

**Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»**

УТВЕРЖДАЮ

И.о. директора ФГУП
«ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

А.Н. Пронин

М.п. «26» ноября 2018 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

**Спектрометры рентгенофлуоресцентные
энергодисперсионные РЕАН-М**

**Методика поверки
МП-242-2280-2018**

Заместитель руководителя отдела
ФГУП "ВНИИМ им. Д. И. Менделеева"

A handwritten signature in blue ink, appearing to be "А.В. Колобова".

А.В. Колобова

Инженер
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

A handwritten signature in blue ink, appearing to be "Л.А. Ерофеевская".

Л.А. Ерофеевская

г. Санкт-Петербург
2018

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные энергодисперсионные РЕАН-М (далее — спектрометры) и устанавливает методы и средства их поверки.

Спектрометры подлежат периодической поверке в эксплуатации и первичной до ввода в эксплуатацию и после ремонта. Интервал между поверками- 1 год.

1. Операции поверки

1.1 При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в табл.1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта	Проведение операции при поверке	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	6.1	Да	Да
Опробование	6.2		
- подтверждение соответствия ПО		Да	Да
Определение метрологических характеристик	6.3		
- определение контрастности и энергетического разрешения		Да	Да ¹⁾
- определение относительного СКО выходного сигнала		Да	Да ¹⁾
Определение метрологических характеристик по НД на методики (методы) измерений	—	Нет	Да ²⁾
Примечания:			
1) При отсутствии НД на методику (метод) измерений по ГОСТ 8.563-2009.			
2) При наличии НД на методику (метод) измерений по ГОСТ 8.563-2009.			

2. Средства поверки

2.1 Средства поверки указаны в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

№ п/п	Номер пункта МП	Наименование, тип, марка эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки.	Номер ГСО, ГОСТ, ТУ или основные технические и (или) метрологические характеристики
1.	6.3.	Стандартные образцы сталей легированных с диапазоном аттестованных значений массовых долей элементов: - Ni от 15 % до 35 % - Cr от 15 % до 35 % - Si от 0,5 % до 2 %	Например, ГСО 8876-2007 (индекс ЛГ-64)
2.	4.1	Термогигрометр электронный (зарегистрированный в Федеральном информационном фонде по ОЕИ)	Диапазон измерений отн. влажности от 10 до 100 %; абсл. погрешность не более 3,0 % Диапазон измерений температуры от +10 до +40 °С; абсл. погрешность не более 0,5 °С.

2.2. При проведении поверки допускается использовать другие аналогичные ГСО, вспомогательные средства поверки и средства измерений с метрологическими характеристиками не хуже вышеприведенных.

3. Требования к квалификации поверителей

3.1. К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие Руководство по эксплуатации спектрометра (далее — РЭ) и методику поверки. Для снятия данных при поверке допускается участие операторов, обслуживающих спектрометр (под контролем поверителя).

4. Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

4.1. Температура окружающего воздуха от +18 до +25°С.

4.2. Относительная влажность окружающего воздуха (при 25°С) до 80%.

5. Подготовка к поверке

5.1. Установка и подготовка спектрометра к поверке, включение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с эксплуатационной документацией.

6. Проведение поверки

6.1. Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- отсутствие механических повреждений корпуса
- четкость маркировки.

6.2. Опробование

6.2.1 Подтверждение соответствия программного обеспечения (ПО).

6.2.1.1 Определение номера версии (идентификационного номера) встроенного программного обеспечения.

Определение осуществляется следующим образом:

После запуска программы «R2 Analytica» выбрать пункт меню О ПРОГРАММЕ. На экран будет выведена информация о ПО. Версия прошивки должна быть не ниже 3.0.1, а версия ПО должна быть не ниже 2.0.0.0 Копия экрана приведена на рисунке 1.



Рис. 1 – Окно с идентификационными данными ПО «R2 Analytica» и встроенного ПО.

Спектрометр считается выдержавшим поверку по п. 6.2.1.1, если номера версий ПО соответствуют номерам, указанным в разделе «Программное обеспечение» описания типа или выше (см. таблицу 3).

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
Идентификационное наименование ПО	Встроенное ПО спектрометров рентгенофлуоресцентных энергодисперсионных РЕАН-М	R2 Analytica
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 3.0.1	не ниже 2.0.0.0

6.3. Определение метрологических характеристик

6.3.1. Определение контрастности и энергетического разрешения.

6.3.1.1. Определение контрастности на воздухе для $\text{CrK}\alpha$ (5.41 кэВ), $\text{NiK}\alpha$ (7.47 кэВ) и энергетического разрешения на линии $\text{FeK}\alpha$ (6,4 кэВ).

Выберите команду **Файл > Поверка**. Откроется окно **Поверка**

Нажмите кнопку «Запустить» под надписью: «Определение контрастности» напротив полей Cr Ka и Ni Ka и «Воздух».

Поверка

Определение контрастности

Воздух

Запустить Cr Ka: 292 Ni Ka: 143 12.11.2018

Вакуум

Запустить Si Ka: 6 12.11.2018

Гелий

Запустить Si Ka: 5 12.11.2018

Определение среднеквадратического отклонения

Запустить Основная аппаратурная погрешность, среднеквадратическое отклонение, %: 0.27 12.11.2018

Энергетическое разрешение

Энергетическое разрешение на линии Fe, эВ: 148 12.11.2018

Рис. 2 – Окно «Поверка» ПО «R2 Analytica».

Программа попросит вставить кювету с поверочным образцом в первую кювету.

Поверка

Установите в первую кювету поверочный образец

OK

Рис. 3 – Сообщение ПО «R2 Analytica».

Установив образец, нажмите «ОК». Автоматический сменщик образцов установит кювету с образцом в область измерения, начнется измерение. В случае если включен ручной режим работы, программа дополнительно попросит установить образец в область измерения вручную.

После измерения программа впишет в окна результаты расчётов и дату проведения поверки.

Автоматически при проведении данного измерения будет рассчитано энергетическое разрешение на линии FeK α (6.4 кэВ).

Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.3.1.1, если контрастность для CrK α (5.41 кэВ) не менее 110, для NiK α (7.47 кэВ) не менее 50, а энергетическое разрешение на линии FeK α (6.4 кэВ) не превышает 155 эВ.

6.3.1.2. Определение контрастности в вакууме (гелии) для SiK α (1,74 кэВ).¹

Нажмите кнопку «Запустить» под надписью: «Определение контрастности» напротив полей Si K α и «Вакуум» («Гелий») (см. Рис. 2).

Программа попросит вставить кювету с поверочным образцом в первую кювету (См. Рис. 3).

Установив образец, нажмите «ОК». Автоматический сменщик образцов установит кювету с образцом в область измерения, начнется измерение. В случае если включен ручной режим работы, программа дополнительно попросит установить образец в область измерения вручную.

После измерения программа впишет в окна результаты расчётов и дату проведения поверки.

Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.3.1.2, если контрастность для SiK α (1.74 кэВ) не менее 2.

6.3.2. Определение относительного среднеквадратичного отклонения выходного сигнала.

Нажмите кнопку «Запустить» под надписью: «Определение среднеквадратичного отклонения» (СКО) (см. Рис. 2).

Программа попросит вставить кювету с поверочным образцом в первую кювету (см. Рис. 3).

Установив образец, нажмите «ОК». Автоматический сменщик образцов установит кювету с образцом в область измерения, начнется измерение. В случае если включен ручной режим работы, программа дополнительно попросит установить образец в область измерения вручную.

После измерения программа впишет в окна результаты расчётов и дату проведения поверки.

Спектрометр считается выдержавшим поверку по п. 6.3.2, если значение относительного СКО не превышает 0,3 %.

¹ Поверка по данному пункту проводится только для спектрометров, которые опционально снабжены системой вакуумирования и/или гелиевой продувки камеры для образцов

7. Оформление результатов поверки

7.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку.

7.2. Спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годным и на него оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

На оборотной стороне свидетельства приводится следующая информация:

- результаты опробования и внешнего осмотра;
- результат проверки соответствия ПО;
- результаты определения метрологических характеристик.

7.3. Спектрометр, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на него выдается извещение о непригодности.

7.4. Знак поверки наносится на заднюю панель спектрометра и (или) на свидетельство о поверке.