

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора

ФГУП «ВНИИОФИ»



И.С. Филимонов

« 20 »

09

2022 г.

«ГСИ. Анализаторы рентгенофлуоресцентные портативные TrueXEnergy

Методика поверки»

МП 043.Д4-22

Главный метролог

ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода

« 20 » 09 2022 г.

Главный научный сотрудник

ФГУП «ВНИИОФИ»

В.Н. Крутиков

« 20 » 09 2022 г.

Москва 2022 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы рентгенофлуоресцентные портативные TrueXEnergy (далее – анализаторы), предназначенные для измерений массовой доли элементов в веществах и материалах, а также измерений толщины покрытий методом энергодисперсионной рентгеновской флуоресценции и устанавливает порядок, методы и средства проведения первичной и периодических поверок.

По итогам проведения поверки должна обеспечиваться прослеживаемость к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов (ГЭТ 196-2015) согласно государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 3455 от 30.12.2019 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов, а также флуоресценции в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов» и к Государственному первичному эталону единиц поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях (ГЭТ 168-2015) согласно государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2089 от 28 сентября 2018 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях».

Поверка анализаторов выполняется методом прямых измерений.

Метрологические характеристики анализаторов указаны в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой доли, %	от 0,01 до 100
Диапазон измерений толщины покрытий, мкм*	от 0,8 до 23,0
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений толщины покрытий, %*	±10
Среднее квадратическое отклонение погрешности измерений массовой доли элементов, %, не более	0,2
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли элементов, %:	
для массовой доли от 0,01 до 0,1 % включ.	±30
для массовой доли св. 0,1 до 1,0 % включ.	±20
для массовой доли св. 1,0 до 100 %	±5
* При наличии режима измерения толщины покрытий	

2 Перечень операций поверки средства измерений

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

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр средства измерений	Да	Да	7
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	Да	8
Проверка программного обеспечения средства измерений	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик средства измерений			10
Определение диапазона измерений массовой доли элементов	Да	Да	10.1
Определение среднего квадратического отклонения (СКО) измерений массовой доли элементов и относительной погрешности измерений массовой доли элементов	Да	Да	10.2
Определение диапазона измерений толщины покрытий*	Да	Да	10.3
Определение относительной погрешности измерений толщины покрытий*	Да	Да	10.4
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	11
Примечание: * - При наличии режима измерения толщины покрытий			

2.2 При получении отрицательных результатов при проведении любой операции поверка прекращается.

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

2.4 Допускается проведение поверки отдельных измерительных каналов (канал измерений толщины покрытий и канал измерений массовой доли элементов). Первичная (периодическая) поверка, проводится на основании письменного заявления владельца средств измерений или лица, представившего их на поверку, оформленного в произвольной форме.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от +18 до +25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80;

3.2 Помещение, где проводится поверка, должно быть чистым и сухим.

4 Требования к специалистам, осуществляющих поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица, изучившие настоящую методику поверки и руководства по эксплуатации (РЭ) на анализаторы и средства поверки, имеющие 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 15.12.2020 №903н, прошедшие обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений.

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 15.12.2020 №903н, прошедшие обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении первичной и периодической поверок применяются средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операция поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Термогигрометр электронный, диапазон измеряемых величин: температура от -20 до +60 °С относительная влажность от 10 до 100 %	Термогигрометр электронный CENTER 315, рег. № 22129-04,
п.10 Определение метрологических характеристик	Рабочий эталон по ГПС «Государственная поверочная схема для средств измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов, а также флуоресценции в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов», утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 3455 от 30.12.2019. Диапазон массовой доли компонента от $1 \cdot 10^{-10}$ до 99,99 %, доверительные границы относительной погрешности измерений от 0,3 до 15 %	ГСО 10756-2016 СО сталей легированных типов 12X18H9T, 08X18H10T, 10X17H13M2T, 10X23H18, 36X18H25C2, 08X15H24B4TP (комплект ИСО ЛГ70-ИСО ЛГ75)
		ГСО 10879-2017 СО состава латуни марки Л96 (комплект VSLT1)
		ГСО 4165-91П, 2489-91П/2497-91П СО сталей углеродистых и легированных типов 13X, 60C2, 05кп, 11XФ, 60C2Г, 12X1МФ, 25X1МФ, 30ХН2МФА, 12МХ, В2Ф (комплект СО УГ0-УГ9)
	Рабочий эталон по ГПС «Государственная поверочная схема для средств измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях», утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2089 от 28.09.2018. Диапазон измерений толщины покрытий от 0,6 до 24,0 мкм, доверительные границы относительной погрешности измерений не более 3,0 %	ГСО 11092-2018/ГСО 11105-2018 СО поверхностной плотности и толщины никелевого покрытия на дюралюминии (набор СО УНИИМ ППТ-1-Н)

5.2 Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице 3, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемого средства измерений с требуемой точностью.

5.3 Средства измерений, указанные в таблице 3, должны быть аттестованы (поверены) в установленном порядке.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 Перед началом поверки необходимо изучить руководство по эксплуатации на анализатор и настоящую методику поверки.

6.2 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 15.12.2020 №903н. 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 испытаний для легких физических работ.

6.3 При выполнении измерений должны соблюдаться требования, указанные в руководстве по эксплуатации на анализатор.

6.4 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.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 Проверяют комплектность анализатора. Комплектность анализатора должна соответствовать комплектности, указанной в описании типа.

7.2 Проверяют анализатор на отсутствие механических повреждений и сохранность мест пломбирования.

7.3 Анализатор признается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если не обнаружены несоответствия комплектности, механические повреждения.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Проверьте наличие средств поверки по таблице 3, укомплектованность их документацией.

8.2 Проводится проверка условий, приведенных в п. 3.1, при помощи термогигрометра электронного.

8.3 Вставьте аккумулятор в батарейный отсек анализатора, расположенный у основания ручки.

8.4 Нажмите и удерживайте выключатель питания в течение 3 секунд. Прибор включится, индикатор питания загорится зеленым.

8.5 Вслед за экраном в загрузки на дисплее отобразится предупредительное сообщение о том, что во время мигания светодиодных индикаторов устройство излучает рентгеновские лучи. Следует ознакомиться с данным сообщением и нажать «ОК» для входа.

8.6 После нажатия «ОК» на дисплее отобразится виртуальная цифровая клавиатура, служащая для входа в систему анализатора.

8.7 Наберите 4-значный код безопасности, в соответствии с руководством по эксплуатации, а затем нажмите клавишу ввода «ОК».

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Проверить соответствие заявленных идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) сведениям, приведенным в описании типа на анализатор, для чего войти во вкладку установки - спецификация.

9.2 Выполнить проверку соответствия идентификационных данных ПО, указанных на дисплее анализатора, значениям, приведенным в таблице 4 настоящей методики поверки.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО анализатора

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	TrueXEnergy
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	22.5.25

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение диапазона измерений массовой доли элементов

10.1.1 Определение диапазона измерений массовой доли элементов совмещают с операцией «Определение пределов допустимого среднеквадратического отклонения (СКО) случайной составляющей погрешности измерения массовой доли элементов» и «Определение пределов допустимой относительной погрешности измерения массовой доли элементов».

10.2 Определение среднего квадратического отклонения (СКО) измерений массовой доли элементов и относительной погрешности измерений массовой доли элементов

10.2.1 Провести пятикратное измерение массовых долей элементов в диапазонах: от 0,01 до 0,1% включ., св. 0,1 до 1,0 % включ., св. 1,0 до 100 % с применением стандартных образцов ГСО 10756-2016, ГСО 10879-2017, ГСО 4165-91П, 2489-91П – 2497-91П.

10.2.2 Направьте анализатор на образец так чтобы он закрывал собой испытательное окно анализатора.

10.2.3 Нажмите кнопку «Test» или надавите спусковой крючок, чтобы запустить анализ. При нажатии и удержании спускового крючка начинается проведение анализа, при отпуске спускового крючка – завершается. На экране анализатора отображаются результаты измерений, результаты каждого анализа прибор сохраняет автоматически.

10.3 Определение диапазона измерений толщины покрытий

10.3.1 Проверку диапазона измерений толщины покрытий совмещают с операцией «Определение относительной погрешности измерений толщины покрытий».

10.4 Определение относительной погрешности измерения толщины покрытий

10.4.1 Настроить режим «Толщина Покрытий», для чего зайти в главное меню и выбрать вкладку режим «Покрытие». Зайти в меню «установок измерения», далее выбрать вкладку «измерение толщины» и выбрать параметры измерения химического элемента и основы (Ni/Al).

10.4.2 После выбора параметра, выйти из меню настроек нажав кнопку «Выход» и выбрать вкладку «Условия измерения», настроить необходимое время измерения (рекомендованное время 10-15 секунд), количество повторов измерений - 5.

10.4.3 Для начала измерения необходимо установить анализатор измерительным окном параллельно образцу и нажать кнопку «play» на экране или на курок.

10.4.4 Провести пятикратное измерение толщины покрытий с применением стандартных образцов ГСО 11092-2018/ГСО 11105-2018.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Рассчитать среднее арифметическое измеренных значений массовой доли \bar{X} , % используя значения массовой доли, полученные в п. 10.2.3, по формуле:

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

где X_i, \bar{X} - соответственно текущее и среднее значение массовой доли, %.

n - количество измерений равно 5.

11.2 Рассчитать среднее квадратическое отклонение случайной составляющей погрешности измерений массовой доли элементов (СКО), используя значения массовой доли, полученные в п. 10.2.3 и 11.1, по формуле:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{i=10} (X_i - \bar{X})^2}{n \cdot (n - 1)}} \quad (2)$$

11.3 Рассчитать относительную погрешность измерений массовой доли элементов, используя значения массовой доли, полученные в п. 11.1 по формуле:

$$\Delta = \frac{|\bar{X} - X_{amm}|}{X_{amm}} \cdot 100 \% , \quad (3)$$

где X_{amm} - аттестованное значение массовой доли элемента, % (из паспорта ГСО).

11.4 Рассчитать среднее арифметическое измеренных значений толщины покрытий \bar{L} , мкм, используя значения толщины покрытий, полученные в п. 10.4.4, по формуле:

$$\bar{L} = \frac{\sum_{i=1}^n L_i}{n} \quad (4)$$

11.5 Рассчитать относительную погрешность измерений толщины покрытий, используя значения толщины покрытий, полученные в п. 10.4.4 и 11.4 по формуле:

$$\Delta = \frac{|\bar{L} - L_{amm}|}{L_{amm}} \cdot 100 \% , \quad (5)$$

где L_{amm} - аттестованное значение толщины покрытий, мкм (из паспорта ГСО).

11.6 Анализатор признается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если:

- диапазон измерений массовой доли элементов составляет от 0,01 до 100 %;
- среднее квадратическое отклонения (СКО) измерений массовой доли элементов не превышает 0,2 %;
- относительная погрешность измерений массовой доли элементов не превышает:
 - ± 30 % для диапазона массовой доли от 0,01 до 0,1 % вкл.,
 - ± 20 % для диапазона массовой доли св. 0,1 до 1,0 % вкл.,
 - ± 5 % для диапазона массовой доли св. 1,0 до 100,0 %;
- диапазон измерений толщины покрытий от 0,8 до 23 мкм;
- относительная погрешность измерений толщины покрытий не превышает ±10 %.

12.3 При положительных результатах поверки по заявлению владельца средства измерений может быть оформлено свидетельство о поверке в установленной форме.

12.4 При отрицательных результатах поверки по заявлению владельца средства измерений может быть оформлено извещение о непригодности в установленной форме с указанием причин непригодности.


12.5 Сведения о результатах поверки (как положительные, так и отрицательные) передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Начальник отдела Д-4



А.В. Иванов

Начальник сектора отдела Д-4



Н.Ю. Грязских

Ведущий инженер отдела Д-4



И.Н. Зябликова

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(Рекомендуемое)
Форма протокола поверки

ПРОТОКОЛ _____ **ПЕРВИЧНОЙ**
ПЕРИОДИЧЕСКОЙ _____ **ПОВЕРКИ №**

Анализатор рентгенофлуоресцентный портативный TrueXEnergy
(наименование, тип СИ и модификации в соответствии с описанием типа, в единственном числе)
(Регистрационный №)

Заводской номер:

Год выпуска:

Изготовитель:

Владелец СИ:

Применяемые эталоны:

ГСО 10756-2016,
ГСО 11092-2018/ГСО 11105-2018,
ГСО 10879-2017,
ГСО 4165-91П, 2489-91П/2497-91П

Применяемая методика поверки:

ГСИ. Анализаторы рентгенофлуоресцентные портативные TrueXEnergy. Методика поверки. МП 043.Д4-22

Место проведения поверки

Условия поверки:

- температура окружающего воздуха
- относительная влажность воздуха

Проведение поверки:

Внешний осмотр:

Опробование:

Идентификация программного обеспечения: *(при наличии)*

Определение метрологических характеристик:

Элемент							
№ измерения							
1							
2							
3							
4							
5							
диапазон изме- рений							
пределы допус- каемого средне- го квадратиче- ского отклоне- ния (СКО) слу- чайной состав- ляющей по- грешности							
нормируемое значение							
пределы допус- каемой относи- тельной по- грешности из- мерения массо- вой доли эле- ментов							
нормируемое значение							

Заключение по результатам по-
верки:

Поверитель:

подпись

инициалы, фамилия

дата

Руководитель:

подпись

инициалы, фамилия

дата