

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

Утверждаю

Директор ФГУП «УНИИМ»



С.В. Медведевских

« 27 »

ОКТАБРЯ

2016 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы рентгенофлуоресцентные

M1 Mistral

Методика поверки

МП 42-221-2016

Екатеринбург
2016

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА: ФГУП Уральский научно-исследовательский институт метрологии (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ: А.С. Васильев, старший инженер ФГУП «УНИИМ»
- 3 УТВЕРЖДЕНА: ФГУП «УНИИМ» 21 декабря 2016 г.

СОДЕРЖАНИЕ

| | |
|---|----|
| 1 Область применения..... | 4 |
| 2 Нормативные ссылки..... | 4 |
| 3 Операции поверки..... | 4 |
| 4 Средства поверки..... | 5 |
| 5 Требования безопасности..... | 6 |
| 6 Требования к квалификации поверителя..... | 6 |
| 7 Условия поверки и подготовка к ней..... | 6 |
| 8 Проведение поверки..... | 6 |
| 9 Оформление результатов поверки..... | 11 |
| Приложение А. Форма протокола поверки | 12 |

| | |
|--|-----------------------|
| Государственная система обеспечения единства измерений Анализаторы рентгенофлуоресцентные M1 Mistral. Методика поверки. | МП 42-221-2016 |
|--|-----------------------|

Введена с 21 декабря 2016 г.

1 Область применения

Настоящий документ распространяется на анализаторы рентгенофлуоресцентные M1 Mistral (далее – анализаторы), предназначенные для измерений массовой доли элементов в веществах и материалах, включая жидкие, поверхностной плотности и толщины покрытий.

Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике использованы ссылки на следующие документы:

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

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

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 | + | + |
| Оценка относительной погрешности при измерении массовой доли элементов в веществах и материалах | 8.3 | + | + |
| Оценка относительной погрешности при измерении поверхностной плотности покрытий | 8.4 | + | + |
| Оценка абсолютной погрешности при измерении толщины покрытий | 8.5 | + | + |

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 ана-

лизаторы 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 60 °С, абс. погрешность $\pm 0,7$ °С, диапазон измерений относительной влажности (10-100) %, абс. погрешность $\pm 2,5$ % |
| 8.3 | ГСО 4506-92П – 4510-92П сталей легированных типов 12Х18Н9Т, 17Х18Н10Т, 17Х18Н9, 12Х18Н12Т (комплект СО ЛГ32-ЛГ36), диапазон значений массовой доли элементов (0,1-100) %, доверительные границы относительной погрешности (0,05-5) % |
| 8.5 | ГСО 9379-2009 поверхностной плотности и толщины никелевого покрытия на дюралюминии (комплект ППТ-1-Н) 1 разряда в соответствии с ГОСТ Р 8.612-2011, диапазон аттестованных значений поверхностной плотности покрытия (1-150) г/м ² , доверительные границы относительной погрешности $\pm(1,0-2,5)$ % |
| 8.6 | Государственный эталон единицы длины 2 разряда в диапазоне измерения толщины покрытий от 0,8 до 101 мкм, рег. № 3.1.ZZC.0163.2015, диапазон значений толщины покрытия (0,8-101) мкм, доверительные границы абсолютной погрешности $\pm(0,1+0,025 \cdot h)$ мкм |

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

5.1 При проведении поверки соблюдают требования безопасности, установленные в инструкции по эксплуатации на анализаторы и эксплуатационной документации на средства поверки.

5.2 При монтаже и эксплуатации измерителей должны соблюдаться Приказ Минтруда России от 24.07.2013 № 328н "Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок", «Основных санитарных правил ионизирующих излучений–ОСПОРБ 99/2010» и «Норм радиационной безопасности работы с радиоактивными веществами и другими источниками НРБ 99/2009».

6 Требования к квалификации поверителя

К проведению поверки допускаются лица, изучившие инструкции по эксплуатации на поверяемые анализаторы, эксплуатационную документацию на средства поверки, настоящую методику 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, °C 20±5;
- относительная влажность, % от 30 до 80.

7.2 ГСО должны быть выдержаны при температуре (20 ± 5) °C в течение не менее 24 ч.

7.3 Перед поверкой анализаторы необходимо выдержать в помещении, где проводят поверку, не менее 4 часов.

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.

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.

8.1.2 Разукомплектованные, имеющие дефекты и отсутствие маркировки анализатора 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 2.4.1 или выше.

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 измерителей

| Идентификационные данные (признаки) | Значение |
|---|---------------|
| Идентификационное наименование ПО | Xspect Pro |
| Номер версии (идентификационный номер) ПО | не ниже 2.4.1 |
| Цифровой идентификатор ПО (MD5 Hasher) | - |

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

8.3 Оценка относительной погрешности при измерении 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 измерителя, полностью соответствующее измеряемым образцам.

8.3.3 Провести измерения 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 при измерении массовой доли каждого из элементов по формуле

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

где \bar{c}_{jl} – среднее арифметическое результатов измерений массовой доли λ -элемента в j -точке, %;

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

n – число измерений в точке.

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

$$S_{c\lambda} = \sum_{j=1}^m \frac{S_{c\lambda j}}{m}, \quad (2)$$

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

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

$$\Theta_{c\lambda} = \left| \frac{\bar{c}_{\lambda} - c_{\lambda ат}}{c_{\lambda ат}} \cdot 100 \right| + |\delta_{\lambda ГСО}|, \quad (3)$$

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 при измерении массовой доли λ -элемента по формуле

$$\delta_{c\lambda} = K_{\lambda} \sqrt{S_{c\lambda}^2 + \frac{\theta_{c\lambda}^2}{3}}, \quad (4)$$

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

$$K_{\lambda} = \frac{t \cdot S_{c\lambda} + \theta_{c\lambda}}{S_{c\lambda} + \frac{\theta_{c\lambda}}{\sqrt{3}}}, \quad (5)$$

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 при измерении массовой доли элементов веществах и материалах не превышает значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики анализаторов

| Наименование характеристики | Значение характеристики |
|--|--------------------------------------|
| Пределы допускаемой относительной погрешности при измерении массовой доли элементов веществах и материалах, %, в диапазоне - от 0,1 до 2,0 % включ. - св. 2,0 до 40,0 % включ. - св. 40,0 до 100,0 % включ. | $\pm 30,0$ $\pm 1,0$ $\pm 0,2$ |
| Пределы допускаемой относительной погрешности при измерении массовой доли элементов в покрытиях, %, в диапазоне от 1 до 100 % | ± 15 |
| Пределы допускаемой относительной погрешности при измерении поверхностной плотности покрытий, % | ± 10 |
| Пределы допускаемой абсолютной погрешности при измерении толщины покрытия, мкм | $\pm(0,2+0,05 \cdot h^1)$ |

8.4 Оценка относительной погрешности при измерении поверхностной плотности покрытий

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

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

8.4.3 Провести измерения ГСО, указанных в таблице 2.

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

8.4.5 Измерения в каждой точке провести не менее 5 раз.

8.4.6 Рассчитать среднее арифметическое значение поверхностной плотности покрытия ν -СО по всем точкам по формуле

$$\bar{\rho}_{j\nu} = \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^m \frac{\rho_{ij\nu}}{n \cdot m}, \quad (6)$$

где $\rho_{ij\nu}$ – i -результат измерения поверхностной плотности покрытия в j -точке ν -СО, Γ/M^2 ;

n – количество измерений в точке;

m – количество точек;

¹ где h – толщина покрытия, мкм

v – номер ГСО.

8.4.7 Рассчитать СКО случайной составляющей относительной погрешности при измерении поверхностной плотности покрытия в j -точке v -СО по формуле

$$S_{\rho v j} = \frac{1}{\bar{\rho}_{jv}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\rho_{ijv} - \bar{\rho}_{jv})^2}{n(n-1)}} 100, \quad (7)$$

где $\bar{\rho}_{jv}$ – среднее арифметическое результатов измерений поверхностной плотности покрытия в j -точке v -СО, г/м².

8.4.8 Рассчитать среднее арифметическое значение СКО случайной составляющей относительной погрешности при измерении поверхностной плотности покрытия v -СО по всем точкам по формуле

$$S_{\rho v} = \sum_{j=1}^m \frac{S_{\rho v j}}{m}. \quad (8)$$

8.4.9 Рассчитать неисключенную систематическую составляющую относительной погрешности при измерении поверхностной плотности покрытия v -СО по формуле

$$\Theta_{\rho v} = \left| \frac{\bar{\rho}_v - \rho_{\text{ват}}}{\rho_{\text{ват}}} \cdot 100 \right| + |\delta_{v\text{ГСО}}|, \quad (9)$$

где $\rho_{\text{ват}}$ – аттестованное значение v -СО, г/м².

$\delta_{v\text{ГСО}}$ – относительная погрешность аттестованного значения v -СО, %

8.4.10 Рассчитать суммарную абсолютную погрешность результатов измерения поверхностной плотности покрытия v -СО по формуле

$$\delta_v = K_v \sqrt{S_{\rho v}^2 + \frac{1}{3} \Theta_{\rho v}^2}, \quad (10)$$

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

$$K_v = \frac{t \cdot S_{\rho v} + \Theta_{\rho v}}{S_{\rho v} + \frac{\Theta_{\rho v}}{\sqrt{3}}}, \quad (11)$$

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

8.4.11 Результаты проверки считаются положительными, если относительная погрешность при измерении поверхностной плотности покрытий не превышает значений, указанных в таблице 4.

8.5 Оценка абсолютной погрешности при измерении толщины покрытий

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

8.5.2 Создать или открыть измерительное приложение в ПО измерителя, полностью соответствующее измеряемым образцам.

8.5.3 Провести измерения ГСО, указанных в таблице 2.

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

8.5.5 Измерения в каждой точке провести не менее 5 раз.

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

$$h_v = \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^m \frac{h_{vij}}{n \cdot m}, \quad (12)$$

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

v – номер эталона.

8.5.7 Рассчитать СКО случайной составляющей абсолютной результатов измерения толщины покрытия в j -точке v -эталона по формуле

$$S_{hvj} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (h_{vij} - \bar{h}_{vj})^2}{n(n-1)}}, \quad (13)$$

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

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

$$S_{hv} = \sum_{j=1}^m \frac{S_{vj}}{m}. \quad (14)$$

8.5.9 Рассчитать неисключенную систематическую составляющую абсолютной погрешности при измерении толщины покрытия по формуле

$$\Theta_{hv} = |h_v - h_{v3}| + |\Delta_{v3}|, \quad (15)$$

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

Δ_{v3} – абсолютная погрешность v -эталона, мкм.

8.5.10 Рассчитать суммарную абсолютную погрешность результатов измерения толщины покрытия v -эталона по формуле

$$\Delta_v = K_v \sqrt{S_{hv}^2 + \Theta_{hv}^2}, \quad (16)$$

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

$$K_v = \frac{t \cdot S_{hv} + \Theta_{hv}}{S_{hv} + \frac{\Theta_{hv}}{\sqrt{3}}}, \quad (17)$$

8.5.11 Результаты проверки считаются положительными, если абсолютная погрешность при измерении толщины покрытий не превышает значений, указанных в таблице 4.

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.

Старший инженер лаборатории 221 ФГУП «УНИИМ»



Васильев А.С.

Приложение А
(рекомендуемое)

Форма протокола поверки

Протокол поверки № _____
Анализатор рентгенофлуоресцентный M1 Mistral

Заводской номер:

Принадлежит:

Дата изготовления:

Методика поверки: «ГСИ. Анализаторы рентгенофлуоресцентные M1 Mistral.

Методика поверки. МП 42-221-2016»

Эталонные средства поверки:

Условия поверки:

Операции поверки:

1 Результаты внешнего осмотра:

2 Результаты опробования:

3 Результаты оценки относительной погрешности при измерении массовой доли элементов в веществах и материалах указаны в таблице А.1.

Таблица А.1 – Результаты оценки относительной погрешности при измерении массовой доли элементов в веществах и материалах

| Средство поверки, определяемый элемент | Среднее значение массовой доли, % | СКО, % |
|--|-----------------------------------|--------|
| | | |
| | | |
| | | |

4 Результаты оценки относительной погрешности при измерении поверхностной плотности покрытий указаны в таблице А.2.

Таблица А.2 – Результаты оценки относительной погрешности при измерении поверхностной плотности покрытий

| Средство поверки | Измеренное значение, г/м ² | Значение поверхностной плотности покрытия, указанное в паспорте ГСО, г/м ² | Относительная погрешность, % |
|------------------|---------------------------------------|---|------------------------------|
| | | | |
| | | | |
| | | | |

5 Результаты оценки абсолютной погрешности при измерении толщины покрытий указаны в таблице А.3.

Таблица А.3 – Результаты оценки абсолютной погрешности при измерении толщины покрытий

| Средство поверки | Измеренное значение, мкм | Значение толщины покрытия, указанное в свидетельстве о поверке эталона, мкм | Абсолютная погрешность, мкм |
|------------------|--------------------------|---|-----------------------------|
| | | | |
| | | | |
| | | | |

6 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 _____