



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РЕГИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР СТАНДАРТИЗАЦИИ,
МЕТРОЛОГИИ И ИСПЫТАНИЙ В Г. МОСКВЕ И МОСКОВСКОЙ ОБЛАСТИ»
(ФБУ «РОСТЕСТ-МОСКВА»)**

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель генерального директора
ФБУ «Ростест-Москва»



А.Д. Меньшиков

М.п.

«27» декабря 2019г.

Государственная система обеспечения единства измерений

СПЕКТРОМЕТРЫ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ ARL 9900

Методика поверки

РТ-МП-6498-448-2019

г. Москва
2019 г.

1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные ARL 9900, (далее – спектрометры), изготовленные Thermo Fisher Scientific (Ecublens) SARL, Швейцария, производственные площадки:

- Thermo Fisher Scientific (Ecublens) SARL, Швейцария;
 - Thermo Fisher Scientific Brno s.r.o., Чешская Республика,
- и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.
Интервал между поверками 1 год.

2 Операции поверки

2.1. При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	№ пункта документа по поверке	Обязательность проведения операции при поверке	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	6.1	да	да
Опробование и проверка идентификационных данных ПО	6.2	да	да
Определение чувствительности для элементов вольфрам, никель, марганец, и относительного среднеквадратического отклонения (ОСКО) выходного сигнала	6.3	да	да

2.2 При получении отрицательного результата в процессе выполнения любой из операций поверки спектрометр признают непригодным и его поверку прекращают.

3. Средства поверки

3.1. При проведении поверки спектрометров применяются следующие средства поверки:

- стандартные образцы сталей углеродистых и легированных типов 13X, 55C2, 05кп, 38X2MЮА, 60C2, 38X2H2МА, 36X2H2МФА, 30XH2МФА, Св-08ХГ2С, 30 и В2Ф (комплект ИСО УГ0к- ИСО УГ9к), (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде ГСО 10504-2014).

3.2. Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого спектрометра с требуемой точностью.

4. Требования безопасности

При проведении поверки спектрометров должны соблюдаться требования безопасности согласно эксплуатационной документации, а также правила техники безопасности, принятые на предприятии, эксплуатирующем спектрометр.

Для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие операторов, обслуживающих спектрометры (под контролем поверителя).

5 Условия поверки

5.1 Поверка спектрометров должна производиться при следующих внешних условиях:

- температура окружающей среды от +18 до +28 °С;
- относительная влажность, не более 85 %.

5.2 Не допускается попадание на спектрометр прямых солнечных лучей.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- отсутствие механических повреждений корпуса и органов управления;
- наличие маркировки (наименование или товарный знак завода-изготовителя, тип и заводской номер прибора).

6.2 Опробование и проверка идентификационных данных ПО

6.2.1 Для опробования спектрометры включают и подготавливают к работе в соответствии с указаниями Руководства по эксплуатации.

Для опробования взять любой стандартный образец из перечисленных в п.3. Провести пробное измерение образца.

При опробовании должно быть установлено:

- работоспособность;
- правильность отработки аварийных сообщений при проведении измерений, (при попытке проведения измерения без образца, прибор должен выдавать сообщение о невозможности проведения анализа без образца);

Результат опробования считается положительным, если измерения выполняются без сбоев.

6.2.2 Провести идентификацию программного обеспечения.

Проверяется название программного обеспечения и номер версии ПО при включении спектрометра.

Результат считается положительным, если наименование программного обеспечения и номер версии соответствуют данным, приведенным в описании типа средства измерений.

6.3 Определение чувствительности для элементов вольфрам, никель, марганец и относительного среднеквадратического отклонения (ОСКО) выходного сигнала

6.3.1 Установить в одну из ячеек податчика образцов спектрометра стандартный образец из комплекта ГСО, указанных в п. 3, с содержанием массовой доли элементов вольфрам, никель, марганец в диапазоне (0,15..0,7)%.

6.3.2 Создать аналитическую программу (метод) измерений скорости счета (N) на линиях W $L\alpha_1$, Ni $K\alpha$ и Mn $K\alpha$ с условиями измерений, указанными в таблице 2.

Таблица 2- Условия измерений

Параметр	Значение параметра
U, kV	50
I, mA	30
Время регистрации, с	60
Кристалл-анализатор	LiF200
Среда анализа	Вакуум

6.3.3 Провести 10 измерений скоростей счёта на каждой аналитической линии (W $L\alpha_1$, Mn $K\alpha$, Ni $K\alpha$) стандартного образца из комплекта ГСО, указанных в таблице 1 и записать из окна ПО или рассчитать чувствительность (S) по формуле:

$$S=N_{cp}/I, \quad (1)$$

где I – ток трубки, мА;

N_{cp} – средняя скорость счета кимп/с,

$$N_{cp}=\sum_1^j N_j/10, \quad (2)$$

где j – число измерений;

N_j – скорость счета при j -ом измерении,

6.3.4 Спектрометр считается прошедшим поверку по п. 6.3.3, если полученные значения чувствительности не менее значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3 – Чувствительность по контрольным элементам

№п.п.	Аналитическая линия	Чувствительность по контрольным элементам кимп/с·мА ⁻¹ , не менее
1	W $L\alpha_1$	0,002
2	Ni $K\alpha$	0,005
3	Mn $K\alpha$	0,015

6.3.5 В случае наличия в приборе каналов-монокроматоров для иных элементов (при отсутствии гониометра) и/или отсутствия необходимых в конфигурации прибора указанных в табл.3 элементов, кристаллов-спектрометров и/или использования иного комплекта ГСО допускается выбор других элементов (3 элемента или, при невозможности, менее, но не менее 1 элемента). Чувствительность в этом случае не должна быть менее 0,001 кимп/с·мА⁻¹ для элементов с $Z > 12$.

6.3.6 Провести 10 измерений скоростей счёта на каждой аналитической линии (W $L\alpha_1$, Mn $K\alpha$, Ni $K\alpha$) стандартного образца из комплекта ГСО, указанных в п. 3.

6.3.7 Относительное СКО выходного сигнала, выраженное в процентах, определяется на основе данных, полученных в п 6.3.3 по формуле:

$$CKO_r = \frac{\sqrt{\left[\sum_1^n (N_i - N_{cp})^2\right]/(n-1)}}{N_{cp}} \times 100, \% \quad (3)$$

где N_{cp} - среднее значение скорости счета на аналитической линии контрольного элемента,

N_j – скорость счета при j -ом измерении,

$n = 10$ (число измерений).

6.3.8 Спектрометр считается прошедшим поверку по п.6.3.7, если значение относительного СКО выходного сигнала (скорости счета) на каждой аналитической линии не превышает 1,0 %.

7 Оформление результатов поверки

7.1 При положительных результатах поверки спектрометр признается годным к применению, и на него выдается свидетельство о поверке в соответствии с действующими правовыми нормативными документами.

Знак поверки в виде оттиска поверительного клейма наносится на свидетельство о поверке.

7.2 Спектрометр, не удовлетворяющий хотя бы одному из требований п.п.6.1 - 6.3 настоящей методики, признается непригодным. Отрицательные результаты поверки оформляются выдачей извещения о непригодности с указанием причин

Начальник лаборатории №448
ФБУ «Ростест – Москва»



А.Г. Дубинчик

Инженер по метрологии
II категории лаб. 448
ФБУ «Ростест – Москва»



М. С. Петрунин