

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

**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. Собина

06 2023 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы рентгенофлуоресцентные АХР

Методика поверки

МП 22-221-2023

Екатеринбург

2023



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** ведущий инженер лаб. 221 Лифинцева М.Н.
- 3 СОГЛАСОВАНА** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в 2023 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ	4
2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....	5
3 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ	6
4 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ.....	7
5 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ	7
6 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ.....	7
7 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ	8
8 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ	9
9 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ	9
10 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ	9
11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ.....	9
12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	11
ПРИЛОЖЕНИЕ А (РЕКОМЕНДУЕМОЕ) ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ	12

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы рентгенофлуоресцентные AXR (далее – анализаторы), выпускаемые ООО «ГРАДИЕНТ», г. Пермь, и ООО «АКА-Скан», г. Москва. Анализаторы подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке. Поверка анализаторов должна проводиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость анализатора обеспечивается к государственному первичному эталону ГЭТ 176 «ГПЭ единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» по Приказу Росстандарта 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 Допускается применение при проведении поверки стандартных образцов утвержденных типов, метрологические характеристики которых определены методом межлабораторного эксперимента с использованием аттестованных методик измерений, предусматривающих применение поверенных весов, прослеживаемых к ГЭТ 3 в соответствии с приказом Росстандарта РФ от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы».

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов с диапазонами измерений (ДИ), указанными в таблице 1, используемых в качестве средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значение	
	GRADIENT 900, SCANMET 9000	GRADIENT 900+, SCANMET 9000+
Анализируемые элементы*	от Na до Cm	
Диапазон измерений* массовой доли элементов в твердых образцах, в том числе порошках, %	от 0,001 до 100	
Пределы допускаемой относительной погрешности** результатов измерений массовой доли элементов в твердых образцах, в том числе порошках, %, в поддиапазонах:		
- от 0,001 до 0,1 % включ.	±40	±25
- св. 0,1 до 1,0 % включ.	±25	±25
- св. 1,0 до 30 % включ.	±5,0	±5,0
- св. 30,0 до 100 % включ.	±3,0	±3,0

Наименование характеристики	Значение	
	GRADIENT 900, SCANMET 9000	GRADIENT 900+, SCANMET 9000+
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения (СКО) результата измерений массовой доли элементов в твердых образцах, в том числе порошках, %, в поддиапазонах: - от 0,001 до 0,1 % включ. - св. 0,1 до 1,0 % включ. - св. 1,0 до 30 % включ. - св. 30 до 100 % включ.	18 16 2,0 1,0	18 16 2,0 1,0
Чувствительность ^{***} , усл.ед./%, не менее	10	10
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала ^{***} , %	2	2
<p>* перечень анализируемых элементов и диапазоны измерений могут быть ограничены, указываются в паспорте конкретного экземпляра анализатора и не могут быть изменены пользователем в процессе эксплуатации.</p> <p>** значения нормированы для измерений массовой доли элементов при калибровке анализатора по ГСО.</p> <p>*** значение нормировано для железа</p>		

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы¹:

- ГОСТ 12.2.007.0-75 ССБТ. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности;
- Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 N 903н Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок;
- Приказ Росстандарта 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 Росстандарта от 17.05.2021 г. № 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 февраля 2021 г. № 148;
- Приказ Росстандарта от 04.07.2022 № 1622 Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы;
- СП 2.6.1.2612-10 Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99/2010);
- СанПиН 2.6.1.2523-09 Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009);

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.

- СанПиН 2.6.1.3289-15 Гигиенические требования по обеспечению радиационной безопасности при обращении с источниками, генерирующими рентгеновское излучение при ускоряющем напряжении до 150 кВ.

3 Перечень операций поверки

3.1 Для поверки анализаторов должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при поверке при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1 Внешний осмотр	да	да	8
2 Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
3 Проверка программного обеспечения	да	да	10
4 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	11
4.1 Проверка чувствительности	да	да	11.1
4.2 Проверка относительного СКО выходного сигнала	да	да	11.2
4.3 Определение относительного СКО результата измерений массовой доли элементов	да	да*	11.3
4.4 Определение относительной погрешности результата измерений массовой доли элементов и проверка диапазона измерений	да	да*	11.4
*При периодической поверке анализаторов, которые применяются в соответствии с аттестованными методиками измерений, разработанными для конкретных объектов, операции по п.п. 4.3, 4.4 не выполняют. Инструментальную часть неисключенной систематической погрешности в таких методиках оценивают на основании допускаемых значений чувствительности и СКО выходного сигнала.			

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

3.3 Допускается проведение периодической поверки для меньшего числа анализируемых элементов или на меньшем числе поддиапазонов измерений в соответствии с заявлением владельца анализатора с обязательным указанием информации об объеме проведенной поверки в соответствии с порядком, действующим на момент проведения поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +15 до +25;
- относительная влажность, %, не более 80.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке анализаторов допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие РЭ на анализаторы, настоящую методику поверки и работающие в качестве поверителей в организации, аккредитованной на право поверки средств измерений физико-химического состава и свойств веществ.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки согласно таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические требования к средствам 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 средства измерений	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 15 °С до 25 °С, абсолютная погрешность не более 1 °С. Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне измерений до 80 %, абсолютная погрешность не более 3 %	Термогигрометр ИВА-6А-КП-Д, рег. № 46434-11
Раздел 11, пункты 11.1, 11.2 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Стандартные образцы имитаторы с массовой долей железа от 0,9 % до 1,1 % и относительной погрешностью не хуже ±5 %	ГСО 11036-2018

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 11 пункты 11.3, 11.4 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства метрологическим требованиям	Матричные стандартные образцы с массовой долей элементов от 0,001 % до 0,1 % и относительной погрешностью не хуже $\pm 12,5$ %	ГСО 11428-2019 ГСО 10117-2012 ГСО 8023-94 ГСО 8456-2003 ГСО 8876-2007
	Матричные стандартные образцы с массовой долей элементов св. 0,1 % до 1,0 % и относительной погрешностью не хуже $\pm 12,5$ %	ГСО 11428-2019 ГСО 10117-2012 ГСО 8023-94 ГСО 8456-2003 ГСО 8876-2007
	Матричные стандартные образцы с массовой долей элементов св. 1,0 % до 30 % и относительной погрешностью не хуже $\pm 2,5$ %	ГСО 11428-2019 ГСО 8023-94 ГСО 8456-2003 ГСО 8876-2007
	Матричные стандартные образцы с массовой долей элементов св. 30 % до 100 % и относительной погрешностью не хуже $\pm 1,5$ %	ГСО 11428-2019 ГСО 8023-94 ГСО 8876-2007

6.2 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены, ГСО должны иметь действующие паспорта.

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих соотношение погрешности аттестованного значения массовой доли элемента в ГСО к погрешности поверяемого СИ не более 0,5.

6.4 При выборе средств поверки предпочтительным является использование ГСО утвержденного типа с установленной прослеживаемостью к государственному первичному эталону единицы величины того же рода.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0, СП 2.6.1.2612-10 Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99/2010), СанПиН 2.6.1.2523-09 Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009), СанПиН 2.6.1.3289-15 Гигиенические требования по обеспечению радиационной безопасности при обращении с источниками, генерирующими рентгеновское излучение при ускоряющем напряжении до 150 кВ.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в технической документации;
- четкость обозначений и маркировки.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

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

9.2 Анализатор готовят к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

9.3 При опробовании проверяют работоспособность анализатора.

9.3.1 Работоспособность проверяют путем отображения наименования «AXR» на дисплее анализатора.

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

10 Проверка программного обеспечения

Для проверки соответствия встроенного метрологически значимого программного обеспечения (ПО) выполнить следующие операции:

1) провести визуализацию идентификационных данных ПО анализатора (номер версии) в меню анализатора согласно РЭ;

2) сравнить полученные данные с номером версии, установленным при проведении испытаний в целях утверждения типа и указанным в описании типа анализатора.

Результаты проверки программного обеспечения считать положительными, если номер версии соответствует указанному в Описании типа анализатора, приведенному в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

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

1) Установить измерительное окно размером, обеспечивающим перекрытие рабочего участка ГСО.

2) Создать или открыть измерительное приложение в ПО анализатора, провести настройку и калибровку анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации.

11.1 Проверка чувствительности

11.1.1 Провести не менее 5-и измерений ($i=1...n, n \geq 5$) выходного сигнала анализатора на линии FeK α для соответствующего ГСО по таблице 3.

11.1.2 По результатам измерений выходного сигнала рассчитать чувствительность для железа, $S_{\text{чFe}}$, усл.ед./%, по формуле

$$S_{\text{чFe}} = \frac{\overline{I_{\text{Fe}}}}{C_{\text{атFe}}}, \quad (1)$$

где $C_{\text{атFe}}$ – аттестованное значение массовой доли железа в соответствующем ГСО, %;

$\overline{I_{Fe}}$ - среднее арифметическое значение выходных сигналов при измерении массовой доли железа в соответствующем ГСО, усл.ед, которое рассчитать по формуле

$$\overline{I_{Fe}} = \frac{\sum_{i=1}^n I_{Fei}}{n}, \quad (2)$$

где I_{Fei} - i -ое значение выходного сигнала при измерении массовой доли железа в соответствующем ГСО, усл.ед;

n - число наблюдений ($n \geq 5$).

11.1.3 Результаты считают положительными, если рассчитанные значения чувствительности анализатора удовлетворяют требованиям таблицы 1.

11.2 Проверка относительного СКО выходного сигнала

11.2.1 По результатам измерений, выполненных по п.11.1, рассчитать относительное СКО выходного сигнала для железа, S_{vFe} , %, по формуле

$$S_{vFe} = \frac{100}{\overline{I_{Fe}}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_{Fei} - \overline{I_{Fe}})^2}{(n-1)}}. \quad (3)$$

11.2.3 Результаты считают положительными, если рассчитанные значения относительного СКО выходного сигнала удовлетворяют требованиям таблицы 1.

11.3 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) результата измерений массовой доли элементов

11.3.1 ГСО выбрать в зависимости от поверяемого поддиапазона измерений анализатора.

11.3.2 Порошкообразные ГСО утрамбовать в кювету с пленкой.

11.3.3 Провести измерения ГСО в 2 точках, расположенных в начале и конце поддиапазона измерений анализатора.

11.3.4 В каждой точке провести измерения не менее 9 раз.

11.3.5 Рассчитать среднее арифметическое результата измерений массовой доли j -го элемента в k -ом ГСО, $\overline{C_{jk}}$, %, по формуле

$$\overline{C_{jk}} = \frac{\sum_{i=1}^n C_{jki}}{n}, \quad (4)$$

где C_{jki} - i -й результат наблюдений массовой доли j -го элемента в k -ом ГСО, %;

n - число наблюдений ($n \geq 9$).

11.3.6 Значение относительного СКО результата измерений массовой доли j -го элемента в k -ом ГСО, S_{jk} , %, рассчитать по формуле

$$S_{jk} = \frac{100}{\overline{C_{jk}}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_{jki} - \overline{C_{jk}})^2}{(n-1)}}. \quad (5)$$

11.3.7 Результаты считают положительными, если рассчитанные значения относительного СКО результатов измерений массовой доли удовлетворяют требованиям таблицы 1.

11.4 Определение относительной погрешности результата измерений массовой доли элементов и проверка диапазона измерений

11.4.1 Рассчитать относительную погрешность результата измерений массовой доли j -го элемента в k -ом ГСО, δ_{jk} , % по формуле

$$\delta_{jk} = \frac{\frac{t \cdot S_{jk} + \Theta_{jk}}{\sqrt{n}}}{\frac{S_{jk} + \Theta_{jk}}{\sqrt{n} + \sqrt{3}}} \cdot \sqrt{\frac{S_{jk}^2}{n} + \frac{\Theta_{jk}^2}{3}}, \quad (6)$$

где t – коэффициент Стьюдента для $P=0,95$ и $n=9$;

Θ_{jk} – значение неисключенной систематической составляющей относительной погрешности, которое рассчитать по формуле

$$\Theta_{jk} = \frac{100}{C_{атjk}} \left| \overline{C}_{jk} - C_{атjk} \right| + \left| \delta_{C_{атjk}} \right|, \quad (7)$$

где $\delta_{C_{атjk}}$ – значение относительной погрешности аттестованного значения j -го элемента в k -ом ГСО, %;

где $C_{атjk}$ – аттестованное значение массовой доли j -го элемента в k -ом ГСО, %.

11.4.2 Результаты считают положительными, если рассчитанные значения относительной погрешности результата измерений массовой доли всех измеренных элементов в каждом ГСО удовлетворяют требованиям таблицы 1.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки заносят в протокол с указанием всех значений результатов измерений. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении А.

12.2 При положительных результатах поверки средство измерений признают пригодным к применению. При проведении поверки для меньшего числа анализируемых элементов или на меньшем числе поддиапазонов измерений указывается информация об объеме проведенной поверки. Нанесение знака поверки на анализаторы не предусмотрено. Пломбирование анализаторов не предусмотрено.

12.3 При отрицательных результатах поверки средство измерений признают непригодным к применению.

12.4 По заявлению владельца СИ или лица, представившего СИ на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке, при отрицательных – извещение о непригодности.

12.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком.

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

 М.Н. Лифинцева

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)
Форма протокола поверки

Протокол № _____ от _____
поверки анализатора _____, сер. № _____
в соответствии с документом "ГСИ. Анализаторы рентгенофлуоресцентные АХР. Методика поверки" МП 22-221-2023

- 1 Принадлежит
- 2 Дата изготовления
- 3 Средства поверки (зав. № _____, номер свидетельства о поверке и дата выдачи)
- 4 Условия поверки:
 - температура окружающего воздуха, °С
 - относительная влажность, %
- 5 Результаты внешнего осмотра:
 - отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора;
 - соответствие комплектности, указанной в технической документации;
 - четкость обозначений и маркировки.
- 6 Результаты опробования: при включении отсутствует информация об отказах (коды ошибок).

7 Проверка программного обеспечения:
Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Номер версии (идентификационный номер) ПО	

8 Результаты определения чувствительности и СКО выходного сигнала

Характеристика	Измеренные значения выходного сигнала при измерении массовой доли железа, усл.ед.
Измерение №1	
Измерение №2	
Измерение №3	
Измерение №4	
Измерение №5	
Среднее арифметическое значение выходных сигналов при измерении массовой доли железа, усл.ед	
Аттестованное значение ГСО, %	
Относительная погрешность ГСО, %	
Чувствительность, усл.ед./%	
Относительное СКО результата измерений выходного сигнала, %	

9 Результаты определения относительного СКО и относительной погрешности измерений массовой доли элементов

Характеристика	Элементы			
Измерение №1				
Измерение №2				
Измерение №3				
Измерение №4				
Измерение №5				
Измерение №6				
Измерение №7				
Измерение №8				
Измерение №9				
Среднее значение, %				
Аттестованное значение ГСО, %				
Относительная погрешность ГСО, %				
Неисключенная систематическая составляющая относительной погрешности (НСП), %				
Относительное СКО результата измерений массовой доли элементов, %				
Относительная погрешность результата измерений массовой доли элементов, %				

Заключение по результатам поверки:

СИ признано пригодным (или непригодным) к применению.
(ненужное зачеркнуть)

Дата поверки _____ Подпись поверителя _____

Организация, проводившая поверку _____