

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ  
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ  
(ФГУП «УНИИМ»)**

**УТВЕРЖДАЮ**

**Директор ФГУП «УНИИМ»**



**С.В. Медведевских**

**"29" 08 2018 г.**

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Спектрометры рентгенофлуоресцентные  
последовательного типа S6 JAGUAR  
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ  
МП 75-251-2018**

**Екатеринбург**

**2018**

## **ПРЕДИСЛОВИЕ**

- 1 РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** и.о. зав. лаб. 251, к.х.н., Соби́на Е.П.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** директором ФГУП «УНИИМ» в 2018 г.

## СОДЕРЖАНИЕ

<b>1</b>	<b>ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ.....</b>	<b>4</b>
<b>2</b>	<b>НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ .....</b>	<b>4</b>
<b>3</b>	<b>ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....</b>	<b>4</b>
<b>4</b>	<b>СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....</b>	<b>4</b>
<b>5</b>	<b>ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ .....</b>	<b>5</b>
<b>6</b>	<b>УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ.....</b>	<b>5</b>
<b>7</b>	<b>ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ .....</b>	<b>5</b>
<b>8</b>	<b>ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ .....</b>	<b>5</b>
	8.1 Внешний осмотр .....	5
	8.2 Опробование .....	5
	8.3 Проверка метрологических характеристик .....	6
<b>9</b>	<b>ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....</b>	<b>7</b>
	<b>ПРИЛОЖЕНИЕ А (ОБЯЗАТЕЛЬНОЕ) ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ.....</b>	<b>8</b>

Дата введения в действие: октябрь 2018 г.

## 1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные последовательного типа S6 JAGUAR, выпускаемые фирмой «BRUKER AXS GmbH», Германия, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка спектрометра должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

Интервал между поверками – 1 год.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

Приказ Минтруда России от 24.07.2013 N 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке».

## 3 Операции поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3	да	да
3.1 Проверка чувствительности	8.3.1	да	да
3.2 Проверка относительного СКО выходного сигнала	8.3.2	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций проводится настройка спектрометра в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, спектрометр бракуется.

## 4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- стандартный образец стали легированной ГСО 8876-2007 (индекс ЛГ 58) (интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,039 % до 23,4 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при  $P=0,95$  от  $\pm 0,0018$  % до  $\pm 0,3$  %);
- термогигрометр CENTER, (10 - 100) %;  $\Delta = \pm 3$  %; (10 - 30) °C;  $\Delta = \pm 0,7$  °C.

4.2 Допускается применение других средств измерений и стандартных образцов утвержденных типов с метрологическими характеристиками не хуже приведенных в 4.1.

## **5 Требования безопасности**

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 N 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

## **6 Условия поверки**

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 17 до 25
- относительная влажность воздуха, % не более 80

6.2 Спектрометр устанавливается вдали от источников магнитных и электрических полей. Спектрометр должен находиться на ровной и устойчивой поверхности, без возможности тряски; необходимо соблюдать дистанцию между задней панелью спектрометра и стеной в соответствии с РЭ.

## **7 Подготовка к поверке**

7.1 Спектрометр подготовить к работе в соответствии с РЭ.

7.2 Стандартный образец, используемый при поверке, подготовить в соответствии с его инструкцией по применению.

## **8 Проведение поверки**

### **8.1 Внешний осмотр**

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

### **8.2 Опробование**

8.2.1 Опробование спектрометра происходит в автоматическом режиме. Включить питание спектрометра. После включения питания происходит автоматическое тестирование спектрометра. В случае успешного прохождения тестирования на дисплее появляется стандартное окно программного обеспечения спектрометра. В случае, если спектрометр не прошел тестирование, на дисплее появляется сообщение об ошибке.

### **8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО спектрометра.**

Проверка соответствия ПО заключается в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения. Для проверки номера версии ПО в главном окне программы открыть меню «Справка (Help)» и выбрать меню «О программе (About)». В результате чего откроется окно, в котором приведены наименование ПО и номер версии ПО. Копия экрана приведена на рисунке 1.

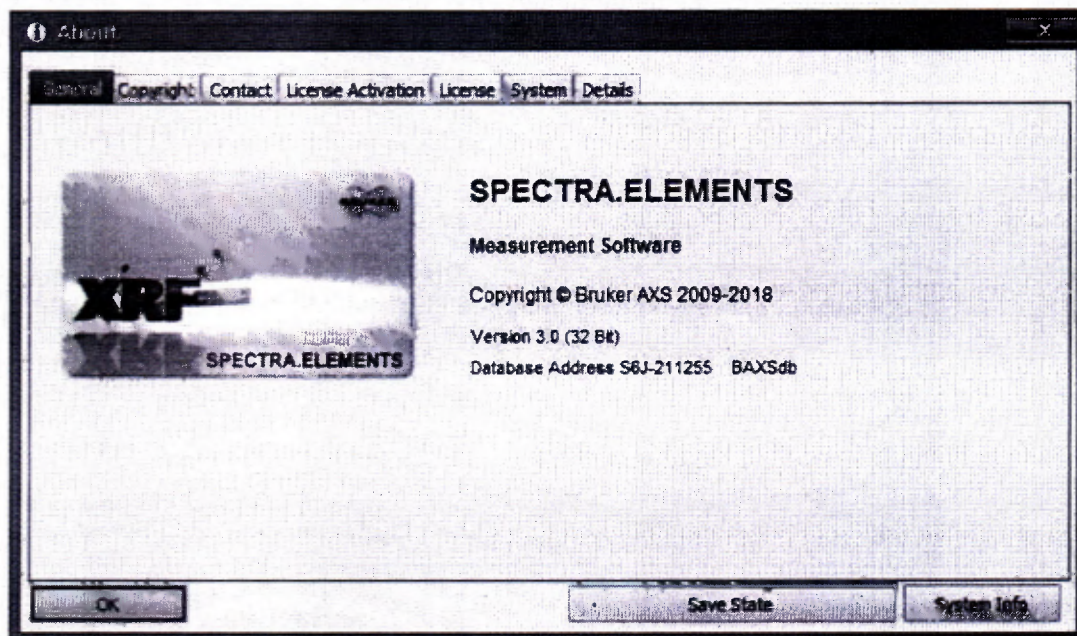


Рисунок 1 – Окно с наименованием ПО и номером версии ПО.

Спектрометр считается выдержавшим проверку ПО, если номер версии ПО не ниже 3.0. Версия ПО может иметь дополнительные цифровые и/или буквенные суффиксы.

### 8.3 Проверка метрологических характеристик

#### 8.3.1 Проверка чувствительности

8.3.1.1 Проверку чувствительности спектрометра провести с использованием стандартного образца утвержденного типа согласно п.4.1 (далее - ГСО). Установить на измерительную позицию спектрометра ГСО.

8.3.1.2 Выбрать из списка аналитическую программу POVERKA (Поверка) и запустить измерение (выходные параметры на высоковольтном генераторе: 8 мА, 50 кВ, время накопления выходного сигнала не менее 30 с на элемент). В результате выполнения программы будет измерен выходной сигнал спектрометра (скорость счета) для элементов Cu и Cr (на линии K $\alpha$ ). Провести 10 измерений выходного сигнала спектрометра для каждого элемента.

8.3.1.3 Рассчитывают чувствительность для элементов Cu и Cr, K $\alpha$ , кимп/(с·мА·%), по формуле

$$K_{ai} = \frac{\bar{Y}_i}{A_i}, \quad (1)$$

где  $A_i$  - аттестованное значение массовой доли  $i$ -го элемента, приведенная в паспорте ГСО, %;

$\bar{Y}_i$  - среднее арифметическое значение интенсивности сигнала спектрометра для  $i$ -го элемента, кимп/(с·мА), которое вычисляется по формуле

$$\bar{Y}_i = \frac{\sum_{j=1}^n Y_{ij}}{n}, \quad (2)$$

где  $Y_{ij}$  -  $j$ -й результат измерений интенсивности для  $i$ -го элемента, кимп/(с·мА);  
 $n$  - число измерений.

8.3.1.4. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п. 8.3.1, если чувствительность по линии Ка для элементов Си и Сг соответствует требованиям, приведенным в таблице 2.

### 8.3.2 Проверка относительного СКО выходного сигнала

8.3.2.1 По полученным данным в п. 8.3.1 вычислить значение относительного СКО выходного сигнала,  $S_r$ , %, для элементов Си и Сг по формуле

$$S_{ri} = \frac{S_i}{\bar{Y}_i} \cdot 100, \quad (3)$$

где  $S_i$  - стандартное отклонение выходного сигнала спектрометра  $i$ -го элемента, которое вычисляется по формуле

$$S_i = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (Y_{ij} - \bar{Y}_i)^2}{n-1}}. \quad (4)$$

8.3.2.2. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.8.3.2, если значения относительного СКО выходного сигнала для элементов Си и Сг соответствуют требованиям, приведенным в таблице 2.

Таблица 2 – Метрологические характеристики

Наименование характеристик	Значение
Чувствительность, кимп/(с·мА·%), не менее	
- Си (на линии Ка)	0,4
- Сг (на линии Ка)	1,0
Предел допускаемого относительного СКО выходного сигнала, %:	
- Си (на линии Ка)	1,0
- Сг (на линии Ка)	0,8

## 9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения А.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке и на спектрометр в соответствии с рисунком общего вида, приведенным в описании типа.

9.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство, гасят клеймо и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815.

И.о. зав. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ», к.х.н.



Е.П. Собина

**ПРИЛОЖЕНИЕ А**  
**(рекомендуемое)**  
**ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ**  
**ПРОТОКОЛ № \_\_\_\_\_ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ**

Спектрометр рентгенофлуоресцентный последовательного типа S6 JAGUAR, зав № \_\_\_\_\_

Документ на поверку: МП 75-251-2018 «ГСИ. Спектрометры рентгенофлуоресцентные последовательного типа S6 JAGUAR. Методика поверки».

**Информация об использованных средствах поверки:**

**Условия проведения поверки:**

- температура окружающего воздуха, °C \_\_\_\_\_

- относительная влажность воздуха, % \_\_\_\_\_

Результаты внешнего осмотра \_\_\_\_\_

Результаты опробования \_\_\_\_\_

**Проверка метрологических характеристик**

Таблица А.1 - Проверка чувствительности спектрометра

Элемент (I, мА)	Аттестованное значение массовой доли элемента в ГСО, %	Результаты измерений выходного сигнала, кимп/(с·мА)	Чувствительность, кимп/(с·мА·%)
Cu (8 мА)			
Cr (8 мА)			



Таблица А.2 - Проверка относительного СКО выходного сигнала

Элемент	Аттестованное значение массовой доли элемента в ГСО, %	Результаты измерений выходного сигнала, кимп/(с·мА)	Значение относительного СКО выходного сигнала, %
Cu (8 мА)			
Cr (8 мА)			

Результат проведения поверки: \_\_\_\_\_

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ г, № \_\_\_\_\_

Поверитель \_\_\_\_\_

Подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку \_\_\_\_\_