

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

ФГУП «ВНИИМ 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

2024 г.

**«ГСИ. Анализаторы рентгенофлуоресцентные INSIGHT.
Методика поверки»**

**МП 104-221-2023
с изменением № 1**

Екатеринбург
2024

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА: Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им.Д.И.Менделеева» (УНИИМ – филиалом ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»)

2 ИСПОЛНИТЕЛЬ: старший инженер лаб. 221 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» Соколова Е.В.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»
26.06.2024

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	6
7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки ...	7
8 Внешний осмотр средства измерений	7
9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	7
10 Проверка программного обеспечения средства измерений	8
11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтвер- ждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	8
12 Оформление результатов поверки	9

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы рентгенофлуоресцентные INSIGHT (далее – анализаторы), выпускаемые LANScientific Co., Ltd, Китай, и устанавливает методы и средства их первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверок. Поверка анализаторов должна проводиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализаторов по толщине покрытий к государственному первичному эталону ГЭТ 168 «Государственный первичный эталон единиц поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях» в соответствии с приказом Росстандарта от 28.09.2018 № 2089 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях» методом прямых измерений с помощью стандартных образцов (СО) утверждённых типов, значение толщины покрытия которых получено методом косвенных измерений на основании воспроизведённых ГЭТ 168 значений поверхностной плотности покрытия, а также справочного значения плотности материала покрытия.

1.3 При проведении поверки обеспечивается прослеживаемость анализаторов к государственному первичному эталону ГЭТ 176 «Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии с Приказом Росстандарта от 19.02.2021 № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах» и приказом Росстандарта от 17.05.2021 № 761 «О внесении изменений в Приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах».

1.4 В настоящей методике реализована поверка методом прямых измерений. Метод, обеспечивающий реализацию методики измерений: прямое измерение величины, воспроизводимой СО утверждённого типа.

1.5 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, используемых в качестве средств измерений в соответствии с государственными поверочными схемами, приведёнными в разделе 2 настоящей методики поверки.

В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведённые в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений толщины покрытий, мкм	от 0,09 до 36
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений толщины покрытий*, %, в поддиапазонах: – от 0,09 до 1,1 мкм включ. – св. 1,1 до 23 мкм включ. – св. 23 до 36 мкм включ.	± 10 ± 5 ± 10
Диапазон измерений массовой доли элементов, %	от 0,99 до 100
Чувствительность**, усл.ед./%, не менее	500
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала**, %	1,5
* – для однослойных покрытий;	
** – значение нормировано для ГСО 11036-2018 с массовой долей железа от 0,90 % до 1,10 % в борной кислоте.	

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Росстандарта от 19.02.2021 № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах».

Приказ Росстандарта от 17.05.2021 № 761 «О внесении изменений в Приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах».

Приказ Росстандарта от 28.09.2018 № 2089 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях».

Приказ Минтруда России от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке ГОСТ 12.2.007.0-75 ССБТ. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

Примечание – При пользовании настоящей методикой поверки 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 заменён (изменён), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (изменённым) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Перечень операций поверки

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

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Проверка программного обеспечения (ПО)	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений (СИ) и подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям	да	да	11

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций по 3.1 настоящей методики поверка прекращается, анализатор признают непригодным к применению и оформляют результаты поверки в соответствии с разделом 12 настоящей методики поверки.

3.3 Допускается проведение периодической поверки для меньшего числа измеряемых величин и на меньшем числе поддиапазонов измерений в соответствии с заявлением владельца анализатора с обязательным указанием информации об объёме проведённой поверки в соответствии с порядком, действующим на момент проведения поверки.

3.3 (Изменённая редакция, Изм. № 1)

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C от 15 до 25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке анализаторов допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие настоящую методику поверки, РЭ на поверяемые анализаторы и эксплуатационную документацию на средства поверки и работающие в организации, аккредитованной на право поверки физико-химических средств измерений.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки и вспомогательное оборудование, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки и вспомогательное оборудование

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Подготовка к поверке и опробование СИ (Раздел 9)	Средство измерений температуры и относительной влажности с диапазонами измерений, охватывающими условия по разделу 4 настоящей методики (с погрешностями в пределах $\pm 0,2$ °C, ± 3 %)	Термогигрометр автономный ИВА-6А-Д2, рег. № 82393-21
Определение метрологических характеристик СИ и подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям (Раздел 11, пункт 11.1)	Стандартные образцы толщины покрытий, аттестованные значения толщины однослойных покрытий от 0,09 до 1,1 мкм, относительная погрешность аттестованных значений $\pm 2,5$ % при $P=0,95$	ГСО 9937-2011
	Стандартные образцы толщины покрытий, аттестованные значения толщины однослойных покрытий от 1,1 до 23 мкм, относительная погрешность аттестованных значений $\pm 2,5$ % при $P=0,95$	ГСО 11092-2018/ГСО 11105-2018 (набор СО УНИИМ ППТ-1-Н)
	Стандартные образцы толщины покрытий, аттестованные значения толщины однослойных покрытий от 23 до 36 мкм, относительная погрешность аттестованных значений $\pm 2,5$ % при $P=0,95$	

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Определение метрологических характеристик СИ и подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям (Раздел 11, пункты 11.2, 11.3)	Стандартные образцы имитаторы с массовой долей железа от 0,9 % до 1,1 % и относительной погрешностью, находящейся в интервале ± 5 % при $P=0,95$	ГСО 11036-2018

6.2 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены (сведения о поверке должны быть внесены в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений), СО утверждённого типа должны иметь действующие паспорта.

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки с метрологическими характеристиками, обеспечивающими требуемую точность передачи единиц величин поверяемому СИ согласно соответствующей государственной поверочной схеме.

6.3 (Изменённая редакция, Изм. № 1)

6.4 При выборе средств поверки предпочтительным является использование СО утверждённого 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 анализаторов должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н, требования ГОСТ 12.2.007.0-75, требования безопасности согласно эксплуатационной документации на анализатор, а также правила техники безопасности, принятые на предприятии, эксплуатирующем анализатор.

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

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида сведениям, приведённым в описании типа;
- наличие эксплуатационной документации;
- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора;
- соответствие комплектности, приведённой в описании типа;
- чёткость обозначений и маркировки с указанием типа, серийного номера и года выпуска анализатора.

8.2 Результаты внешнего осмотра считают положительными, если выполняются требования, указанные в 8.1 настоящей методики.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 С помощью СИ, указанных в таблице 3, проверяют соответствие условий поверки требованиям пункта 4.1 настоящей методики.

9.2 Перед проведением поверки выполняют подготовительные работы, указанные в РЭ на анализаторы и в эксплуатационных документах на средства поверки.

9.3 При опробовании проверяют правильность функционирования анализатора в соответствии с РЭ. Работоспособность проверяют путём отображения наименования модели на дисплее анализатора.

9.4 Результат опробования считают положительным, если при включении анализатора отсутствует информация об отказах (коды ошибок).

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

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

1) проводят визуализацию идентификационных данных ПО анализатора (номер версии) в меню анализатора;

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

10.2 Результаты подтверждения соответствия встроенного ПО считают положительными, если номер версии соответствует указанному в описании типа анализатора, приведённому в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

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

11.1 Проверка диапазона измерений толщины покрытий и определение относительной погрешности измерений толщины покрытий

11.1.1 Анализатор подготавливают к работе в соответствии с РЭ.

11.1.2 Проводят измерения толщины покрытий стандартных образцов (СО) не менее чем в двух точках, соответствующих началу и концу поддиапазона измерений толщины покрытий. Измерения проводят не менее чем в трёх точках, равномерно распределённых по рабочей площади каждого СО. В качестве результата измерений толщины покрытий в каждой точке СО принимают среднее арифметическое значение трёх показаний толщины покрытий в соответствии с РЭ анализатора. Время регистрации одного показания не менее 40 с.

11.1.3 Рассчитывают относительную погрешность измерения толщины покрытия i -го СО, %, по формуле

$$\delta_{Li} = \frac{\overline{L_{ij}} - L_{ATi}}{L_{ATi}} \cdot 100, \quad (1)$$

где L_{ATi} – аттестованное значение i -го СО, мкм;

$\overline{L_{ij}}$ – среднее арифметическое значение толщины покрытия i -го СО, мкм, которое рассчитывается по формуле

$$\overline{L_{ij}} = \frac{\sum_{j=1}^m L_{ij}}{m}, \quad (2)$$

где L_{ij} – результат измерений толщины покрытия i -го СО в j -ой точке, мкм;

m – количество точек на рабочей поверхности СО, в которых проведены измерения толщины покрытия.

11.1.4 Результаты считают положительными, если диапазон измерений толщины покрытий и относительная погрешность измерений толщины покрытий соответствуют значениям, приведённым в таблице 1 настоящей методики.

11.2 Проверка чувствительности

11.2.1 Проводят не менее пяти измерений выходного сигнала анализатора на линии FeK α , используя ГСО 11036-2018. Время регистрации одного показания не менее 40 с.

11.2.2 По результатам измерений выходного сигнала рассчитывают чувствительность для железа по формуле

$$S_{\text{чFe}} = \frac{\overline{I_{\text{Fe}}}}{C_{\text{аттFe}}}, \quad (3)$$

где $C_{\text{аттFe}}$ – аттестованное значение массовой доли железа в СО, %;
 $\overline{I_{\text{Fe}}}$ – среднее арифметическое значение выходных сигналов при измерении массовой доли железа в СО, усл. ед., которое рассчитывается по формуле

$$\overline{I_{\text{Fe}}} = \frac{\sum_{i=1}^n I_{\text{Fe}i}}{n}, \quad (4)$$

где $I_{\text{Fe}i}$ – i -ое значение выходного сигнала при измерении массовой доли железа в СО, усл. ед.;

n – число наблюдений ($n \geq 5$).

11.2.3 Результаты считают положительными, если рассчитанные значения чувствительности соответствуют значениям, приведённым в таблице 1 настоящей методики.

11.3 Проверка относительного СКО выходного сигнала

11.3.1 По результатам измерений, выполненных по 11.2, рассчитывают относительное СКО выходного сигнала для железа по формуле

$$S_{v\text{Fe}} = \frac{100}{\overline{I_{\text{Fe}}}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_{\text{Fe}i} - \overline{I_{\text{Fe}}})^2}{(n-1)}}. \quad (5)$$

11.3.2 Результаты считают положительными, если рассчитанные значения относительного СКО выходного сигнала соответствуют значениям, приведённым в таблице 1 настоящей методики.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляют протоколом произвольной формы.

12.2 При положительных результатах поверки средство измерений признают пригодным к применению.

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

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

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

12.6 При проведении периодической поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений в соответствии с заявлением владельца анализатора информация об объёме проведённой поверки должна приводиться в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 или в соответствии с порядком, действующим на момент проведения поверки.

Старший инженер лаборатории 221
УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ
им.Д.И.Менделеева»



Е.В. Соколова