

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
(ФГУП «УНИИМ»)

Согласовано

Генеральный директор
ООО «СИНЕРКОН»


Р.Р. Газизов

«08» августа 2018 г.



Утверждаю

Директор ФГУП «УНИИМ»


С.В. Медведевских

«21» сентября 2018 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

**Анализаторы рентгенофлуоресцентные
FT110A**

Методика поверки
МП 47-221-2018

Екатеринбург
2018

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА: ФГУП Уральский научно-исследовательский институт метрологии (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛИ: А.С. Васильев, научный сотрудник ФГУП «УНИИМ»
М.В. Шипицына, инженер 1 категории ФГУП «УНИИМ»
- 3 УТВЕРЖДЕНА: ФГУП «УНИИМ» 21.09.2018 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Область применения.....	4
2 Нормативные ссылки.....	4
3 Операции поверки.....	4
4 Средства поверки.....	5
5 Требования безопасности.....	5
6 Требования к квалификации поверителя.....	5
7 Условия поверки и подготовка к ней.....	6
8 Проведение поверки.....	6
9 Оформление результатов поверки.....	9
Приложение А. Форма протокола поверки	10

Государственная система обеспечения единства измерений Анализаторы рентгенофлуоресцентные FT110A Методика поверки	МП 47-221-2018
--	-----------------------

Введена с 21.09.2018 г.

1 Область применения

Настоящий документ распространяется на анализаторы рентгенофлуоресцентные FT110A (далее – анализаторы), предназначенные для измерений толщины однослойных, многослойных или сплавных покрытий, определения концентрации растворов, составов сплавов и анализа материалов методом энергодисперсионной рентгеновской флуоресценции.

Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике использованы ссылки на следующие нормативные документы:

Приказ Минпромторга России от 2 июля 2015 г. № 1815 "Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке";

Приказ Минтруда России от 24.07.2013 № 328н "Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок";

ГОСТ 12.2.007.0-75 ССБТ. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности;

ГОСТ Р 52931-2008 Приборы контроля и регулирования технологических процессов. Общие технические условия;

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 Операции поверки

3.1 При проведении поверки выполняются операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операции	
		при первичной поверке	при периодической поверке
Внешний осмотр	8.1	+	+
Опробование	8.2	+	+
Проверка диапазона и определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов в веществах и материалах	8.3	+	+
Проверка диапазона и определение относительной погрешности измерений толщины однослойного покрытия	8.4	+	+

3.2 Если при выполнении хотя бы одной из операций по 3.1 будет установлено несоответствие анализаторов установленным требованиям, анализаторы бракуют. При первичной поверке анализаторы возвращаются поставщику с изложением причин возврата для проведения

мероприятий по их устранению и повторного предъявления, при периодической поверке анализаторы возвращаются представителю эксплуатационной службы с изложением причин возврата для проведения мероприятий по их устранению и повторного предъявления.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки должны быть применены средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки и вспомогательное оборудование

Номер пункта методики	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
7.1	Термогигрометр электронный Center 313, диапазон измерений температуры от минус 20 до плюс 60 °С, абсолютная погрешность $\pm 0,7$ °С, диапазон измерений относительной влажности (10-100) %, абсолютная погрешность $\pm 2,5$ %.
8.3	ГСО 6319-92/6323-92 состава латуни оловянно-свинцовой ЛЦ25С2 (комплект М171), массовая доля элементов (0,37-72,5) %, абсолютная погрешность $\pm (0,02 - 0,7)$ % при $P=0,95$; ГСО 8050-94 состава сплава медно-никелевого типа МН95-5 (М2013х), массовая доля меди 94,92 %, абсолютная погрешность $\pm 0,11$ % при $P=0,95$.
8.4	ГСО 9937-2011 состава, поверхностной плотности и толщины нанопокрyтия пермаллоя на кремнии (НПК-100 СО УНИИМ), толщина покpытия 99,2 нм, относительная погрешность $\pm 1,0$ % при $P=0,95$; Государственный эталон единицы длины 2 разряда в диапазоне измерения толщины покpытий от 0,8 до 101 мкм в соответствии с Р 50.2.006-2001 (набор эталонных мер толщины покpытий МП на МО (никель на стали), рег. № 34825-07); ГСО 11100-2018 поверхностной плотности и толщины никелевого покpытия на дюралюминии (набор СО УНИИМ ППТ-1-Н), толщина покpытия 20,0 мкм, относительная погрешность $\pm 2,2$ % при $P=0,95$.

4.2 Средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке, ГСО должны иметь действующие паспорта, эталоны должны быть аттестованы и иметь действующее свидетельство об аттестации.

4.3 Допускается применять другие средства измерений, которые по своим характеристикам удовлетворяют требованиям настоящей методики.

5 Требования безопасности

При проведении поверки необходимо соблюдать требования безопасности, установленные в эксплуатационной документации на анализаторы и средства поверки, ГОСТ 12.2.007.0-75 ССБТ. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности, ГОСТ Р 52931-2008 Приборы контроля и регулирования технологических процессов. Общие технические условия, 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.

6 Требования к квалификации поверителя

К проведению поверки допускаются лица, изучившие настоящую методику, эксплуатационную документацию на анализаторы и средства поверки и работающие в организации, аккредитованной на право поверки средств измерения геометрических величин и средств измерения физико-химического состава и свойств веществ.

7 Условия поверки и подготовка к ней

7.1 При проведении поверки соблюдают следующие нормальные условия:

- температура окружающего воздуха, °С 20±5;
- относительная влажность, % от 30 до 80;
- напряжение питающей сети, В от 110 до 230;
- частота питающей сети, Гц от 50 до 60.

7.2 ГСО и эталоны должны быть выдержаны в условиях по 7.1 в течение не менее 2 ч.

7.3 Перед поверкой анализаторы необходимо выдержать в условиях по 7.1 не менее 4 ч.

7.4 Перед проведением поверки выполняют подготовительные работы, указанные в инструкции по эксплуатации на анализаторы и в эксплуатационных документах на средства поверки.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Внешний осмотр производят визуально. При внешнем осмотре следует:

- установить наличие эксплуатационной документации;
- установить наличие документов о результатах предыдущей поверки;
- визуально оценить внешний вид анализатора и отсутствие видимых повреждений, влияющих на работоспособность анализатора;
- убедиться в наличии маркировки с ясным указанием типа и серийного номера анализатора;
- проверить комплектность анализатора.

8.1.2 Анализатор признают пригодным для применения, если анализатор, его внешние элементы, органы управления и индикации не повреждены, комплектность соответствует техническому описанию, тип и серийный номер анализатора четко видны на маркировке, имеется в наличии эксплуатационная документация и документ о результатах предыдущей поверки.

8.1.3 Разукомплектованные, имеющие дефекты и отсутствие маркировки анализаторы к дальнейшей поверке не допускаются.

8.2 Опробование

8.2.1 При опробовании проверить правильность функционирования анализатора и подтвердить соответствие программного обеспечения.

8.2.2 Встроенное программное обеспечение анализатора идентифицируется через меню справка, на дисплее ПК отображается версия программного обеспечения 11.05.6.0.

Проверка идентификационных данных встроенного программного обеспечения анализаторов проводится путем сравнения идентификационных данных на дисплее ПК с идентификационными данными, указанными в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения анализаторов

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	X-ray Station
Номер версии (идентификационный номер) ПО	11.05.6.0
Цифровой идентификатор ПО	-

8.2.3 Результаты считают положительными, если идентификационные данные программного обеспечения анализаторов соответствуют приведенным в таблице 3.

8.3 Проверка диапазона и определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов в веществах и материалах

8.3.1 Подготовить анализатор к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

8.3.2 Создать или открыть измерительное приложение в ПО анализатора, полностью соответствующее измеряемым ГСО.

8.3.3 Провести измерения массовой доли элементов в ГСО, указанных в таблице 2.

8.3.4 Провести измерения не менее, чем в 5 точках, равномерно распределенных по аттестованному участку ГСО, на котором установлено аттестованное значение.

8.3.5 Измерения в каждой точке провести не менее 5 раз.

8.3.6 Рассчитать СКО случайной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли каждого из элементов по формуле

$$S_{C\lambda j} = \frac{1}{\bar{c}_{j\lambda}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (c_{ij\lambda} - \bar{c}_{j\lambda})^2}{n(n-1)}} 100, \quad (1)$$

где $\bar{c}_{j\lambda}$ – среднее арифметическое результатов измерений массовой доли λ - элемента в j -точке, %, которое рассчитывается по формуле (2);

$c_{ij\lambda}$ – i -результат измерений массовой доли λ - элемента в j -точке, %;

n – число измерений в точке.

$$\bar{c}_{j\lambda} = \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^m \frac{c_{ij\lambda}}{n \cdot m}, \quad (2)$$

где m – число точек, в которых проведены измерения массовой доли λ - элемента.

8.3.7 Рассчитать среднее арифметическое значений СКО случайной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли λ - элемента по всем точкам по формуле

$$S_{C\lambda} = \sum_{j=1}^m \frac{S_{C\lambda j}}{m}. \quad (3)$$

8.3.8 Рассчитать неисключенную систематическую составляющую относительной погрешности при измерении массовой доли λ - элемента по формуле

$$\Theta_{C\lambda} = \left| \frac{\bar{c}_{\lambda} - c_{\lambda ат}}{c_{\lambda ат}} \cdot 100 \right| + |\delta_{\lambda ГСО}|, \quad (4)$$

где $c_{\lambda ат}$ – аттестованное значение массовой доли λ - элемента в ГСО, %;

\bar{c}_{λ} – среднее арифметическое результатов измерений массовой доли λ - элемента по всем точкам, %

$\delta_{\lambda ГСО}$ – относительная погрешность аттестованного значения массовой доли λ -элемента в ГСО, %.

8.3.9 Рассчитать суммарную относительную погрешность измерений массовой доли λ -элемента по формуле

$$\delta_{C\lambda} = K_{\lambda} \sqrt{S_{C\lambda}^2 + \frac{\Theta_{C\lambda}^2}{3}}, \quad (5)$$

где K_{λ} – коэффициент, зависящий от соотношения случайной составляющей погрешности и неисключенной систематической составляющей погрешности при измерении λ -элемента, который определяется по формуле в соответствии с ГОСТ Р 8.736-2011 ГСИ. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения:

$$K_{\lambda} = \frac{t \cdot S_{C\lambda} + \Theta_{C\lambda}}{S_{C\lambda} + \frac{\Theta_{C\lambda}}{\sqrt{3}}}, \quad (6)$$

где t – коэффициент Стьюдента для $n-1$ числа степеней свободы и доверительной вероятности 0,95.

8.3.10 Результаты проверки считаются положительными, если относительная погрешность измерений массовой доли элементов в веществах и материалах во всем диапазоне

измерений не превышает значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значение характеристики
Диапазон измерений массовой доли элементов в веществах и материалах, %	от 0,1 до 100
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли элементов в веществах и материалах, %, в диапазонах:	
- от 0,1 до 4,0 % включ.	±30
- св. 4,0 до 40 % включ.	±10
- св. 40 до 100 % включ.	±5

8.4 Проверка диапазона и определение относительной погрешности измерений толщины однослойного покрытия

8.4.1 Подготовить анализатор к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

8.4.2 Создать или открыть измерительное приложение в ПО анализатора, полностью соответствующее измеряемым образцам.

8.4.3 Провести измерения эталонов, указанных в таблице 1, не менее чем в 5 точках, равномерно распределенных по участку эталона, на котором установлено аттестованное значение.

8.4.4 Измерения в каждой точке провести не менее 5 раз.

8.4.5 Рассчитать среднее арифметическое значение толщины покрытия по всем точкам v -эталона по формуле

$$h_v = \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^m \frac{h_{vij}}{n \cdot m}, \quad (7)$$

где h_{vij} – i -результат измерения толщины покрытия в j -точке v -эталона, мкм;
 v – номер эталона.

8.4.6 Рассчитать СКО случайной составляющей относительной погрешности измерений толщины покрытия в j -точке v -эталона по формуле

$$S_{hvj} = \frac{1}{\bar{h}_{vj}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (h_{vij} - \bar{h}_{vj})^2}{n(n-1)}} 100, \quad (8)$$

где \bar{h}_{vj} – среднее арифметическое результатов измерений толщины покрытия в j -точке v -эталона, мкм.

8.4.7 Рассчитать среднее арифметическое значение СКО результатов измерений толщины покрытия v -эталона по всем точкам по формуле

$$S_{hv} = \sum_{j=1}^m \frac{S_{hvj}}{m}. \quad (9)$$

8.4.8 Рассчитать неисключенную систематическую составляющую относительной погрешности измерений толщины покрытия v -эталона по формуле

$$\Theta_{hv} = \left| \frac{\bar{h}_{vj} - h_{v3}}{h_{v3}} \cdot 100 \right| + |\delta_{v3}|, \quad (10)$$

где h_{v3} – значение толщины покрытия, указанное в свидетельстве о поверке v -эталона, мкм;

δ_{v3} – относительная погрешность v -эталона, мкм.

8.4.9 Рассчитать суммарную относительную погрешность измерений толщины однослойного покрытия ν -эталоны по формуле

$$\delta_{\nu} = K_{\nu} \sqrt{S_{hv}^2 + \frac{1}{3} \Theta_{hv}^2}, \quad (11)$$

где K_{ν} – коэффициент, зависящий от соотношения случайной составляющей погрешности и неисключенной систематической составляющей погрешности, который определяется в соответствии с ГОСТ Р 8.736-2011 по формуле

$$K_{\nu} = \frac{t \cdot S_{hv} + \Theta_{hv}}{S_{hv} + \frac{\Theta_{hv}}{\sqrt{3}}}. \quad (12)$$

8.4.10 Анализатор считают выдержавшим испытания, если погрешность во всем диапазоне измерений толщины однослойного покрытия не превышает значений, указанных в таблице 5.

Таблица 5 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значение характеристики
Диапазон измерений толщины покрытия, мкм	от 0,09 до 22
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений толщины однослойного покрытия, %	± 5

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты поверки заносят в протокол поверки, представленный в Приложении А, который хранят в организации, проводившей поверку.

9.2 Анализатор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признают пригодным к применению.

9.3 При положительных результатах поверки выдается свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 2 июля 2015 г. № 1815.

9.4 При отрицательных результатах поверки свидетельство о предыдущей поверке аннулируют, выдают извещение о непригодности анализатора с указанием причин неисправности.

Научный сотрудник лаборатории 221
ФГУП «УНИИМ»

Инженер 1 категории лаборатории 221
ФГУП «УНИИМ»



А.С. Васильев



М.В. Шипицына

Приложение А
(рекомендуемое)

Форма протокола поверки

Протокол поверки № _____
Анализатор рентгенофлуоресцентный FT110А

Заводской номер:

Принадлежит:

Дата изготовления:

Методика поверки: «ГСИ. Анализаторы рентгенофлуоресцентные FT110А.

Методика поверки. МП 47-221-2018»

Средства поверки:

Условия поверки:

Операции поверки:

А.1 Результаты внешнего осмотра:

А.2 Результаты опробования:

Таблица А.1 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	
Номер версии (идентификационный номер) ПО	
Цифровой идентификатор ПО	

А.3 Результаты проверки диапазона и определения относительной погрешности измерений массовой доли элементов в веществах и материалах представлены в таблицах А.2 - А.3.

Таблица А.2 – Результаты измерений массовой доли элементов в эталоне, %

Измерение	точка 1	точка 2	точка 3	точка 4	точка 5
1					
2					
3					
4					
5					
Среднее значение					
СКО, %					

Таблица А.3 – Результаты расчета относительной погрешности измерений массовой доли элементов в веществах и материалах

Характеристика			
Среднее измеренное значение, мкм			
Аттестованное значение эталона, мкм			
Среднее арифметическое значение СКО, %			
Погрешность эталона, %			
Систематическая погрешность, %			
Суммарная относительная погрешность, %			

А.4 Результаты проверки диапазона и определения относительной погрешности измерений толщины однослойного покрытия представлены в таблицах А.4 - А.5.

Таблица А.4 – Результаты измерений толщины покрытия эталона, мкм

Измерение	точка 1	точка 2	точка 3	точка 4	точка 5
1					
2					
3					
4					
5					
Среднее значение					
СКО, %					

Таблица А.5 – Результаты расчета относительной погрешности измерений толщины однослойного покрытия

Характеристика			
Среднее измеренное значение, мкм			
Аттестованное значение эталона, мкм			
Среднее арифметическое значение СКО, %			
Погрешность эталона, %			
Систематическая погрешность, %			
Суммарная относительная погрешность, %			

7 Заключение по результатам поверки:

На основании положительных результатов поверки выдано свидетельство о поверке

№ _____ от _____ 20__ г.

На основании отрицательных результатов поверки выдано извещение о непригодности

№ _____ от _____ 20__ г.

Дата поверки _____ Подпись поверителя _____

Организация, проводившая поверку _____