

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора

ФГУП «ВНИИОФИ»



И.С. Филимонов

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»

Б.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, осуществляющим 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 допускаемого среднеквадратического отклонения (СКО) случайной составляющей погрешности измерения массовой доли элементов» и «Определение пределов допускаемой 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 равное 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** \_\_\_\_\_ **ПОВЕРКИ №**  
**ПЕРИОДИЧЕСКОЙ**

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 рентгенофлуоресцент-  
ные 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