

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

ФГУП «ВНИИМ 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



12

2025 г.

«ГСИ. Спектрометры рентгенофлуоресцентные Syn. Методика поверки»

МП 131-221-2025

Екатеринбург
2025

Предисловие

- 1 Разработана: 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»)
- 2 Исполнитель: М.В. Шипицына, ведущий инженер УНИИМ - филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»
- 3 Согласована: УНИИМ - филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2025 г.

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	7
10 Проверка программного обеспечения средства измерений	7
11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	8
11.1 Проверка диапазона измерений толщины покрытий и определение относительной погрешности измерений толщины однослойных покрытий	8
11.2 Определение чувствительности при измерении массовой доли элементов и относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала на линии FeK α	8
12 Оформление результатов поверки	9

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные Syn (далее – спектрометры) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость спектрометров по массовой доле элементов к государственному первичному эталону ГЭТ 176-2019 «Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» 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 № 148 с внесением изменений в приложение А к Государственной поверочной схеме, утвержденных приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17.05.2021 № 761.

1.3 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость спектрометров по толщине покрытий к государственному первичному эталону ГЭТ 168-2015 «Государственный первичный эталон единиц поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях» согласно государственной поверочной схемы для средств измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28.09.2018 № 2089, методом прямых измерений с помощью стандартных образцов утвержденного типа, значение толщины покрытия которых получено по аттестованной методике измерений с применением государственного первичного эталона ГЭТ 168-2015.

1.4 В настоящей методике поверки реализована поверка методом прямых измерений с помощью стандартных образцов.

1.5 Настоящая методика поверки применяется для поверки спектрометров, используемых в качестве средств измерений в соответствии с государственными поверочными схемами, указанными в пунктах 1.2–1.3 настоящей методики. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические характеристики, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение в зависимости от детектора	
	SDD	Si-PIN
Чувствительность на линии FeKα ¹⁾ , имп·с ⁻¹ ·% ⁻¹ ·мкА ⁻¹ , не менее	60	17
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала на линии FeKα ¹⁾ , %	0,7	
Диапазон измерений толщины покрытий ²⁾ , мкм	от 1 до 22	
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений толщины покрытий ²⁾ , %	±5	
¹⁾ Значение нормировано для железа с массовой долей от 0,9 % до 1,1 %.		
²⁾ Для однослойных покрытий при наличии у спектрометра режима измерений толщины покрытий во встроенном программном обеспечении (далее - ПО), устанавливается по предварительному заказу.		

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы¹:

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.02.2021 № 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 № 761 «О внесении изменений 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 19.02.2021 № 148»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28.09.2018 № 2089 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях»

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

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

ГОСТ 12.2.007.0-75 ССБТ. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

3 Перечень операций поверки

3.1 При проведении поверки 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 которыми выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	Да	Да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	Да	9
Проверка программного обеспечения	Да	Да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	11
Проверка диапазона измерений толщины покрытий и определение относительной погрешности измерений толщины однослойных покрытий*	Да	Да	11.1
Определение чувствительности при измерении массовой доли элементов и относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала на линии FeK α	Да	Да	11.2

¹При использовании настоящим документом целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при использовании настоящим документом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которыми выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
* Операция поверки проводится при наличии у спектрометра режима измерений толщины покрытий.			

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

3.3 Допускается проведение периодической поверки для меньшего числа измеряемых величин в соответствии с заявлением владельца спектрометра с обязательным указанием информации об объеме проведенной поверки в соответствии с приказом Минпромторга России от 31 июля 2020 № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» или в соответствии с порядком, действующим на момент проведения поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от 15 до 35;
- относительная влажность окружающей среды, %, не более 80.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке спектрометров допускаются лица, изучившие руководство по эксплуатации и программному обеспечению (далее – РЭ) на поверяемый спектрометр, эксплуатационную документацию на средства поверки, настоящую методику поверки и работающие в качестве поверителей в организации, аккредитованной на право поверки средств измерений геометрических величин и физико-химического состава и свойств веществ.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

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

Таблица 3 – 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
9	Средство измерений температуры окружающей среды: диапазон измерений от 15 °С до 35 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 1 °С	Термогигрометр ИВА-6А-КП-Д, рег. № 46434-11
	Средство измерений относительной влажности окружающей среды: диапазон измерений от 0 % до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 3 %	
11.1	Стандартные образцы толщины покрытий, аттестованные значения толщины однослойных покрытий от 1 до 22 мкм, относительная погрешность аттестованных значений $\pm 2,5$ % при $P=0,95$	ГСО 11092-2018/ГСО 11105-2018 СО поверхностной плотности и толщины никелевого покрытия на дюралюминии (НАБОР СО УНИИМ ППТ-1-Н)

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
11.2	Стандартный образец массовой доли железа в твердой матрице, аттестованное значение массовой доли железа от 0,9 % до 1,1 %, относительная погрешность ± 3 % при $P=0,95$	ГСО 11036-2018 СО массовой доли железа в твердой матрице (Fe-ТМ СО УНИИМ)

6.2 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены, данные о их поверке должны быть внесены в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (далее – ФИФ ОЕИ), стандартные образцы (далее – СО) должны иметь действующие паспорта.

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки с метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающими требуемую точность передачи единиц величин поверяемому средству измерений согласно соответствующей государственной поверочной схеме.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки необходимо соблюдать требования ГОСТ 12.2.007.0, приказа Минтруда России № 903н и требования безопасности, установленные в РЭ спектрометра и эксплуатационной документации на средства поверки.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить соответствие спектрометра следующим требованиям:

- соответствие внешнего вида спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- соответствие комплектности сведениям, приведенным в описании типа;
- наличие маркировки;
- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность спектрометра.

8.2 Результаты внешнего осмотра считать положительными, если выполняются требования, указанные в 8.1 настоящей методики.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

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

9.2 Перед проведением поверки выполняют подготовительные работы, указанные в РЭ спектрометра и в эксплуатационных документах на средства поверки.

9.3 При опробовании проверить правильность функционирования спектрометра путем отображения наименования модели на экране спектрометра.

9.4 Результаты опробования считать положительными, если при включении отсутствует информация об отказах (коды ошибок).

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Идентификационное наименование и номер версии ПО спектрометра идентифицируются при включении спектрометра.

10.2 Сравнить полученные данные с идентификационными данными, указанными в описании типа спектрометров.

10.3 Результат подтверждения соответствия встроенного ПО считать положительным, если идентификационные данные соответствуют указанным в описании типа спектрометров, приведенном в ФИФ ОЕИ.

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

11.1 Проверка диапазона измерений толщины покрытий и определение относительной погрешности измерений толщины однослойных покрытий

11.1.1 Подготовить спектрометр к работе в соответствии с РЭ.

11.1.2 Провести измерения толщины покрытия с помощью СО в трёх точках, равномерно распределённых в диапазоне измерений толщины покрытий спектрометра. Измерения каждого СО провести три раза, выбрав размер коллиматора спектрометра, равный 8 мм. Время одного измерения не менее 100 с.

11.1.3 Рассчитать относительную погрешность измерений толщины покрытия i -го СО (δ_{Li}), %, по формуле

$$\delta_{Li} = \frac{\bar{L}_i - L_{ATi}}{L_{ATi}} \cdot 100, \quad (1)$$

где L_{ATi} – аттестованное значение толщины покрытия i -го СО, мкм;

$\bar{L}_i$ – среднее арифметическое значение толщины покрытия i -го СО, мкм, которое рассчитывается по формуле

$$\bar{L}_i = \frac{\sum_{i=1}^m L_i}{m}, \quad (2)$$

где L_i – результат измерений толщины покрытия i -го СО, мкм;

m – количество измерений толщины покрытий СО спектрометром ($m=3$).

11.1.4 Результаты считают положительными, если диапазон измерений толщины однослойных покрытий и полученные значения относительной погрешности измерений толщины покрытий соответствуют значениям, приведенным в таблице 1 настоящей методики.

11.2 Определение чувствительности при измерении массовой доли элементов и относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала на линии FeK α

11.2.1 Подготовить спектрометр к работе в соответствии с РЭ.

11.2.2 Провести не менее 10 измерений ($i=1 \dots n$, $n \geq 10$) интенсивности выходного сигнала спектрометра на линии FeK α , используя СО массовой доли железа в твердой матрице. Время одного измерения не менее 100 с, значение величины тока рентгеновской трубки 100 мкА, коллиматор 8 мм, без фильтра.

11.2.3 По результатам измерений интенсивности выходного сигнала рассчитать чувствительность для железа на линии FeK α ($S_{\text{чFe}}$), $\text{имп} \cdot \text{с}^{-1} \cdot \%^{-1} \cdot \text{мкА}^{-1}$, по формуле

$$S_{\text{чFe}} = \frac{\overline{I_{\text{Fe}}}}{C_{\text{атFe}} I}, \quad (3)$$

где $C_{\text{атFe}}$ – аттестованное значение массовой доли железа, указанное в паспорте СО, %;

I – значение величины тока рентгеновской трубки, мкА;

$\overline{I_{\text{Fe}}}$ – среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала при измерении массовой доли железа СО, $\text{имп} \cdot \text{с}^{-1}$, которое рассчитывается по формуле

$$\overline{I_{\text{Fe}}} = \frac{\sum_{i=1}^n I_{\text{Fe}i}}{n}, \quad (4)$$

где $I_{\text{Fe}i}$ – i -ое значение интенсивности выходного сигнала при измерении массовой доли железа СО, $\text{имп} \cdot \text{с}^{-1}$;

n – число измерений ($n \geq 10$).

11.2.4 Рассчитать относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала (S_q), %, по формуле

$$S_q = \frac{100}{\overline{I_{Fe}}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_{Fei} - \overline{I_{Fe}})^2}{(n - 1)}} \quad (5)$$

11.2.5 Результаты считают положительными, если полученное значение чувствительности выходного сигнала на линии FeK α и относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала на линии FeK α соответствуют значениям, приведенным в таблице 1 настоящей методики.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки заносят в протокол поверки произвольной формы, сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

12.2 При положительных результатах поверки спектрометр признают пригодным к эксплуатации, по заявлению владельца спектрометра или лица, представившего спектрометр на поверку, оформляется свидетельство о поверке установленной формы.

12.3 При проведении периодической поверки для меньшего числа измеряемых величин указывается информация об объеме проведенной поверки.

12.4 Знак поверки наносится в свидетельство о поверке спектрометра в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 или действующим на дату поверки нормативным правовым актом в области обеспечения единства измерений.

12.5 При отрицательных результатах поверки спектрометр к применению не допускают и по заявлению владельца спектрометра или лица, представившего спектрометр на поверку, оформляется извещение о непригодности установленной формы.

Ведущий инженер лаборатории 221
УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ
им.Д.И.Менделеева»



М.В. Шипицына