



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»)**

СОГЛАСОВАНО

Первый заместитель генерального директора
ФБУ «Ростест-Москва»



Е.В. Морин

«23» сентября 2021 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**АНАЛИЗАТОРЫ РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНЫЕ
ПОТОЧНЫЕ ЦИФРОВЫЕ АРП-2Ц**

Методика поверки

РТ-МП-627-448-2021

г.Москва
2021 г.

1 Общие положения

Настоящая методика распространяется на анализаторы рентгеноспектральные поточные цифровые АРП-2Ц (далее – анализаторы), изготовленные обществом с ограниченной ответственностью «Техноаналитприбор» (ООО «Техноаналитприбор»), г. Москва, и устанавливает методы и средства его первичной и периодической поверки.

При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость поверяемого средства измерений к ГЭТ 196-2015 Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов.

В данной методике применен метод прямых измерений для передачи размера единицы.

2 Перечень операций поверки средства измерений

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	№ пункта документ а по поверке	Обязательность проведения операции при поверке	
		первичной	периодической
Внешний осмотр средства измерений	6.1	да	да
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	6.2	да	да
Проверка программного обеспечения средства измерений	6.3	да	Да
Определение метрологических характеристик средства измерений	6.4	да	Да
Определение относительной погрешности и относительного среднеквадратического отклонения (ОСКО) при измерении массовой доли элементов	6.4.1	да	Да
Определение порога обнаружения	6.4.2	да	Да
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	7	да	Да

2.2 По заявлению владельца анализатора допускается проведение поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений с отметкой об объеме проведенной поверки в свидетельстве о поверке.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 Поверка анализатора должна проводиться при следующих внешних условиях:

- температура окружающего воздуха, °С 20±5
- относительная влажность воздуха, % от 20 до 80

3.2 Не допускается попадание на анализатор прямых солнечных лучей.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К поверке допускаются лица, имеющие опыт поверки оптико-физических средств измерений, изучившие руководство по эксплуатации на поверяемые анализаторы.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки анализатора применяются средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Перечень средств поверки

Номер пункта документа по поверке	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
7	- стандартные образцы состава латуни марок Л70, Л68, Л63, ЛО70-1, ЛО62-1 (комплект VSL3) (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде ГСО 10742-2016); - стандартные образцы сталей углеродистых типов 08Ю, 08пс, 05кп, С235 (комплект ИСО 002 – ИСО 005) (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде ГСО 10117-2012)
	прибор комбинированный Testo-622 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 44744-10), диапазон измерений относительной влажности воздуха от 10 до 98 %, предел допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности воздуха ± 3 %, диапазон измерений температуры воздуха от -10 до 60 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры воздуха $\pm 0,4$ °С

5.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого анализатора с требуемой точностью.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

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

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

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр средства измерений

При внешнем осмотре должно быть установлено:

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

7.2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

7.2.1 Подготовить образец ГСО. Зачистить поверхность анализируемых образцов сплавов (рекомендуется сухая шлифовка соответствующей шлифовальной бумагой) и протереть спиртом. Подготовку проб к анализу проводят непосредственно перед измерениями.

7.2.2 Включить анализатор в соответствии с Разделом 2.2 руководства по эксплуатации (РЭ). На экране монитора ПК отобразится наименование программного обеспечения и номер его версии, записать его.

7.2.3 Провести пробное измерение стандартного образца в соответствии с руководством по эксплуатации.

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 и выключить рентгеновское излучение).

Результат опробования считается положительным, если заданная программа измерения выполняется без сбоев.

7.3 Проверка программного обеспечения средства измерений

7.3.1 Использовать данные ПО, полученные в п. 7.2.2., результат считается положительным, если наименование программного обеспечения и номер версии соответствуют данным, приведенным в описании типа.

7.4 Определение метрологических характеристик средства измерений

7.4.1 Определение относительной погрешности и относительного среднеквадратического отклонения (ОСКО) при измерении массовой доли элементов

7.4.1.1 В соответствии с руководством по эксплуатации провести по 5 определений массовой доли (C_i) элементов в стандартных образцах (аттестованное значение массовой доли элементов находится в диапазоне измерений анализатора от 0,05 % до 75,0 %).

7.4.2 Определение порога обнаружения

7.4.2.1 Для определения порога обнаружения элементов провести измерения стандартного образца состава сплавов металлов, указанного в таблице 1, с содержанием элементов ниже 0,008 % массовой доли.

7.4.2.2 Провести 10 измерений интенсивности I_i (имп/с) для каждого из выбранных элементов.

8 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

8.1 Расчет относительной погрешности и относительного среднеквадратического отклонения (ОСКО) при измерении массовой доли элементов

8.1.1 Рассчитать результат измерений \bar{C} (% массовой доли), полученных в п. 7.4.1.1 каждого из определяемых элементов как среднее арифметическое из пяти измерений по формуле (1)

$$\bar{C} = \frac{\sum C_i}{n} \quad , \quad (1)$$

где n - число измерений, $n = 5$.

8.1.2 Рассчитать относительную погрешность измерений δ (% массовой доли) каждого элемента по формуле (2)

$$\delta = \frac{(\bar{C}_j - C_d)}{C_d} \cdot 100 \quad (2)$$

где C_d – аттестованное значение массовой доли элемента в стандартном образце, % массовой доли

8.1.3 Рассчитать среднеквадратическое отклонение случайной составляющей погрешности измерений (%) для каждого элемента по формуле (3)

$$S = \frac{100}{C_d} \sqrt{\frac{\sum (C_i - \bar{C})^2}{n-1}} \quad . \quad (3)$$

8.2 Расчет порога обнаружения

8.2.1 Рассчитать среднее значение интенсивности по данным п. 7.4.2.2 для каждого элемента, с содержанием массовой доли ниже 0,008 %, по формуле (4)

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

где $I_{\text{сред}}$ - среднее значение интенсивности для каждого элемента;

I_i - измеренные значения интенсивности для каждого элемента;

n - количество измерений (10)

8.2.2 Рассчитать СКО измерений S по формуле (5)

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_i - I_{\text{сред}})^2}{(n-1)}} \quad (5)$$

8.2.3. Для каждого элемента рассчитать порог обнаружения ПД (% масс.доли) по формуле (6)

$$ПД = \frac{3 \times S_i}{I_{\text{сред}}} \times C_{\text{пасп}} \quad (6)$$

где $C_{\text{пасп}}$ - значение содержания элемента, указанное в паспорте на стандартный образец, % массовой доли.

8.3. Результаты поверки считаются положительными, если относительная погрешность измерений массовой доли каждого элемента не превышает значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли элементов, %, в поддиапазоне измерений:	
- от 0,05 % до 0,2 % включ.	± 30,0
- св. 0,2 % до 1,0 % включ.	± 15,0
- св. 1,0 % до 10,0 % включ.	± 10,0
- св. 10,0 % до 50,0 % включ.	± 8,0
- св. 50,0 % до 75,0 % включ.	± 4,0
Предел допускаемого ОСКО случайной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли элементов, %, в поддиапазоне измерений:	
- от 0,05 % до 0,2 % включ.	10,0
- св. 0,2 % до 1,0 % включ.	8,0
- св. 1,0 % до 10,0 % включ.	5,0
- св. 10,0 % до 50,0 % включ.	3,0
- св. 50,0 % до 75,0 % включ.	1,0
Порог обнаружения химических элементов, %, не более	0,01

9 Оформление результатов поверки

Средства измерений, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению.

Сведения о результатах поверки средств измерений передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

При положительных результатах поверки по заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его в поверку, выдается свидетельство о поверке средства измерений, оформленное в соответствии с действующими нормативно-правовыми документами. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

При отрицательных результатах поверки по заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его в поверку, выдается извещение о непригодности к применению средства измерений, оформленное в соответствии с действующими нормативно-правовыми документами.

Требования к оформлению протокола поверки не предъявляются.

Начальник лаборатории № 448
ФБУ «Ростест – Москва»


_____ А.Г. Дубинчик

Инженер по метрологии II категории
лаборатории №448


_____ М.С. Петрунин