

**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

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



Е.П. Собина
Мигаль Е.В.
доверенность №2
2020 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
Спектрометры рентгенофлуоресцентные Skyray
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 81-241-2020**

Екатеринбург

2020

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА УНИИМ – филиалом ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»**
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Медведевских М.Ю.**
- 3 УТВЕРЖДЕНА и.о. директора УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в декабре 2020 г.**

Государственная система обеспечения единства измерений Спектрометры рентгенофлуоресцентные Skyray Методика поверки	МП 81-241-2020
---	-----------------------

Дата введения: декабрь 2020 г

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные Skyray (далее - спектрометры) производства фирмы «Jiansu Skyray Instrument Co., Ltd», Китай и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость спектрометра к стандартным образцам к стандартным образцам, аттестованным путем проведения межлабораторного эксперимента, согласно приказа Минпромторга РФ от 30.11.2009 № 1081, посредством применения поверенных средств измерений, прослеживаемых к соответствующим эталонам.

1.3 Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минпромторга РФ от 30.11.2009 № 1081 «Об утверждении Порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, Порядка утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений, Порядка выдачи свидетельств об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, установления и изменения срока действия указанных свидетельств и интервала между поверками средств измерений, Требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений и порядка их нанесения»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 декабря 2018 г. № 2753 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

Приказ Минтруда России №328н от 24.07.2013 «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	8	да	да
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	9	да	да
3 Проверка программного обеспечения	10	да	да
4 Проверка метрологических характеристик	11		
4.1 Проверка относительного СКО результатов измерений выходного сигнала	11.1	да	да
4.2 Проверка чувствительности	11.2	да	да

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

3.3 Проведение поверки спектрометров не в полном объеме не допускается.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

Поверитель перед проведением поверки спектрометров должен ознакомиться с руководством по эксплуатации на спектрометр и пройти обучение по охране труда на месте проведения поверки.

5 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России № 328н от 24 июля 2013 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

Таблица 2 – Средства поверки

Наименование	Метрологические и технические требования
Стандартные образцы сталей углеродистых и легированных типов 13X, 55С2, 05кп, 38Х2МЮА, 60С2, 38Х2Н2МА, 36Х2Н2МФА, 30ХН2МФА, Св-08ХГ2С, 30 и В2Ф (комплект ИСО УГ0к - ИСО УГ9к) ГСО 10504-2014	массовая доля хрома 0,596 %, абс. погрешность $\pm 0,004$ %, массовая доля марганца 0,834 %, абс. погрешность $\pm 0,006$ %, массовая доля меди 0,626 %, абс. погрешность $\pm 0,006$ %)
гигрометр	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п. 7

6.2 Эталоны, применяемые для поверки, должны быть поверены, если представлены средствами измерений утвержденного типа или аттестованы, если представлены средствами измерений неутвержденного типа, средства измерений - поверены.

6.3 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающие требуемую точность передачи единицы длины поверяемому анализатору и диапазон измерений.

7 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия, если иные не оговорены особо:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 85.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализаторов;
- чистоту спектрометра, отсутствие следов коррозии;
- соответствие комплектности указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

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

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Спектрометры подготавливают к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ).

9.2 Стандартные образцы (далее – ГСО) подготавливают в соответствии с паспортом.

9.3 Опробование

Проверить работоспособность органов управления и регулировки спектрометра при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

10 Проверка программного обеспечения

Провести проверку идентификационных данных ПО спектрометра. Номер версии ПО идентифицируется при включении спектрометра путем вывода на экран номера версии. Номер версии ПО должен быть не ниже приведенного в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	EDXRF
Номер версии ПО	не ниже 2.0
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Проверка метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка относительного СКО результатов измерений выходного сигнала

Проверку относительного СКО результатов измерений выходного сигнала провести с использованием ГСО, указанного в разделе 6.

Установить режим работы спектрометра в соответствии с РЭ для измерений относительной интенсивности спектральной линии от конкретного элемента ГСО.

Выполнить не менее 10 измерений выходного сигнала контрольных элементов (Cu, Cr, Mn) в ГСО. Массовая доля контрольных элементов в ГСО должна быть не менее 0,5 %.

11.2 Проверка чувствительности

Проверку чувствительности провести с использованием ГСО, указанного в разделе 4 (допускается определение чувствительности провести одновременно с определением СКО). Массовая доля контрольных элементов в ГСО должна быть не менее 0,5 % (для модели EDX 600 plus чувствительность проверяется только для линии Cu $K\alpha$).

С помощью ПО спектрометра создать метод измерений скорости счета (N_j) на линиях Cr $K\alpha$, Mn $K\alpha$ и Cu $K\alpha$ (выходные параметры: сила тока 1000 мкА, время экспозиции – не менее 100 с на элемент). Провести 10 измерений скорости счета на каждой аналитической

линии (Cr $K\alpha$, Mn $K\alpha$ и Cu $K\alpha$) и записать из окна ПО или рассчитать чувствительность (X_j) по формуле (3).

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 По результатам измерений для каждого ГСО вычислить среднее арифметическое выходного сигнала (\bar{X}_j) и относительное СКО (S_j) результатов измерений выходного сигнала по формулам:

$$\bar{X}_j = \frac{\sum_{i=1}^n X_{ij}}{n}, \quad (1)$$

$$S_j = \frac{1}{\bar{X}_j} \cdot \sqrt{\frac{\sum (X_{ij} - \bar{X}_j)^2}{n-1}} \cdot 100, \quad (2)$$

где X_{ij} - результат i -го измерения выходного сигнала j -го контрольного элемента, имп/с;

n - количество измерений выходного сигнала.

Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала должны удовлетворять требованиям, приведенным в приложении А.

12.2 Рассчитать чувствительность по формуле:

$$X_j = \frac{\bar{X}_j}{I \cdot A_i}, \quad (3)$$

где I - сила тока трубки, мА;

A_i - массовая доля i -го контрольного элемента в ГСО, %.

Полученные значения чувствительности должны удовлетворять требованиям, приведенным в приложении А.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформить протокол проведения поверки в свободной форме.

13.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815 или действующими на момент проведения

поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений. Знак поверки в виде оттиска поверительного клейма наносится на свидетельство о поверке.

13.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к дальнейшей эксплуатации и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815 или действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

Разработчик:

Зав. лаб. 241 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Медведевских М.Ю.

Приложение А

(обязательное)

Метрологические характеристики спектрометров

Таблица А.1 – Метрологические характеристики моделей EDX 600 plus, EDX 1800E, EDX 3000, EDX 3200S PLUS, EDX 3600, EDX 3600H, EDX 6000B

Наименование характеристики	Значение характеристики для моделей							
	EDX 600 plus	EDX 1800E	EDX 3000	EDX 3200S PLUS	EDX 3600	EDX 3600B	EDX 3600H	EDX 6000B
Определяемые элементы	Au, Ag, Cu, Zn, Ni, Pd, Pt, Rh, Cd, Ru	от S до U	от S до U	от S до U	от Na до U	от Na до U	от Na до U	от Na до U
Чувствительность по контрольным элементам в стандартном образце, (имп/с)/(мА·%), не менее:								
- Cr на линии K α	-	100	100	100		50		
- Cu на линии K α	1000	100	100	100		50		
- Mn на линии K α	-	100	100	100		50		
Предел допускаемого относительного СКО результатов измерений выходного сигнала, %, при массовой доле элемента в ГСО не менее 0,5 %	1,0							

Таблица А.2 – Метрологические характеристики моделей iEDX 100A, Cube 100S, EXPLORER 5000, EDX Pocket Series, SMART 100, WDX 200, WDX 400, WDX 4000

Наименование характеристики	Значение характеристики для моделей						
	iEDX 100A	Cube 100S	EXPLORER 5000, EDX Pocket Series	SMART 100	WDX 200	WDX 400	WDX 4000
Определяемые элементы	от S до U	от S до U	от Mg до U	от Na до U	от Na до U	от Na до U	от Be до U
Чувствительность по контрольным элементам в стандартном образце, (имп/с)/(мА·%), не менее:							
- Cr на линии K α	100	300	300	100	5	5	1
- Cu на линии K α	100	300	300	100	5	5	1
- Mn на линии K α	100	300	300	100	5	5	1
Предел допускаемого относительного СКО результатов измерений выходного сигнала, %, при массовой доле элемента в ГСО не менее 0,5 %	1,0						

Приложение Б

(обязательное)

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПРОВЕРКИ

Спектрометр рентгенофлуоресцентный Skuaya _____, зав № _____

Документ на поверку: МП 81-241-2020 «ГСИ. Спектрометры рентгенофлуоресцентные Skuaya. Методика поверки».

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

Температура _____ °С и относительная влажность окружающего воздуха _____ %.

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка ПО:

Таблица Б.1 – Проверка идентификационных данных ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	
Номер версии (идентификационный номер) ПО	
Цифровой идентификатор ПО	

Проверка метрологических характеристик:

Таблица Б.2 – Проверка чувствительности

ГСО, элемент	Чувствительность (имп/с)/(мА·%)	Нормируемые значения чувствительности, (имп/с)/(мА·%)

Таблица Б.3 - Проверка СКО результатов измерений выходного сигнала, %, при массовой доле элемента в ГСО не менее 0,5 %

ГСО, массовая доля элемента, %	Результаты измерений выходного сигнала,	СКО результатов измерений выходного сигнала, %, при массовой доле элемента в ГСО не менее 0,5 %	Нормируемые значения СКО результатов измерений выходного сигнала, %, при массовой доле элемента в ГСО не менее 0,5 %

Организация, проводившая поверку: _____

Поверитель: _____

Дата проведения поверки: _____