

**УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ – ФИЛИАЛ  
ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ  
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ  
ИМ. Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА»**

**УТВЕРЖДАЮ**

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



**Е.П. Собина**

**2020 г.**

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Спектрометры рентгеновские флуоресцентные СПЕКТРО MIDEX**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

**МП 99-241-2020**

**Екатеринбург**

**2020**

## **ПРЕДИСЛОВИЕ**

- 1 РАЗРАБОТАНА УНИИМ - филиалом ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Зеньков Е.О.**
- 3 УТВЕРЖДЕНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в октябре 2020 г.**

## СОДЕРЖАНИЕ

<b>1</b>	<b>ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ .....</b>	<b>4</b>
<b>2</b>	<b>НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....</b>	<b>4</b>
<b>3</b>	<b>ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ .....</b>	<b>4</b>
<b>4</b>	<b>СРЕДСТВА ПОВЕРКИ .....</b>	<b>5</b>
<b>5</b>	<b>ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....</b>	<b>6</b>
<b>6</b>	<b>УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ .....</b>	<b>6</b>
<b>7</b>	<b>ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....</b>	<b>6</b>
<b>8</b>	<b>ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....</b>	<b>6</b>
	8.1 ВНЕШНИЙ ОСМОТР.....	6
	8.2 ОПРОБОВАНИЕ.....	6
	8.3 ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК.....	7
<b>9</b>	<b>ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ .....</b>	<b>8</b>

<b>Государственная система обеспечения единства измерений</b> <b>Спектрометры рентгеновские флуоресцентные SPECTRO MIDEX</b> <b>Методика поверки</b>	<b>МП 99-241-2020</b>
--	-----------------------

Дата введения: октябрь 2020 г

## **1 Область применения**

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры рентгеновские флуоресцентные SPECTRO MIDEX (далее - спектрометры) производства фирмы «Spectro Analytical Instruments GmbH», Германия и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Интервал между поверками – один год.

## **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 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 Операции 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	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3		
3.1 Проверка относительного среднеквадратического отклонения и относительной погрешности измерений массовой доли элементов	8.3.1	да	да
3.2 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов	8.3.2	да	нет

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

3.3 Допускается проведение периодической поверки спектрометров, используемых на меньшем числе поддиапазонов измерений, на основании письменного заявления владельца спектрометра, оформленного в произвольной форме.

## 4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- ГСО 10462-2014 (массовая доля магния 0,00474 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения при  $P=0,95$ :  $\pm 0,00024$  %, массовая доля кремния 0,99 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения при  $P=0,95$ :  $\pm 0,04$  %, массовая доля железа 0,090 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения при  $P=0,95$ :  $\pm 0,004$  %);

- ГСО 1418-92П (массовая доля марганца 0,147 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения при  $P=0,95$ :  $\pm 0,003$  %; массовая доля алюминия 2,83 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения при  $P=0,95$ :  $\pm 0,03$  %).

- ГСО 3011-2002 (массовая доля железа 99,1 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения при  $P=0,95$ :  $\pm 0,1$  %).

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и диапазон измерений.

## 5 Требования безопасности

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. Для выполнения измерений допускаются лица, прошедшие инструктаж и обученные работе со спектрометром.

## 6 Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 18 до 25;
- относительная влажность воздуха, % от 20 до 80.

## 7 Подготовка к поверке

7.1 Спектрометр подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее - РЭ).

7.2 Подготовить стандартные образцы утвержденных типов (далее – ГСО), предусмотренные в качестве средств поверки в соответствии с инструкциями по применению на ГСО.

## 8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование.

8.2.1 Включить спектрометр и запустить пробную процедуру измерения одного из ГСО, указанных в разделе 4. Убедиться, что спектрометр функционирует и результаты измерения выводятся на экран персонального компьютера с использованием программного обеспечения спектрометра.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО спектрометра. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение	
	MIDEX MID04	MIDEX MID05
Идентификационное наименование ПО	XRF Analyzer Pro	XLAB Pro
Номер версии ПО, не ниже	-	5
Цифровой идентификатор ПО	-	-

### 8.3 Проверка метрологических характеристик

#### 8.3.1 Проверка относительного среднеквадратического отклонения и относительной погрешности измерений массовой доли элементов

Проверку относительного среднеквадратического отклонения и относительной погрешности измерений массовой доли элементов провести с использованием ГСО, указанных в разделе 4. Измерения провести в начале и конце каждого поддиапазона измерений.

По результатам не менее 5 измерений для каждого ГСО вычислить среднее арифметическое ( $\bar{X}_j$ ), относительное СКО ( $S_{oj}$ ) и относительную погрешность ( $\delta_j$ ) измерений массовой доли элементов по формулам:

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

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

$$\delta_j = \frac{\frac{tS_j}{\sqrt{n}} + |\bar{X}_j - A_j| + |\Delta A_j|}{\left[ \frac{S_j}{\sqrt{n}} + \frac{|\bar{X}_j - A_j| + |\Delta A_j|}{\sqrt{3}} \right] A_j} \cdot \sqrt{\frac{(|\bar{X}_j - A_j| + |\Delta A_j|)^2}{3} + \frac{S_j^2}{n}} \cdot 100, \quad (3)$$

где  $X_{ij}$  - результат  $i$ -го измерения массовой доли элемента в  $j$ -ом ГСО, %;

$A_j$  - аттестованное значение массовой доли элемента в  $j$ -ом ГСО, %;

$\Delta A_j$  - абсолютная погрешность массовой доли элемента в  $j$ -ом ГСО, %;

$S_j$  - абсолютное СКО измерений массовой доли элемента в  $j$ -ом ГСО, %;

$t$  - коэффициент Стьюдента, который зависит от доверительной вероятности  $P$  и числа результатов наблюдений  $n$ , равен 2,78 для  $n = 5$   $P = 0,95$ ;

$n$  - число измерений.

Полученные значения относительного среднеквадратического отклонения и относительной погрешности измерений массовой доли элементов должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

#### 8.3.2 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов

Проверку диапазона измерений массовой доли элементов провести одновременно с проверкой относительной погрешности по 8.3.1 (провести измерения массовой доли элементов в начале и в конце каждого поддиапазона измерений).

Полученные значения диапазона измерений массовой доли элементов должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение характеристики
Диапазон измерений массовой доли элементов, %	от 0,001 до 99,9
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли элементов, %, в поддиапазонах: - от 0,001 до 0,1 включ.; - св. 0,1 до 1,0 включ.; - св. 1,0 до 99,9 включ.	10,0 5,0 1,0
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли элементов, %, в поддиапазонах: - от 0,001 до 0,1 включ.; - св. 0,1 до 1,0 включ.; - св. 1,0 до 99,9 включ.	$\pm 30,0$ $\pm 10,0$ $\pm 5,0$

## 9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815. Знак поверки в виде оттиска поверительного клейма наносится на свидетельство о поверке.

9.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к дальнейшей эксплуатации и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815.

**Инженер I кат. лаб. 241**

**УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ**

**им. Д.И. Менделеева»**



**Е.О. Зеньков**