чувствительности и относительного среднего квадратического отклонения (далее - СКО) выходного сигнала

11.1.1 Проверку чувствительности спектрометра проводят с помощью стандартных образцов утвержденного типа из таблицы 3 (далее - ГСО).

11.1.2 Для проведения измерений устанавливают на измерительную позицию спектрометра ГСО, запускают измерение (выходные параметры на высоковольтном генераторе: 50 мкА, напряжение 25 кВ, время накопления выходного сигнала не менее 100 с). Проводят 10 измерений выходного сигнала спектрометра для железа (на линии $K\alpha$).

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 По данным, полученным по п. 11.1, рассчитывают чувствительность спектрометра для хрома, $\text{имп}/(\text{с} \cdot \text{мА} \cdot \%)$, по формуле

$$K_{\alpha} = \frac{Y_i}{t \cdot I \cdot A}, \quad (1)$$

где A - аттестованное значение массовой доли железа, указанное в паспорте ГСО, %;
 I - величина тока рентгеновской трубки, которая задается при измерении с помощью программного обеспечения спектрометра, мА;

Y_i - i -ое значение интенсивности сигнала спектрометра для железа, $\text{имп}/\text{с}$;

t - время накопления выходного сигнала, с.

12.2 Полученное значение чувствительности спектрометра должно удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.3 По данным, полученным по п. 11.1, рассчитывают значение относительного СКО выходного сигнала, S_r , %, для железа по формуле

$$S_r = \frac{S}{\bar{Y}} \cdot 100, \quad (2)$$

где S - стандартное отклонение выходного сигнала спектрометра для железа, $\frac{\%}{\text{имп/с}}$, которое вычисляется по формуле

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (Y_i - \bar{Y})^2}{n-1}}, \quad (3)$$

$\bar{Y}$ - среднее арифметическое значение интенсивности сигнала спектрометра для хрома, имп/с, которое вычисляется по формуле

$$\bar{Y} = \frac{\sum_{i=1}^n Y_i}{n}, \quad (4)$$

где Y_i - i -й результат измерений интенсивности для железа, имп/с;
 n - число измерений.

12.4 Значение относительного СКО выходного сигнала для железа должно соответствовать требованиям, приведенным в таблице 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

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

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

13.4 По заявке заказчика при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке, при отрицательных – извещение о непригодности.

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

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

 Е.В. Вострокнутова