

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-
исследовательский институт метрологии им. Д.И.Менделеева»
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

03 декабря 2024 г.

**«ГСИ. Спектрометр рентгенофлуоресцентный
энергодисперсионный NEX DE. Методика поверки»**

МП 48-251-2024

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 зам. зав. лаб. 251, Вострокнутова Е.В.
3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2024 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	6
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	7
8	Внешний осмотр	7
9	Подготовка к поверке и опробование	7
10	Проверка программного обеспечения	7
11	Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	7
12	Оформление результатов поверки	9

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на спектрометр рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный NEX DE, сер. № 000019 (далее – спектрометр), выпущенный Applied Rigaku Technologies, Inc., США, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка спектрометра 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 В настоящей методике реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки спектрометра, используемого в качестве рабочего средства измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон определяемых элементов	от натрия до урана
Чувствительность ¹⁾ , имп/(с·мкА·%), не менее, для следующих элементов и аналитических линий: - Na (K_{α}) - Ti (K_{α}) - Pb (L_{α})	0,02 3 33
Отношение сигнал/шум, не менее, для следующих элементов и аналитических линий: - Na (K_{α}) - Ti (K_{α}) - Pb (L_{α})	2 300 15000
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала ¹⁾ , %, для следующих элементов и аналитических линий: - Na (K_{α}) - Ti (K_{α}) - Pb (L_{α})	3 3 3

¹⁾ приведены значения для элементов в стандартном образце ГСО 10934-2017 с массовой долей натрия от 38,8 % до 39,8 %; в ГСО 11791-2021 с массовой долей титана от 0,9 % до 1,1 %; в ГСО 10991-2017 с массовой долей свинца от 0,9 % до 1,1 %, соответственно.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- Приказ Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

- 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»;

- 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
Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	11
Определение чувствительности	да	да	11.1
Определение отношения сигнал/шум	да	да	11.2
Проверка диапазона определяемых элементов	да	нет	11.3
Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	да	да	11.4

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, поверка прекращается и выполняются операции по п. 12.4.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +10 до +28
- относительная влажность, %, не более 75

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке спектрометра допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на спектрометр.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средство измерений температуры окружающей среды и относительной влажности с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 4: возможность измерения относительной влажности до 75 %, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности $\pm 2,5$ %, диапазон измерений температуры от плюс 10 °С до плюс 28 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 1,0$ °С	Термогигрометр электронный «CENTER» 313, рег. № 22129-09
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	- Стандартный образец массовой доли титана в твердой матрице, аттестованное значение массовой доли титана от 0,9 % до 1,1 %, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $CO \pm 4$ %;	ГСО 11791-2021
	- Стандартный образец массовой доли свинца в твердой матрице, аттестованное значение массовой доли свинца от 0,9 % до 1,1 %, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $CO \pm 3$ %;	ГСО 10991-2017
	- Стандартный образец массовой доли натрия и хлора в твердой матрице, аттестованное значение массовой доли натрия от 38,8 % до 39,8 %, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $CO \pm 0,1$ %;	ГСО 10934-2017
	- Стандартный образец массовой доли борной кислоты в твердой матрице, аттестованное значение массовой доли борной кислоты от 99,8 % до 100,0 %, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $CO \pm 0,1$ %	ГСО 12173-2023
<i>Примечание – Допускается использовать при поверке другие стандартные образцы и средства измерений утвержденных типов, удовлетворяющие требованиям, указанным в таблице.</i>		

6.2 Стандартные образцы, применяемые для поверки, должны иметь действующий паспорт, средства измерений должны быть поверены.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- соответствие комплектности, указанной в описании типа;
- наличие 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, поверка прекращается, спектрометр бракуется.

9 Подготовка к поверке и опробование

9.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.2 Подготавливают спектрометр в соответствии РЭ.

9.3 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготавливают в соответствии с инструкцией по применению.

10 Проверка программного обеспечения

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) спектрометра. На персональном компьютере запускают ПО NEX. На верхней панели нажимают на вкладку «Help», затем в появившемся списке выбирают «About», версия программного обеспечения отобразится в открывшемся окне. Наименование ПО отображается в левом верхнем углу экрана.

Идентификационное наименование и номер версий ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	NEX
Номер версии (идентификационный номер) ПО	6.X*
Цифровой идентификатор ПО	—
* X является метрологически незначимой частью ПО и принимает значения от 0 до 99	

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

11.1 Определение чувствительности

11.1.1 Определение чувствительности проводят с использованием ГСО 11791-2021 (аналитическая линия K_{α} титана), ГСО 10991-2017 (аналитическая линия L_{α} свинца) и ГСО 10934-2017 (аналитическая линия K_{α} натрия).

11.1.2 В параметрах условий измерений для натрия выбирают: фильтр трубки «Ореп», напряжение трубки 6,5 кВ, ток трубки 300 мкА; для титана и свинца: фильтр трубки «С», напряжение трубки 35 кВ, ток трубки 300 мкА. Время экспозиции 100 с для всех элементов. В разделе «Output Information» выбирают «Intensity» и единицы измерения cps/μA (имп/(с·мкА)).

11.1.3 ГСО 10934-2017 устанавливают в отделение для образцов. Проводят пять измерений интенсивности выходного сигнала на линии K_{α} натрия. Рассчитывают чувствительность, имп/(с·мкА·%), по формуле

$$K_i = \frac{\bar{I}_i}{A_i}, \quad (1)$$

где A_i – аттестованное значение массовой доли i -го элемента в ГСО, %;

$\bar{I}_i$ – среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала для i -го элемента, имп/(с·мкА), которое рассчитывают по формуле

$$\bar{I}_i = \frac{\sum_{j=1}^5 I_{ij}}{5}, \quad (2)$$

где I_{ij} – j -й результат измерения интенсивности выходного сигнала i -го элемента, имп/(с·мкА).

11.1.4 Полученное значение чувствительности для натрия на линии K_{α} должно соответствовать требованиям таблицы 1.

11.1.5 Повторяют процедуру по п. 11.1.3 для ГСО 11791-2021 (аналитическая линия K_{α} титана) и ГСО 10991-2017 (аналитическая линия L_{α} свинца). Полученные значения чувствительности должны соответствовать требованиям таблицы 1.

11.2 Определение отношения сигнал/шум

11.2.1 В качестве фонового образца используют ГСО 12173-2023. Проводят пять измерений интенсивности выходного сигнала на линиях натрия (аналитическая линия K_{α}), титана (аналитическая линия K_{α}) и свинца (аналитическая линия L_{α}) в фоновом образце. Рассчитывают среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала для каждого элемента по формуле (2).

11.2.2 По результатам измерений, полученных в п. 11.2.1, рассчитывают среднее квадратическое отклонение выходного сигнала, $S_{\phi i}$, имп/(с·мкА), для каждого элемента по формуле

$$S_{\phi i} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (I_{\phi ij} - \bar{I}_{\phi i})^2}{(n - 1)}}, \quad (3)$$

где $I_{\phi ij}$ – j -ый результат измерений интенсивности выходного сигнала для i -ого элемента в фоновом образце (ГСО 12173-2023), имп/(с·мкА);

$\bar{I}_{\phi i}$ – среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала для i -го элемента в фоновом образце (ГСО 12173-2023), имп/(с·мкА);

n – число измерений интенсивности выходного сигнала.

11.2.3 Отношение сигнал/шум для i -го элемента рассчитывают по формуле

$$Q_i = \frac{\bar{I}_i \cdot 1}{3 \cdot S_{\phi i} \cdot A_i}, \quad (4)$$

1 – значение массовой доли элемента, к которому приводится чувствительность, %.

11.2.4 Полученные значения отношения сигнал/шум должны соответствовать требованиям таблицы 1.

11.3 Проверка диапазона определяемых элементов

11.3.1 С помощью ПО спектрометра выполняют снятие спектра и убеждаются в наличии выходного сигнала, который соответствует Na и U.

11.3.2 За диапазон определяемых элементов принимают диапазон, указанный в таблице 1, если выполняются условия по п. 11.3.1.

11.4 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

11.4.1 По результатам измерений по п. 11.1 рассчитывают относительное среднее квадратическое отклонение (далее – ОСКО) выходного сигнала для каждого i -го элемента по формуле

$$S_i = \frac{100}{\bar{I}_i} \cdot \sqrt{\frac{1}{(n-1)} \sum_{j=1}^n (I_{ij} - \bar{I}_i)^2}. \quad (5)$$

11.4.2 Полученные значения ОСКО выходного сигнала должны соответствовать требованиям таблицы 1.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

12.2 При положительных результатах поверки спектрометр признают пригодным к применению.

12.3 Нанесение знака поверки на спектрометр не предусмотрено. Пломбирование спектрометра не предусмотрено.

12.4 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к применению.

12.5 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными действующими на момент проведения поверки нормативными правовыми актами в области обеспечения единства измерений или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещение о непригодности к применению средства измерений.

12.6 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