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

2023 г.

«ГСИ. Анализаторы рентгенофлуоресцентные с поликапиллярной оптикой ВА 100 Методика поверки» МП 93-221-2022

Екатеринбург 2023

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 2023 г.

СОДЕРЖАНИЕ

	. 4
1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ	,
2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	
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
- тругор чина сустория по обеспечению безопасности проведения	
ПОВЕРКИ	_
8 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ	7
9 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ	7
10 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ	7
11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ	
12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	8

Государственная система обеспечения единства измерений.

Анализаторы рентгенофлуоресцентные с поликапиллярной оптикой ВА 100

Методика поверки

МП 93-221-2022

Дата введения в действие:

1 Общие положения

- 1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы рентгенофлуоресцентные с поликапиллярной оптикой ВА 100 (далее анализаторы), выпускаемые «BOWMAN ANALYTICS INC.», США. 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 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» путем применения стандартных образцов утвержденного типа, значение толщины покрытия которых получено по аттестованной методике измерений с применением ГЭТ 168-2015. 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 методом межлабораторного эксперимента которых определены характеристики использованием аттестованных (стандартизованных) 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 поверки: прямое измерение величины, воспроизводимой стандартным образцом.

1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов с диапазонами измерений (далее – 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 измерений толщины покрытия, мкм	от 0,6 до 22,0
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений	±5,0
толщины покрытия, %1)	
Диапазон показаний массовой доли элементов, %	от 0,01 до 100
Диапазон измерений массовой доли элементов, %	от 1,0 до 100,0
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений	
массовой доли элементов, %, в поддиапазонах:	
- от 1,0 % до 10,0 % включ.	±5,0
- св. 10,0 % до 100,0 %	±2,0
1) Для однослойных покрытий	

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 от 4 июля 2022 г. № 1622 Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений массы;
- Приказ Росстандарта от 28.09.2018 № 2089 Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях;
- 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 в	поверки	[
------------------------	---------	---

	Обязательность проведения операций при поверке при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в
Наименование операции	первичной поверке	периодической поверке	соответствии с которым выполняется операция поверки
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

- 3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.
- 3.3 Допускается проведение поверки для меньшего числа анализируемых элементов 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 +20 до +25

- 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 РП на анализаторы, настоящую методику поверки, и работающие 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.

Таблина 3 – Метрологические требования к средствам поверки

Таблица 3 – Метрологические треоования к средствам поверки				
Операции				
поверки,	Метрологические требования к	Перечень рекомендуемых		
требующие	средствам поверки, необходимые для	средств поверки		
применения	проведения поверки	•		
средств поверки		тра (а Кп п		
9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средство измерений температуры и относительной влажности, диапазон измерений температуры от +20 °C до +25 °C, абсолютная погрешность ±0,3 °C, диапазон измерений относительной влажности от 0 % до 90 %, абсолютная погрешность ±2 %, диапазон измерений относительной влажности от 90 % до 98 %, абсолютная погрешность ±3 %	Термогигрометр ИВА-6А-КП-Д, рег. № 46434-11		
11.1 Определение	Диапазон измерения толщины	ГСО 11092-2018/ГСО 11105-2018		
диапазона	покрытия от 0,6 до 22,0 мкм,	СО поверхностной плотности и		
измерений и	относительная погрешность ±5 %	толщины никелевого покрытия на		
относительной		дюралюминии		
погрешности при		(НАБОР СО УНИИМ ППТ-1-Н)		
измерении				
толщины				
покрытия				
12.1 Определение	Диапазон измерений массовой доли	ГСО 8456-2003 СО сталей		
	элементов от 1,0 % до 10,0 % включ.,	легированных типов		
диапазона	относительная погрешность ±1,7 %	12X25H16F7AP, 10X14AF15,		
измерений и относительной		40X15H7Γ7Φ2MC, 10X14Γ14H4T,		
		08Х18Г8Н2Т (комплект СО РГ19 -		
погрешности при		РГ23)		
измерении	Диапазон измерений массовой доли	ГСО 11428-2019 СО состава		
массовой доли	элементов св. 10,0 % до 100,0 %,	латуней марок Л90, Л85 и Л80		
элементов	относительная погрешность ±0,7 %	(набор VSLT2)		

6.2 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть 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 согласно соответствующей государственной поверочной схеме.

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 РП, 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 При опробовании проверяют работоспособность анализатора.
- 9.3.1 Работоспособность проверяют путем отображения наименования модели на дисплее анализатора.
- 9.3.2 Результаты опробования считать положительными, если при включении отсутствует информация об отказах (коды ошибок).

10 Проверка программного обеспечения

- 10.1 Для проверки соответствия встроенного метрологически значимого программного обеспечения (ПО) выполнить следующие операции:
- 1) провести визуализацию идентификационных данных ПО анализатора (номер версии): в рабочем окне ПО открыть вкладку «Помощь», и затем выбрать раздел «О нас», где указывается наименование и номер версии программного обеспечения
- 2) сравнить полученные данные с номером версии, установленным при проведении испытаний в целях утверждения типа и указанным в описании типа анализатора.
- 10.2 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 пользователя «Анализаторы рентгенофлуоресцентные с поликапиллярной оптикой ВА 100» (РП).
- 11.1.2 Провести измерения толщины покрытия стандартных образцов, указанных в таблице 3. Количество измерений - не менее 5.
- 11.1.3 Рассчитать среднее арифметическое значение толщины покрытия, мкм, по формуле

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

 $\delta_L = \frac{\bar{L} - L_{AT}}{L_{AT}} \cdot 100,$

где L_{AT} – аттестованное значение толщины покрытия из паспорта стандартного образца, MKM.

- 11.1.5 Результаты считают положительными, если диапазон измерений толщины покрытия и рассчитанные значения относительной погрешности измерений толщины покрытия удовлетворяют требованиям таблицы 1.
- 11.2 Определение диапазона измерений и относительной погрешности при измерении массовой доли элементов

11.2.1 Подготовить анализатор к работе в соответствии с РП.

11.2.2 Провести измерения массовой доли элементов в стандартных образцах, указанных в таблице 3. Количество измерений - не менее 10.

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

(3)

 $\overline{\omega_j} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \omega_{ij},$ где $\omega_{ij} - i$ -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

 $\delta_{\omega j} = \frac{\overline{\omega j} - \omega_{ATj}}{\omega_{ATj}} \cdot 100,$

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

11.2.5 Результаты считают положительными, если диапазон измерений массовой доли элементов и рассчитанные значения относительной погрешности измерения массовой доли всех 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. При проведении поверки для меньшего числа анализируемых элементов или на меньшем числе поддиапазонов измерений указывается информация об объеме проведенной поверки. Нанесение знака поверки на анализаторы не предусмотрено. Пломбирование анализаторов предусмотрено.

12.3 При отрицательных результатах поверки средство измерений признают

непригодным к применению.

12.4 По заявлению владельца средства измерений или лица, предоставившего средство измерений на поверку, 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 лаб. 221 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

А.С. Васильев