

**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

2022 г.

«ГСИ. Анализаторы рентгенофлуоресцентные ВА 100. Методика поверки» МП 061.Д4-18 с изменением № 1

Екатеринбург
2022

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 научный сотрудник лаб. 221 Васильев А.С.
- 3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2022 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.....	7
7 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ	8
8 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ	8
9 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ	8
10 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ.....	8
11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ	8
12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	9

Дата введения в действие:

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на Анализаторы рентгенофлуоресцентные ВА 100 (далее – анализаторы), выпускаемые «BOWMAN ANALYTICS INC.». 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 должна обеспечиваться прослеживаемость анализаторов по толщине покрытия к ГЭТ 2-2021 Государственному первичному эталону единицы длины – метра в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 29.12.2018 № 2840 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений длины в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до 100 м и длин волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм» и ГЭТ 168-2015 Государственному первичному эталону единиц поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 28.09.2018 № 2089 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях». При проведении поверки прослеживаемость анализатора по массовой доле элементов обеспечивается к ГЭТ 3-2020 «Государственный первичный эталон единицы массы (килограмм)» посредством применения стандартных образцов утвержденных типов, метрологические характеристики которых определены методом межлабораторного эксперимента с использованием аттестованных методик измерений, предусматривающих применение поверенных весов, прослеживаемых к ГЭТ 3-2020 в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы».

Метод, обеспечивающий реализацию методики измерений: прямое измерение величины, воспроизводимой мерой или стандартным образцом.

1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов с диапазонами измерений (ДИ), указанными в таблице 1, используемых в качестве средств измерений в соответствии с государственными поверочными схемами, приведенными в разделе 2 настоящей методики поверки. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значение
Диапазон показаний толщины покрытия, мкм	от 0,001 до 110,0
Диапазон измерения толщины покрытия, мкм	от 0,6 до 22,0
Пределы допускаемой относительной погрешности измерения толщины покрытия ¹⁾ , %	± 5
Диапазон измерений массовой доли элементов, %	от 0,01 до 100,00
Пределы допускаемой относительной погрешности измерения массовой доли элементов, %, в поддиапазонах: - от 0,01 до 1,00 включ. - св. 1,00 до 100,00	± 5 ± 2

¹⁾ для однослоиных образцов

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- ГОСТ 12.2.007.0-75 ССБТ. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности;
- Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510 Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке;
- Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 N 903н Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок;
- Приказ Росстандарта Российской Федерации от 28.09.2018 № 2089 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений поверхности и массовой доли элементов в покрытиях»;
- Приказ Росстандарта Российской Федерации от 29.12.2018 N 2840 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений длины в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до 100 м и длин волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм»;
- Приказ Росстандарта Российской Федерации 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);
- 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 Определение диапазона измерений и относительной погрешности при измерении толщины покрытия	да	да	11.1
4.2 Определение диапазона измерений и относительной погрешности при измерении массовой доли элементов	да	да	11.2

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций проводится настройка анализатора 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, анализатор бракуется.

3.3 Допускается проведение поверки для меньшего числа величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений в соответствии с заявлением владельца анализатора 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

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +10 до +40
 - атмосферное давление, кПа от 94 до 106
 - относительная влажность, %, не более 98

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 работающих 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	Средство измерений температуры, относительной влажности и атмосферного давления с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 4	Термогигрометр ИВА-6А-КП-Д, рег. № 46434-11
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Диапазон измерения толщины покрытия от 0,6 до 22,0 мкм, относительная погрешность $\pm 5\%$	Меры толщины покрытий МП на МО, МП на МТО, НТП на МО, НТП на НТО, ИТП, МП на МО, рег. № 54008-13; ГСО 11092-2018/ГСО 11105-2018 СО поверхностной плотности и толщины никелевого покрытия на дюралюминии (НАБОР СО УНИИМ ППТ-1-Н)
	Диапазон измерений массовой доли элементов от 0,01 до 1,00 % включ., относительная погрешность $\pm 1,7\%$	ГСО 8456-2003 СО сталей легированных типов 12Х25Н16Г7АР, 10Х14АГ15, 40Х15Н7Г7Ф2МС, 10Х14Г14Н4Т, 08Х18Г8Н2Т (комплект СО РГ19 - РГ23);
	Диапазон измерений массовой доли элементов св. 1,00 до 100,00 %, относительная погрешность $\pm 0,7\%$	ГСО 8456-2003 СО сталей легированных типов 12Х25Н16Г7АР, 10Х14АГ15, 40Х15Н7Г7Ф2МС, 10Х14Г14Н4Т, 08Х18Г8Н2Т (комплект СО РГ19 - РГ23); ГСО 8050-94 СО состава сплава медно-никелевого типа МН95-5 (M2013x)

6.2 Эталоны, применяемые для поверки, должны быть поверены (аттестованы), средства измерений – поверены, ГСО 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 в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы», приказом Росстандарта Российской Федерации от 28.09.2018 № 2089 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях» и приказом Росстандарта Российской Федерации от 29.12.2018 N 2840 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений длины в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до 100 м и длин волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм».

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:

- соответствие внешнего вида сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ, и наличие предусмотренных пломб;
- 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 Выдерживают анализатор и ГСО не менее 2 ч при температуре, указанной в 4.1.

9.4 При опробовании проверяют работоспособность анализатора.

9.4.1 Работоспособность проверяют путем отображения наименования модели на экране анализатора.

9.4.2 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;

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

11.1 Определение диапазона измерений и относительной погрешности при измерении толщины покрытия

11.1.1 Подготовить анализатор к работе в соответствии с руководством по эксплуатации «Анализаторы рентгенофлуоресцентные ВА 100» (РЭ).

11.1.2 Провести измерения толщины покрытия мер и стандартных образцов, указанных в таблице 3.

11.1.3 Рассчитать среднее арифметическое значение толщины покрытия, мкм по формуле

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

где L_i – i -й результат измерения толщины покрытия, мкм;
 n – количество измерений.

11.1.4 Рассчитать относительную погрешность измерения толщины покрытия, %, по формуле

$$\delta_L = \frac{\bar{L} - L_{AT}}{L_{AT}} \cdot 100, \quad (2)$$

где L_{AT} – действительное значение толщины покрытия из свидетельства о поверке меры или аттестованное значение из паспорта стандартного образца, мкм.

11.1.5 Результаты считают положительными, если рассчитанные значения относительной погрешности при измерении толщины покрытия всех измеренных мер и стандартных образцов удовлетворяют требованиям таблицы 1.

11.2 Определение диапазона измерений и относительной погрешности при измерении массовой доли элементов.

11.2.1 Создать или открыть измерительное приложение в ПО анализатора, полностью соответствующее измеряемым образцам, при необходимости провести настройку анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации.

11.2.2 Провести измерения массовой доли элементов в стандартных образцах, указанных в таблице 3.

11.2.3 Рассчитать среднее арифметическое значение массовой доли j -го элемента, %, по формуле

$$\bar{\omega}_j = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \omega_{ij}, \quad (3)$$

где ω_{ij} – i -й результат измерения массовой доли j -го элемента, %;
 n – количество измерений.

11.2.4 Рассчитать относительную погрешность измерения массовой доли, %, j -го элемента по формуле

$$\delta_{\omega_j} = \frac{\bar{\omega}_j - \omega_{ATj}}{\omega_{ATj}} \cdot 100, \quad (4)$$

где ω_{ATj} – аттестованное значение массовой доли j -го элемента из паспорта стандартного образца, %.

11.2.5 Результаты считают положительными, если рассчитанные значения относительной погрешности при измерении массовой доли всех измеренных элементов удовлетворяют требованиям таблицы 1.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы.

12.2 При положительных результатах поверки средство измерений признают пригодным к применению. Знак поверки наносят в свидетельство о поверке.

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

12.4 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.

Научный сотрудник лаборатории 221
УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

А.С. Васильев