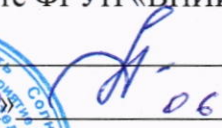


СОГЛАСОВАНО

Первый заместитель генерального
директора – заместитель по научной
работе ФГУП «ВНИИФТРИ»



 А. Н. Щипунов

06 2025 г.

«ГСИ. Спектрометры рентгеновские многоканальные СРМ-35. Методика
поверки»

МП 651-25-022

Р.п. Менделеево

2025 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки применяется для поверки спектрометров рентгеновских многоканальных СРМ-35 (далее – спектрометры), используемых в качестве рабочих средств измерений для определения химических элементов от В(5) до U(92) в пробе и измерений интенсивностей аналитических линий рентгеновской флуоресценции одновременно до двадцати химических элементов в интервале элементов от O(8) до U(92) в пробе.

1.2 В результате поверки должны быть подтверждены следующие метрологические требования, приведённые в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон определяемых элементов	Пределы допускаемой основной относительной погрешности измерений интенсивности аналитических линий в диапазоне определяемых элементов от O(8) до U(92), %
от В(5) до U(92) *	$\pm 0,2$
* Фактические определяемые элементы указаны в формуляре АПУ2.770.023ФО	

1.3 При проведении поверки обеспечивается прослеживаемость спектрометров к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019 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».

1.4 При определении метрологических характеристик поверяемого средства измерений используется метод прямых измерений.

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При поверке спектрометров должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	Да	Да	7
Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	8.1

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	8.2
Проверка программного обеспечения	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	10

2.2 Допускается проведение периодической поверки для меньшего числа определяемых химических элементов.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При поверке должны соблюдаться следующие условия:

температура окружающего воздуха.....	$(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$
относительная влажность окружающего воздуха.....	от 45 % до 80 %
атмосферное давление, кПа.....	от 84,0 кПа до 106 кПа
напряжение трехфазной питающей сети переменного тока.....	от 342 В до 418 В
частота питающей сети переменного тока.....	от 49 Гц до 51 Гц

Механические воздействия и внешние электрические и магнитные поля (кроме земного) должны быть исключены.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 Персонал, проводящий поверку, должен:

- иметь квалификацию поверителя;
- быть допущен к работе с источниками ионизирующих излучений;
- перед проведением поверки ознакомиться с руководством по эксплуатации спектрометра АПУ2.770.023РЭ, эксплуатационными документами на используемые при поверке стандартные образцы, средства измерений и вспомогательное оборудование и строго соблюдать их требования.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки должны применяться средства поверки, приведенные в таблице 3.

Таблица 3

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 8.1 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от 15 °С до 25 °С с абсолютной погрешностью не более 1 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 % до 90 % с погрешностью не более 2 %; Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 80 до 106 кПа с абсолютной погрешностью не более 0,5 кПа; Средства измерений напряжений питающей сети в диапазоне до 600 В с относительной погрешностью не более 1 % и частоты в диапазоне до 99,99 Гц с допускаемой абсолютной погрешностью не более 0,5 Гц	Измеритель температуры и влажности микропроцессорный ИТВР 2606, рег. № 20857-07; Барометры-анероиды метеорологические БАММ-1, рег. № 5738-76; Мультиметр цифровой АКИП-2203, рег. № 77699-20.
п. 8.2 Опробование	Стандартный образец массовой доли элементов на основе порошка борной кислоты, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов от 1 % до 100 % включ., относительная погрешность аттестованных значений при $P=0,95$ не более 10 %	ГСО 6648-93
	Стандартные образцы массовой доли химических элементов от кислорода до урана в твердой основе, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов от 1 % до 100 % включ., относительная погрешность аттестованных значений при $P=0,95$ не более 10 %	ГСО 6645-93, ГСО 6646-93, ГСО 6626-93, ГСО 6650-93, ГСО 6642-93, ГСО 6644-93, ГСО 6600-93, ГСО 6602-93, ГСО 6619-93, ГСО 6612-93, ГСО 6614-93, ГСО 6638-93, ГСО 6643-93, ГСО 6613-93, ГСО 6624-93, ГСО 6627-93, ГСО 6635-93, ГСО 6625-93, ГСО 6591-93, ГСО 6631-93, ГСО 6620-93, ГСО 6621-93, ГСО 6622-93, ГСО 6637-93, ГСО 6630-93, ГСО 6616-93, ГСО 6617-93, ГСО 6607-93, ГСО 6649-93, ГСО 6639-93, ГСО 6594-93, ГСО 6615-93, ГСО 6640-93, ГСО 6636-93, ГСО 6634-93, ГСО 6633-93, ГСО 6632-93, ГСО 6610-93,

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
		ГСО 6628-93, ГСО 6608-93, ГСО 6609-93, ГСО 6593-93, ГСО 6623-93, ГСО 6596-93, ГСО 6604-93, ГСО 6606-93, ГСО 6595-93, ГСО 6605-93, ГСО 6618-93, ГСО 6629-93, ГСО 6599-93, ГСО 6592-93, ГСО 6597-93, ГСО 6598-93, ГСО 6601-93, ГСО 6603-93, ГСО 6641-93, ГСО 6647-93, ГСО 6611-93
п.10 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Стандартные образцы массовой доли химических элементов от кислорода до урана в твердой основе, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов от 1 % до 100 %, относительная погрешность аттестованных значений при $P=0,95$ не более 10 %	ГСО 6645-93, ГСО 6646-93, ГСО 6626-93, ГСО 6650-93, ГСО 6642-93, ГСО 6644-93, ГСО 6600-93, ГСО 6602-93, ГСО 6619-93, ГСО 6612-93, ГСО 6614-93, ГСО 6638-93, ГСО 6643-93, ГСО 6613-93, ГСО 6624-93, ГСО 6627-93, ГСО 6635-93, ГСО 6625-93, ГСО 6591-93, ГСО 6631-93, ГСО 6620-93, ГСО 6621-93, ГСО 6622-93, ГСО 6637-93, ГСО 6630-93, ГСО 6616-93, ГСО 6617-93, ГСО 6607-93, ГСО 6649-93, ГСО 6639-93, ГСО 6594-93, ГСО 6615-93, ГСО 6640-93, ГСО 6636-93, ГСО 6634-93, ГСО 6633-93, ГСО 6632-93, ГСО 6610-93, ГСО 6628-93, ГСО 6608-93, ГСО 6609-93, ГСО 6593-93, ГСО 6623-93, ГСО 6596-93, ГСО 6604-93, ГСО 6606-93, ГСО 6595-93, ГСО 6605-93, ГСО 6618-93, ГСО 6629-93, ГСО 6599-93, ГСО 6592-93, ГСО 6597-93, ГСО 6598-93, ГСО 6601-93, ГСО 6603-93, ГСО 6641-93, ГСО 6647-93, ГСО 6611-93

Примечание – Допускается использовать при поверке другие утверждённые и аттестованные эталоны единиц величин, стандартные образцы, поверенные средства измерений утверждённого типа, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 Поверители и работники, обеспечивающие подготовку рабочих мест для проведения поверки, должны соблюдать требования:

- санитарных правил и нормативов СанПиН 2.6.1.2523-09 «Нормы радиационной безопасности» (НРБ-99/2009);
- санитарных правил и нормативов СП 2.6.1.2612-10 «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ 99/2010)»;
- правил по охране труда при эксплуатации электроустановок;
- правил техники безопасности, указанных в руководстве по эксплуатации на спектрометр АПУ2.770.023 РЭ;
- правил промышленной безопасности при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением.

6.2 Спектрометры должны быть заземлены путём соединения зажима защитного заземления с контуром защитного заземления медным проводником сечением не менее 2,5 мм².

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 Проверить внешним осмотром:

- соответствие внешнего вида спектрометра описанию и изображениям, приведённым в описании типа;
- проверить наличие защитных наклеек на корпусе спектрометра в соответствии с описанием типа;
- отсутствие внешних повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность спектрометра (в том числе в соединительных кабелях);
- наличие маркировки, четкость надписей на панелях спектрометра и соответствие их эксплуатационной документации;
- исправность органов управления;
- комплектность спектрометра (без запасных частей и расходных материалов) в соответствии с формуляром;
- надежность крепления шин заземления и сетевых вилок.

7.2 Результаты внешнего осмотра спектрометра считать положительными, если его внешний вид удовлетворяет требованиям п. 7.1.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Контроль условий поверки

Измерить температуру и относительную влажность воздуха, атмосферное давление, напряжение и частоту питающей сети на месте поверки спектрометра. Результаты измерений внести в протокол поверки.

8.2 Опробование

Перед проведением поверки необходимо ознакомиться с Руководством по эксплуатации АПУ2.770.023РЭ. Должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- 1) поверяемый спектрометр и средства поверки должны быть установлены так, чтобы они не нагревались от внешних источников тепла и не испытывали толчков и ударов;
- 2) подготовить необходимые средства поверки;
- 3) обеспечить наличие на рабочем месте документации на спектрометр – Руководства по эксплуатации и Формуляра, на все средства поверки проверить наличие сведений о результатах

поверки в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений, на стандартные образцы – действующих паспортов;

4) поверку спектрометра проводить после установления рабочего режима.

При опробовании необходимо выполнить следующие операции:

- произвести подготовку к работе спектрометра, его включение, установление рабочего режима в соответствии с разделом «Порядок работы» Руководства по эксплуатации;

- проверить общее функционирование, настройку аналитических трактов по тестам Программы сервисного обслуживания;

- определить скорости счета и контрастности на аналитических линиях для всех элементов, соответствующих комплектности каналов данного спектрометра с использованием стандартных образцов, указанных в разделе 5, и при условиях измерения, указанных в разделе 3.

Определение скорости счета и контрастности на аналитических линиях проводится по тесту «Контрастность» Программы сервисного обслуживания, выполняющей нижеуказанные вычисления:

- число измерений – три, с экспозицией T , равной 10 с;

- регистрация каждого измерения.

Значения скорости счета на линии на стандартном образце η и контрастность K для каждой анализируемой линии определяются по формулам:

$$\eta = \frac{\overline{N_k}}{T} \quad (1)$$

$$K = \frac{\overline{N_k}}{\overline{N\phi}} \quad (2)$$

где $\overline{N_k}$ – среднее арифметическое значение зарегистрированного числа импульсов от стандартного образца с 1 % содержанием элемента;

T – экспозиция, с;

$\overline{N\phi}$ – среднее арифметическое значение зарегистрированного числа импульсов от стандартного образца ГСО 6648-93, используемого в качестве фонового.

Результаты опробования считать положительными, если полученные значения скоростей счета на линии на стандартном образце и контрастности для каждой анализируемой линии соответствуют значениям, указанным в формуляре АПУ 2.770.023ФО.

9 Проверка программного обеспечения

9.1 Выйти в главное меню спектрометра. Нажать кнопку «ПО» и в открывшемся окне прочитать идентификационные данные программного обеспечения спектрометра.

9.2 Результаты проверки считать положительными, если идентификационные данные встроенного программного обеспечения спектрометра, определённые в 9.1, соответствуют значениям, приведённым в описании типа спектрометра.

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

Определение основной относительной погрешности измерения интенсивности аналитических линий в диапазоне определяемых элементов проводят для спектрометрических каналов на анализируемые элементы, которые указаны в документации на спектрометр, с использованием стандартных образцов, указанных в пункте 5.1 настоящей методики поверки, по тесту «Погрешность» программы сервисного обслуживания. Время экспозиции T , при котором проводятся измерения интенсивности аналитической линии, выбрать минимальным из ряда 10, 20, 40, 64 или 96 с при условии выполнения соотношения:

$$\frac{100}{\sqrt{\eta T}} < \frac{1}{2} A_0, \quad (3)$$

где η – скорость счёта на линии, с^{-1} ;

A_0 – значение основной погрешности средства измерений, %.

Каждое измерение проводится в режиме вращения образца и с выводом его из-под облучения после измерения. Время пауз между измерениями одной пробы или число проверяемых проб выбирается из расчёта: одиннадцать измерений каждой аналитической линии в течение не менее одного часа.

Программа выполняет три серии измерений, при этом в каждой серии одиннадцать измерений. Для каждой серии измерений рассчитывается дисперсия S_L^2 по формуле:

$$S_L^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (N_{iL} - \bar{N}_{cL})^2}{n - 1} \quad (4)$$

где N_{iL} – число импульсов при i -м измерении в L -й серии;

L – номер серии, $L = 1, 2, 3$;

n – число измерений в серии;

$\bar{N}_{cL}$ – среднее арифметическое значение зарегистрированного числа импульсов в серии

$$\bar{N}_{cL} = \frac{\sum_{i=1}^n N_{iL}}{n} \quad (5)$$

Найденные значения дисперсии проверяются на однородность по критерию Кохрена сравнением с табличным значением отношения максимальной дисперсии к сумме всех дисперсий, рассчитанного по формуле:

$$G_{max} = \frac{S_{max}^2}{\sum_{L=1}^3 S_L^2} \quad (6)$$

где S_{max}^2 – максимальное значение дисперсии из дисперсий S_L^2 .

При однопроцентном уровне значимости для числа серий $L=3$ и числе степеней свободы $n-1=10$ табличное значение $G=0,674$.

Если G_{max} больше соответствующего табличного значения G , то после выяснения и устранения причины неоднородности дисперсий, измерения повторяются.

Если G_{max} меньше соответствующего табличного значения G , дисперсия усредняется и относительная основная погрешность измерений интенсивности аналитических линий определяется в процентах по формуле

$$A_0 = \frac{100}{\bar{N}} \cdot \sqrt{|\bar{S}^2 - \sigma_{теор}^2|} \quad (7)$$

$$\text{где} \quad \bar{N} = \frac{1}{3} \sum_{L=1}^3 \bar{N}_{cL}; \quad \bar{S}^2 = \frac{1}{3} \sum_{L=1}^3 S_L^2; \quad \sigma_{теор}^2 = \bar{N}$$

В случае, если в каждой серии измерений основная относительная погрешность измерений интенсивности аналитических линий A_0 , рассчитанная по формуле (7), не превышает $\pm 0,2$ %, то проверку по критерию Кохрена допускается не проводить. При этом основной

относительной погрешностью измерения интенсивности аналитических линий следует считать максимальное из полученных значений A_0 .

Результат операции поверки спектрометра по определению основной относительной погрешности измерений интенсивности аналитических линий в диапазоне определяемых элементов считать положительным, если полученное значение основной относительной погрешности измерений интенсивности аналитических линий в диапазоне определяемых элементов не превышает $\pm 0,2 \%$.

11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты поверки спектрометра оформляются в соответствии с приказом Министерства промышленности и торговли Российской Федерации № 2510 от 31 июля 2020 г.

11.2 По результатам поверки оформляется протокол.

11.3 Сведения о результатах поверки спектрометра передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

11.4 По заявлению владельца спектрометра или лица, представившего его на поверку, при положительных результатах поверки выдается свидетельство о поверке и (или) в формуляр АПУ2.770.023ФО вносится запись о проведенной поверке или электронный адрес ссылки на результаты поверки в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

11.5 В случае отрицательных результатов поверки по заявлению владельца спектрометра или лица, представившего его на поверку, выдается извещение о непригодности к применению средства измерений.

Начальник НИО-4 ФГУП «ВНИИФТРИ»

О.А. Картавенко

Заместитель начальника НИО-4 по научной работе
ФГУП «ВНИИФТРИ»

О.И. Коваленко