

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора по инновациям  
ФГУП «ВНИИОФИ»

И.С. Филимонов  
«05» марта 2020 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

**Анализаторы рентгенофлуоресцентные  
ANK ProSpector III**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ  
МП 020.Д4-20**

Главный метролог  
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Неода  
«05» марта 2020 г.

Главный научный сотрудник  
ФГУП «ВНИИОФИ»

В.Н. Крутиков  
«05» марта 2020 г.

Москва  
2020 г.

## 1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на Анализаторы рентгенофлуоресцентные ANK ProSpector III (далее – анализаторы), предназначенные для измерений толщины покрытия, а также элементного состава и массовой доли элементов в веществах и материалах в твердом, порошкообразном или жидком состоянии в соответствии с аттестованными методиками (методами) измерений (при использовании в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений), и устанавливает порядок, методы и средства проведения первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками 1 год.

Метрологические характеристики спектрометров указаны в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики Анализаторов рентгенофлуоресцентных ANK ProSpector III

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений толщины покрытия, мкм	от 0,6 до 22,5
Пределы допускаемой относительной погрешности измерения толщины покрытия, %	±10
Диапазон измерений массовой доли элементов, %	от 0,01 до 100,0
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения массовой доли элементов в диапазоне от 0,01 до 0,11 включ., %	±0,05
Пределы допускаемой относительной погрешности измерения массовой доли элементов в диапазоне св. 0,11 до 100, %	±10

## 2 Операции поверки

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

№ п/п.	Наименование операций	Номер пункта НД по поверке	Обязательность выполнения операции при поверке	
			Первичной	Периодической
1	Внешний осмотр	8.1	Да	Да
2	Проверка идентификации программного обеспечения	8.2	Да	Да
3	Опробование	8.3	Да	Да
4	Определение метрологических характеристик	8.4		
5	Определение диапазона измерений и расчет относительной погрешности толщины покрытия	8.4.1	Да	Да
6	Определение диапазона измерений массовой доли элементов, расчет абсолютной и относительной погрешности измерений массовой доли элементов	8.4.2	Да	Да



2.2 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается.

2.3 Поверку средства измерений осуществляют аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

### 3 Средства поверки

3.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть применены средства, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Номер пункта документа по поверке	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение НД, регламентирующего метрологические и основные технические характеристики средства поверки	Основные технические и (или) метрологические характеристики
8.4.1	Стандартные образцы поверхностной плотности и толщины никелевого покрытия на дюралюминии (набор СО УНИИМ ППТ-1-Н) ГСО 11092-2018/ГСО 11105-2018	Основные метрологические характеристики представлены в таблице 4
	Стандартный образец состава жаропрочного никелевого сплава типа ВЖМ7 (комплект) ГСО 10624-2015	Массовая доля элементов от 0,0001 до 8,5 %, Абсолютная погрешность аттестованных значений при доверительной вероятности 0,95 от 0,002 до 0,39 %
8.4.2	Рабочий эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов по ГПС «Государственная поверочная схема для средств измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации, а также флуоресценции компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов», утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30.12.2019 г. № 3455 (далее - РЭ)	Стандартный образец состава золота лигатурного (СО 1) из состава РЭ ГСО 8754-2006 (МСО 1338:2007) В соответствии с паспортом на СО 1 массовая доля золота 0,11 %, абсолютная погрешность аттестованных значений $\pm 0,01$ % при доверительной вероятности 0,95; массовая доля серебра 0,49 %, абсолютная погрешность аттестованных значений $\pm 0,02$ % при доверительной вероятности 0,95 Стандартный образец состава золота лигатурного (СО 3) из состава РЭ ГСО 8756-2006 (МСО 1340:2007) В соответствии с паспортом на СО 3 массовая доля золота 1,97 %, абсолютная погрешность аттестованных значений $\pm 0,03$ % при доверительной вероятности 0,95; массовая доля серебра 4,90

		<p>%, абсолютная погрешность аттестованных значений <math>\pm 0,09</math> % при доверительной вероятности 0,95</p> <p>Стандартный образец состава золота лигатурного (СО 5) из состава РЭ ГСО 8758-2006 (МСО 1342:2007)</p> <p>В соответствии с паспортом на СО 5 массовая доля золота 10,05 %</p> <p>%, абсолютная погрешность аттестованных значений <math>\pm 0,04</math> % при доверительной вероятности 0,95; массовая доля серебра 79,87 %</p> <p>%, абсолютная погрешность аттестованных значений <math>\pm 0,11</math> % при доверительной вероятности 0,95</p> <p>Стандартный образец состава золота лигатурного (СО 10) из состава РЭ ГСО 8763-2006 (МСО 1347:2007)</p> <p>В соответствии с паспортом на СО 10 массовая доля золота 98,97 %</p> <p>%, абсолютная погрешность аттестованных значений <math>\pm 0,05</math> % при доверительной вероятности 0,95</p>
--	--	--

3.2 Средства поверки, указанные в таблице 3, должны быть аттестованы (поверены) в установленном порядке. Допускается также применение других средств, не приведенных в таблице 3, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых анализаторов с требуемой точностью.

Таблица 4 - Нормированные метрологические характеристики стандартных образцов

Тип СО в наборе	Интервал допускаемых аттестованных значений поверхностной плотности покрытия, г/м <sup>2</sup>	Интервал допускаемых аттестованных значений толщины покрытия, мкм	Границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО при P=0,95, %
ГСО 11092-2018	от 4,0 до 8,0	от 0,50 до 0,90	$\pm 2,5$
ГСО 11094-2018	от 15,0 до 22,0	от 1,70 до 2,40	
ГСО 11096-2018	от 25,0 до 30,0	от 2,80 до 3,40	
ГСО 11101-2018	от 200,0 до 220,0	от 22,5 до 24,7	

#### 4 Требования к квалификации поверителей

К проведению поверки допускают лиц, изучивших настоящую методику поверки и Руководство по эксплуатации анализаторов, имеющих квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от



24.07.13 № 328Н и прошедшие полный инструктаж по технике безопасности, прошедших обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений.

## **5 Требования безопасности**

5.1 Анализаторы должны устанавливаться в закрытых взрыво- и пожаробезопасных лабораторных помещениях, оборудованных вытяжной вентиляцией. При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ Р 12.1.031-2010, ГОСТ 12.1.040-83. Оборудование, применяемое при поверке, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-91. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям для легких физических работ.

5.2 При выполнении поверки должны соблюдаться требования по ГОСТ 12.1.019-2017, а также требования руководства по эксплуатации анализаторов.

5.3 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

## **6 Условия поверки**

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от + 18 до + 27;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80;
- атмосферное давление, кПа от 94 до 106.

## **7 Подготовка к поверке**

7.1 Перед началом работы с анализаторами необходимо внимательно изучить руководство по эксплуатации.

7.2 Проверить наличие средств поверки по таблице 3, укомплектованность их документацией и необходимыми элементами соединений согласно нормативно-технической документации (НТД).

7.3 Выдерживать анализаторы в условиях, указанных в п. 6.1 настоящей методики поверки не менее 2 часов.

7.4 Для включения нажать кнопку питания. Анализатор издает звуковой сигнал, автоматически включится сенсорный дисплей.

7.5 Провести калибровку в соответствии руководством по эксплуатации.

## **8 Проведение поверки**

### **8.1 Внешний осмотр**

8.1.1 Внешним осмотром анализаторов должно быть установлено:

- наличие маркировки, подтверждающей тип и заводской номер анализаторов;
- соответствие комплектности анализаторов требованиям нормативно-технической документации (руководство по эксплуатации и описание типа);
- отсутствие на наружных поверхностях анализаторов повреждений, влияющих на их работоспособность;
- чистота гнезд, разъемов и клемм;

8.1.2 Анализаторы считаются прошедшими операцию поверки, если они соответствуют всем перечисленным выше требованиям.

### **8.2 Проверка идентификации программного обеспечения**

Проверить соответствие идентификационных данных программного обеспечения сведениям, приведенным в описании типа на анализаторы.



8.2.1 Для просмотра идентификационных данных программного обеспечения анализаторов в главном меню выбрать «Настройки» - «Мониторы» - «Версия программы», где указывается наименование и номер версии программного обеспечения (см. рисунок 1).

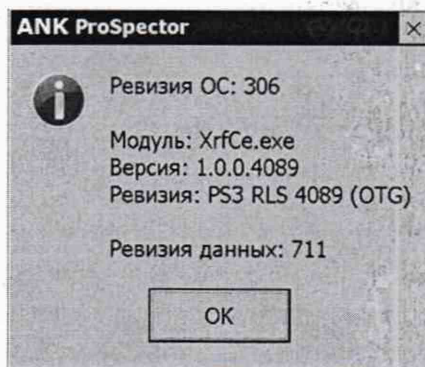


Рисунок 1 – Идентификация ПО

8.2.2 Анализаторы считаются прошедшими операцию поверки, если идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 5.

Таблица 5 - Идентификационные данные

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	ANK ProSpector
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	1.0.0
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

### 8.3 Опробование

8.3.1 Поместить калибровочный образец из комплекта анализатора на измерительное окно.

8.3.2 Проведите измерение в соответствии с руководством по эксплуатации и сравните полученный состав с таблицей, приведенной в калибровочном сертификате.

8.3.3 Анализаторы считаются прошедшими операцию поверки, если измеренная массовая доля элементов калибровочного образца находятся в пределах диапазонов погрешностей, указанных в калибровочном сертификате.

### 8.4 Определение метрологических характеристик

#### 8.4.1 Определение диапазона измерения и расчет относительной погрешности измерения толщины покрытия

8.4.1.1 Для определения толщины покрытия применяют стандартные образцы поверхностной плотности и толщины никелевого покрытия на дюралюминии (набор СО УНИИМ ППТ-1-Н) ГСО 11092-2018, ГСО 11094-2018, ГСО 11096-2018, ГСО 11101-2018.

8.4.1.2 В главном меню ПО выбрать режим измерения «Толщина покрытия».

8.4.1.3 Открыть «Настройки измерений» и установить время измерений 10 сек, покрытие «Ni».

8.4.1.4 Поместить меру из набора СО УНИИМ ППТ-1-Н на измерительное окно анализатора. Измерительное окно должно находиться под прямым углом к образцу и плотно прилегать к его поверхности.



8.4.1.5 Нажать на кнопку «СТАРТ» или на курок анализатора для начала измерения. Индикатор режима работы меняет цвет на красный, когда работает рентгеновский излучатель анализатора. Проводят 10 измерений толщины покрытия каждого СО из набора.

8.4.1.6 Рассчитывают среднее арифметическое значение толщины покрытия по формуле (1):

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

где  $L_i$  - измеренное значение толщины покрытия, мкм;

$i$  – номер измерения;

$n$  – количество измерения.

8.4.1.7 Рассчитывают относительную погрешность измерения толщины покрытия по формуле (2):

$$\delta_L = \frac{\bar{L} - L_{AT}}{L_{AT}} \cdot 100, \quad (2)$$

где  $L_{AT}$  – номинальное значение толщины покрытия из паспорта СО, мкм.

8.4.1.8 Анализаторы считаются прошедшими операцию поверки, если диапазон измерений толщины покрытия составляет от 0,6 до 22,5 мкм, а относительная погрешность измерений толщины покрытия не превышает  $\pm 10\%$ .

#### **8.4.2 Определение диапазона измерений массовой доли элементов, расчет абсолютной и относительной погрешности измерений массовой доли элементов**

8.4.2.1 Для определения массовой доли элементов применяют стандартные образцы состава золота лигатурного ГСО 8754-2006 ГСО 8756-2006, ГСО 8758-2006, ГСО 8763-2006 и ГСО 10126-2012 из состава РЭ (далее - образцы).

8.4.2.2 В главном меню ПО выбрать режим измерения «Сплавы без Mg-S».

8.4.2.3 Открыть «Настройки измерений» и установить время измерений 10 сек. Далее открыть «Подстройки» - «Списки элементов» - режим «Pass 1|Correg» и добавить в список измеряемых элементов «Au», «Ag», «Mn».

8.4.2.4 Поместить образец на измерительное окно анализатора. Измерительное окно должно находиться под прямым углом к образцу и плотно прилегать к его поверхности.

8.4.2.5 Нажать на кнопку «СТАРТ» или на курок анализатора для начала измерения. Индикатор режима работы меняет цвет на красный, когда работает рентгеновский излучатель. Проводят 10 измерений массовой доли элементов каждого образца.

8.4.2.6 Рассчитать среднее арифметическое значение массовой доли элементов,  $\omega$ , %, по формуле (3):

$$\bar{\omega} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \omega_i, \quad (3)$$

где  $\omega_i$  - измеренное значение массовой доли элемента, %;

$i$  – номер измерения;

$n$  – количество измерений.

8.4.2.7 Рассчитать значение абсолютной погрешности измерений массовой доли элементов по формуле (4):

$$\Delta\omega = \bar{\omega} - \omega_{AT}, \quad (4)$$

где  $\omega_{AT}$  – аттестованное значение массовой доли элемента, приведенное в паспорте на образец, %.

8.4.2.8 Рассчитать относительную погрешность измерений массовой доли элементов по формуле (5):

$$\delta_{\omega} = \frac{\Delta\omega}{\omega_{AT}} \cdot 100 \quad (5)$$

8.4.2.9 Анализаторы считаются прошедшими операцию поверки, если диапазон измерений массовой доли элементов составляет от 0,01 до 100,0 %; абсолютная погрешность измерений массовой доли элементов в диапазоне от 0,01 до 0,11 включ. % не превышает  $\pm 0,05$  %; относительная погрешность измерения массовой доли элементов в диапазоне св. 0,11 до 100,0 % не превышает  $\pm 10$  %.

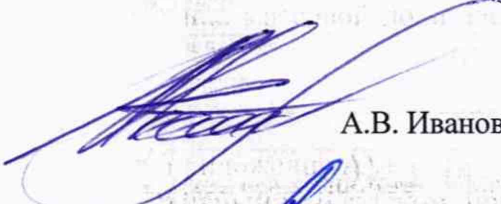
### 9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты измерений заносятся в протокол (приложение А).

9.2 Анализаторы, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдается свидетельство о поверке установленной формы и наносят знак поверки на боковую панель анализатора согласно Приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

9.3 Анализаторы, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодными, не допускаются к применению. На них выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»




А.В. Иванов

Начальник сектора ФГУП «ВНИИОФИ»



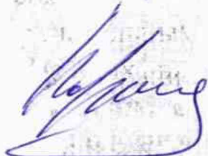
А.Н. Шобина

Старший научный сотрудник ФГУП «ВНИИОФИ»



Я.И. Ермакова

Инженер 2 категории ФГУП «ВНИИОФИ»



В.А. Корзицына



**ПРИЛОЖЕНИЕ А**  
**(Рекомендуемое)**  
к Методике поверки МП 020.Д4-20  
«ГСИ. Анализаторы рентгенофлуоресцентные  
ANK ProSpector III. Методика поверки»

**ПРОТОКОЛ**

**первичной / периодической поверки**  
**от « \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 201\_ года**

**Средство измерений:** Анализаторы рентгенофлуоресцентные ANK ProSpector III  
(Наименование СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков)

то приводят их перечень (наименования) и типы с разделением знаком «косая дробь» / )

**Зав.№** \_\_\_\_\_ **№/№** \_\_\_\_\_

Заводские номера блоков

**Принадлежащее** \_\_\_\_\_

Наименование юридического лица, ИНН

**Поверено в соответствии с методикой поверки МП 020.Д4-20 «ГСИ. Анализаторы рентгенофлуоресцентные ANK ProSpector III. Методика поверки», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» 05 марта 2020 г.**

Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата

**С применением эталонов** \_\_\_\_\_

(наименование, заводской номер, разряд, класс точности или погрешность)

**При следующих значениях влияющих факторов:**

(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

- температура окружающего воздуха, °С
- относительная влажность воздуха, %, не более
- атмосферное давление, кПа

**Внешний осмотр** \_\_\_\_\_

**Проверка ПО** \_\_\_\_\_

**Опробование** \_\_\_\_\_

**Получены результаты поверки метрологических характеристик:**

Таблица А.1 - Результаты измерений

Характеристика	Результат	Требования методики поверки
Диапазон измерений толщины покрытия, мкм		от 0,6 до 22,5
Пределы допускаемой относительной погрешности измерения толщины покрытия, %		± 10
Диапазон измерений массовой доли элементов, %		от 0,01 до 100,0
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения массовой доли элементов в диапазоне от 0,01 до 0,11 включ., %		±0,05
Пределы допускаемой относительной погрешности измерения массовой доли элементов в диапазоне св. 0,11 до 100, %		±10

**Рекомендации** \_\_\_\_\_

Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

**Исполнители:** \_\_\_\_\_

подписи, ФИО, должность