

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»
УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»**

СОГЛАСОВАНО

Директор УНИИМ – филиал

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Е.П. Собина
" 18 " 04 2024 г.

**«ГСИ. Спектрометры рентгенофлуоресцентные
энергодисперсионные EDX.
Методика поверки»**

МП 31-241-2024

Екатеринбург

2024

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 и.о. зав. лаборатории 241 Голынец О.С.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в апреле 2024г.

СОДЕРЖАНИЕ

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

Государственная система обеспечения единства измерений. Спектрометры рентгенофлуоресцентные энергодисперсионные EDX. Методика поверки	МП 31-241-2024
---	----------------

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные энергодисперсионные EDX (далее–спектрометры) производства «Efficiency Scientific Instrument Co.,Ltd», Китай, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка спектрометров должна осуществляться в соответствии с требованиями настоящей методики поверки.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость спектрометра 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 согласно государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.02.2021 года № 148 с внесением изменений в приложение А к государственной поверочной схеме, утвержденных приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17.05.2021 года № 761.

Настоящей методикой поверки предусмотрена поверка методом прямых измерений.

1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки спектрометров, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение	
	EDX 8800M MAX, EDX 9000B PLUS, EDX 9000B	EDX 9000E, EDX 8000B, EDX 8000T, EDX 8000T PLUS, EDX 8000 RoHS, EDX COMPASS 4294, EDX COMPASS 4294 PLUS
Предел обнаружения Fe на линии $K\alpha$ ¹⁾ , %	0,0003	0,0010
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала Fe на линии $K\alpha$ ²⁾ , %	0,5	1,0
¹⁾ Характеристика приведена по критерию 3σ при измерении содержания железа в стандартном образце ГСО 12173-2023 массовой доли борной кислоты в твердой матрице (БК-ТМ СО УНИИМ) ²⁾ При измерении содержания железа в стандартном образце ГСО 11036-2018 с массовой долей железа от 0,90 % до 1,10 % (БК-ТМ СО УНИИМ)		

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 г. №2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений»

Приказ Минтруда России от 15.12.2020г. №903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17.05.2021 г. № 761 «О внесении изменения в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148»

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 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций 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

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Определение метрологических характеристик: - предела обнаружения Fe на линии K α ; - относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала Fe на линии K α .	да да	да да	11
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае 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

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от +10 до +35;
- относительная влажность воздуха, %, не более 85

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке спектрометра допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе со спектрометром.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п.4. Допускаемая абсолютная погрешность измерений температуры ± 2 °С, относительной влажности $\pm 5,0$ %.	Гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Стандартные образцы массовой доли железа в твердой матрице, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли железа от 0,90 до 1,10 %, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 3,0$ % при $P=0,95$	Стандартный образец массовой доли железа в твердой матрице (Fe-ТМ СО УНИИМ) ГСО 11036-2018
	Стандартные образцы чистых веществ, не содержащие железа, интервал допускаемых значений аттестованной характеристики от 99,5 до 100 %, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 0,1$ % при $P=0,95$	Стандартный образец массовой доли борной кислоты в твердой матрице (БК-ТМ СО УНИИМ) ГСО 12173-2023

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается использовать при поверке другие стандартные образцы, а также утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- соответствие комплектности, указанной в руководстве по эксплуатации (далее – РЭ);
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, 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 Включить спектрометр, запустить программное обеспечение спектрометра. В соответствии с РЭ запустить прогрев рентгеновской трубки, а затем выполнить первичную инициализацию спектрометра по стандартному образцу, поставляемому в комплекте со спектрометром. В случае успешного прохождения инициализации на экране монитора появится сообщение об успешной инициализации и готовности спектрометра к измерениям.

9.2 Провести контроль условий поверки с помощью гигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.3 Опробование

При опробовании проверить действие органов управления и регулировки, соответствие функционирования всех узлов спектрометра, функциональных клавиш и программного обеспечения требованиям, изложенным в РЭ.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) спектрометра. Проверку идентификационных данных ПО осуществляют в следующем порядке:

- в папке с программным обеспечением найти файл XTest.exe
- навести курсор на файл XTest.exe и нажать правую кнопку мыши
- в выпадающем меню выбрать «Properties»
- в появившемся окне выбрать вкладку «Details»
- в открывшемся окне приведены идентификационное наименование и номер версии (идентификационный номер) ПО.

Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	XTest
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.0.0.0
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение предела обнаружения и относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала спектрометра провести с использованием стандартных образцов утвержденного типа из таблицы 3 для Fe на линии K α . Аппаратные условия измерений установить в соответствии с РЭ для каждой модификации спектрометра.

11.2 С помощью ГСО 12173-2023 и ГСО 11036-2018 построить градуировочную характеристику для определения содержания железа.

11.3 Используя полученную в п. 11.2 градуировочную характеристику провести десять измерений массовой доли железа, используя в качестве пробы ГСО 12173-2023.

11.4 Используя полученную в п. 11.2 градуировочную характеристику провести десять измерений массовой доли железа, используя в качестве пробы ГСО 11036-2018.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Для результатов измерений, полученных по 11.3, рассчитать среднее арифметическое значение ($\bar{X}_0$, %) и среднее квадратическое отклонение полученных значений выходного сигнала (σ_0 , %) по формулам

$$\bar{X}_0 = \frac{\sum_{i=1}^n X_{0i}}{n}, \quad (1)$$

$$\sigma_0 = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_{0i} - \bar{X}_0)^2}{(n-1)}}, \quad (2)$$

где X_{0i} – результат i -го измерения массовой доли железа в ГСО 12173-2023, %;

n – число измерений ($n=10$).

По полученному по формуле 2 значению среднего квадратического отклонения результатов измерений рассчитать предел обнаружения железа Fe на линии Ка (C_{np} , %) по формуле

$$C_{np} = 3 \cdot \sigma_0, \quad (3)$$

Полученное значение предела обнаружения Fe на линии Ка должно удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.2 Для результатов измерений, полученных по 11.4, рассчитать среднее арифметическое значение результатов измерений массовой доли железа ($\bar{X}$, %) и относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала Fe на линии Ка (S , %) по формулам:

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n} \quad (4)$$

$$S = \frac{100}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} \quad (5)$$

где X_i – результат i -го измерения массовой доли железа в ГСО 11036-2018, %;

n – число измерений ($n=10$).

Полученное значение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала Fe на линии Ка должно удовлетворять требованиям таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки спектрометр признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки и пломбирование спектрометра не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к дальнейшей эксплуатации.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906.

13.6 По заявлению владельца спектрометра или лица, представившего спектрометр на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510, при отрицательных – извещение о непригодности к применению спектрометра.

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



О.С. Голынец