

УТВЕРЖДАЮ  
Заместитель директора  
ФГУП «ВНИИОФИ»



Н.П. Муравская  
«10» января 2017 г.

Государственная система обеспечения единства измерений  
Спектрометры-толщинометры рентгенофлуоресцентные  
FISCHERSCOPE X-RAY XDV-SDD

Методика поверки  
МП 022.Д4-17

Главный метролог  
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода  
«10» января 2017 г.

Москва  
2017 г.

## 1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры-толщинометры рентгенофлуоресцентные FISCHERSCOPE X-RAY XDV-SDD (далее по тексту – спектрометры-толщинометры), предназначенные для измерения толщины покрытий, а также для измерения массовой доли химических элементов в твердых и жидких образцах в соответствии с аттестованными методиками измерений, и устанавливает операции при проведении их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками – 1 год.

## 2 Операции поверки

2.1 При проведении первичной и периодической поверок выполняются операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность выполнения операции	
		При первичной поверке	При периодической поверке
Внешний осмотр	8.1	Да	Да
Опробование	8.2	Да	Да
Подтверждение соответствия программного обеспечения	8.3	Да	Да
Определение метрологических характеристик	8.4		
Определение диапазона измерения и расчет относительной погрешности измерения толщины покрытия	8.4.1	Да	Да
Определение диапазона измерений и расчет относительной погрешности измерения 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 средств 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 применяются средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение НД, регламентирующего метрологические и основные технические характеристики средства поверки	Основные технические и (или) метрологические характеристики
8.2	Набор калибровочных образцов «HELMUT FISCHER GMBH»	Чистые вещества: массовая доля элементов (S, Ti, Cr, Fe, Ni, Cu, Zn, Zr, Mo, Ag, Sn, W, Au, Pb) 100%
		Образец SnPb/Cu: массовая доля Sn – 62,17%; Pb – 37,83%
		Толщина покрытия:

		Au/Ni/Cu (Au 0,78 мкм, Ni 2,76 мкм) Au/Ni (Au 1,36 мкм) Ni/Cu (Ni 6,4 мкм)
8.2, 8.4.1	Набор мер толщины покрытий из состава из состава Государственного рабочего эталон единицы длины 2-го разряда по Р 50.2.006-2001	Диапазон значений толщины покрытия меры, мкм: от 0 до 22 Абсолютная погрешность результатов измерений толщины покрытия, мкм: $\pm$ (от 0,025 до 0,70) см. таблицу 3
8.4.2	Стандартный образец состава деформируемого сплава ВЖ175-ИД (комплект) ГСО 10126-2012	Массовая доля элементов (Cr, Ni, Fe) от 0,1 до 54,50 % Абсолютная погрешность аттестованных значений при доверительной вероятности $P=0,95$ от 0,00002 до 0,20 %
	Стандартный образец состава никеля ГСО 8570-2004	Массовая доля никеля от 99,74 до 99,98 %

Таблица 3

Номер образца	1	2	3	4	5
Толщина слоя, (мкм)	0	0,60	1,5	2,30	2,60
Пределы абсолютной погрешности измерений толщины слоя, (мкм)	0	$\pm 0,026$	$\pm 0,025$	$\pm 0,03$	$\pm 0,06$
Массовая доля Ni, (%)	0	100	100	100	100
Неопределенность, (%)	0	$\pm 2,26$	$\pm 2,25$	$\pm 2,40$	$\pm 2,50$
Номер образца	6	7	8	9	10
Толщина слоя, (мкм)	3,90	4,80	5,60	6,70	22
Пределы абсолютной погрешности измерений толщины слоя, (мкм)	$\pm 0,14$	$\pm 0,11$	$\pm 0,22$	$\pm 0,25$	$\pm 0,70$
Массовая доля Ni, (%)	100	100	100	100	100
Неопределенность, (%)	$\pm 2,70$	$\pm 2,60$	$\pm 2,65$	$\pm 2,70$	$\pm 2,70$

3.2 Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены и аттестованы в установленном порядке. Допускается также применение других средств, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых анализаторов с требуемой точностью.

#### 4 Требования к квалификации поверителей

4.1 К проведению поверки допускают лиц, изучивших настоящую методику поверки и Руководство по эксплуатации спектрометров-толщиномеров, имеющих квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда и 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 по требуемому виду измерений.

#### 5 Требования безопасности

5.1 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ 12.1.031-2010, ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда и эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н. 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.

5.2 Система электрического питания приборов должна быть защищена от колебаний и пиков сетевого напряжения, искровые генераторы не должны устанавливаться вблизи приборов.

5.3 При выполнении поверки должны соблюдаться требования, указанные в «Правилах техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденных Госэнергонадзором, а также требования руководства по эксплуатации спектрометров-толщиномеров.

5.4 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.

## **6 Условия проведения поверки**

6.1 Все этапы поверки, за исключением особо оговоренных, проводят при следующих условиях:


- температура окружающего воздуха, °С от 10 до 40;
- относительная влажность воздуха, %, не выше 95.

6.2 Помещение, где проводится поверка, должно быть чистым и сухим. В помещении не должно быть кислотных, щелочных и других газов, способных вызвать значительную коррозию металлов, а также газообразных органических растворителей (особенно бензина и разбавителя), способных вызвать коррозию краски.

6.3 Рядом с прибором не должно быть источников тепла, таких как газовая горелка, электронагреватель, печь и т.п. Допускаемый перепад температуры воздуха в течение поверки – не более 2 °С.

## **7 Подготовка к поверке**

7.1 Включите питание спектрометра-толщиномера сетевым выключателем, находящимся на правой стороне прибора.

7.2 Запустите программу WinFTM, дважды щелкнув значок WinFTM (). В начальном окне программы WinFTM нажмите кнопку **ОК**. Программа запустится, и будет инициализирован обмен данными между прибором и программой.

7.3 Выдержать спектрометр-толщиномер условиях, приведенных в п. 6.1 не менее 30 минут.


## **8 Проведение поверки**

### **8.1 Внешний осмотр**

8.1.1 Проверяют соответствие расположения органов управления, надписей и обозначений требованиям технической документации; отсутствие механических повреждений на корпусах спектрометров-толщиномеров, влияющих на их работоспособность; чистоту гнезд, разъемов и клемм.

8.2.2 Спектрометры-толщиномеры считаются прошедшими операцию поверки, если корпус, внешние элементы, органы управления и индикации не повреждены, отсутствуют механические повреждения и ослабления элементов конструкции.

### **8.2 Опробование**

8.2.1 Запустить главное окно программы дважды щелкнув значок WinFTM ().

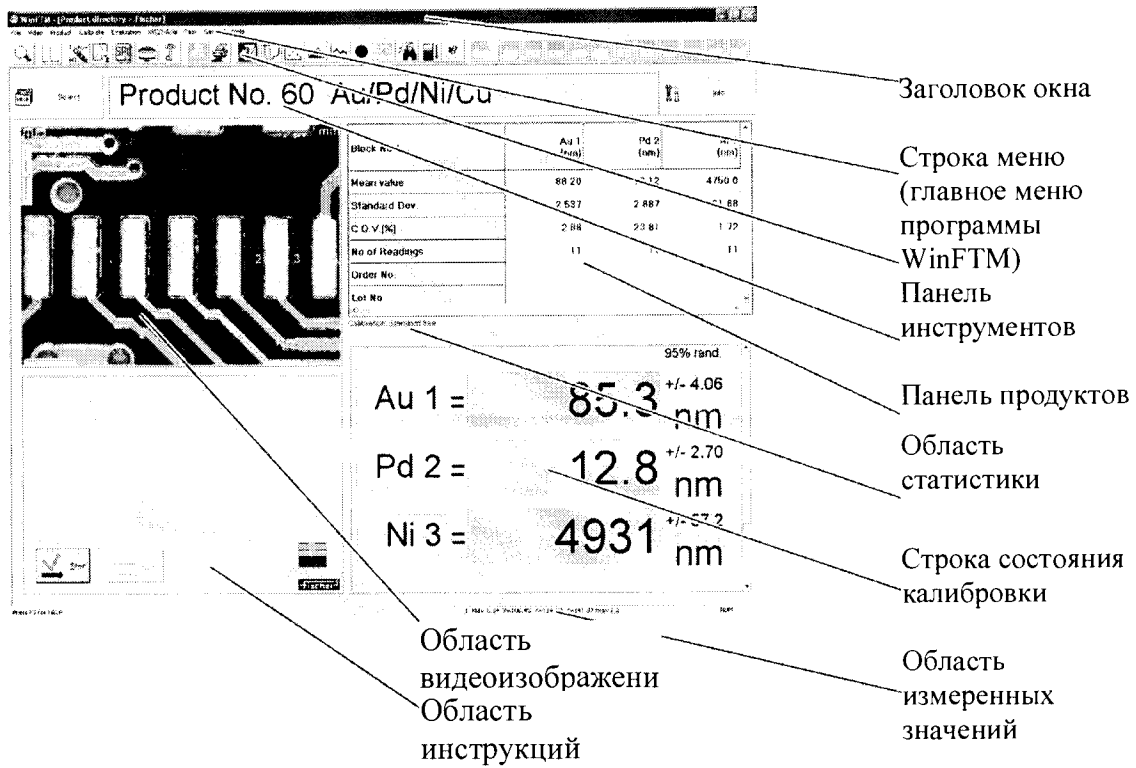


Рисунок 1

Строка состояния

8.2.2 Выберите вкладку Calibrate (Калибровка) – Def.MA new... (Создать Def.MA...) – Выбрать Thickness Mode (режим толщинометрии). Появится окно Definition of measuring conditions (определение условий измерения). В поле Label (Имя) введите имя нового файла. Введите поочередно послойный состав калибровочных образцов «HELMUT FISCHER GMBH» (см. рисунок 5), начиная с верхнего слоя и далее по порядку все слои, заканчивая материалом основы. Нажмите кнопку Input/Overwrite (Ввод/перезапись), появится окно Standart №1, введите наименование калибровочного образца. Нажмите кнопку **Info**

(Информация) . Появится окно Modify product (Изменение продукта). Выберите вкладку Application (Приложение). В открывшемся окне установите длительности измерения **T\_cal 60 секунд, N\_cal:** количество измерений – три.

8.2.3 После установки всех параметров, вернитесь в окно Definition of measuring conditions (определение условий измерения). Нажмите на кнопку New Layer (см. рисунок 2)

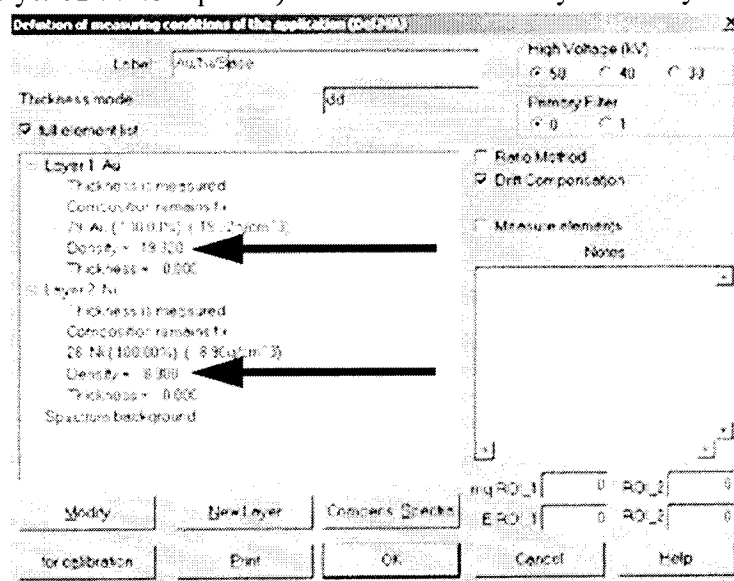


Рисунок 2

Появится окно Definition of Elements New Layer (Определение элементов – новый слой)

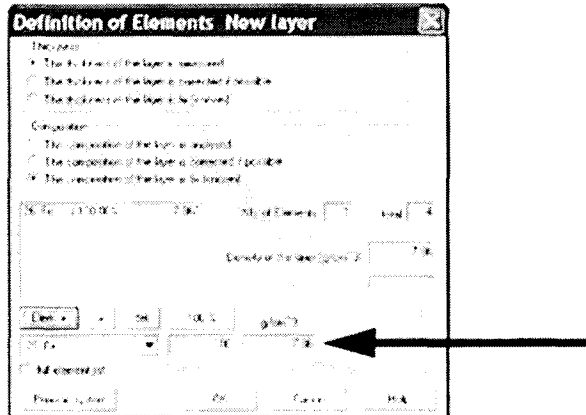


Рисунок 3

Разместите набор чистых элементов «HELMUT FISCHER GMBH» (см. рисунок 4) в измерительной камере, выполните фокусировку на соответствующий первому слою чистый элемент и нажмите клавишу Element+. После чего будет произведено измерение соответствующего элемента.

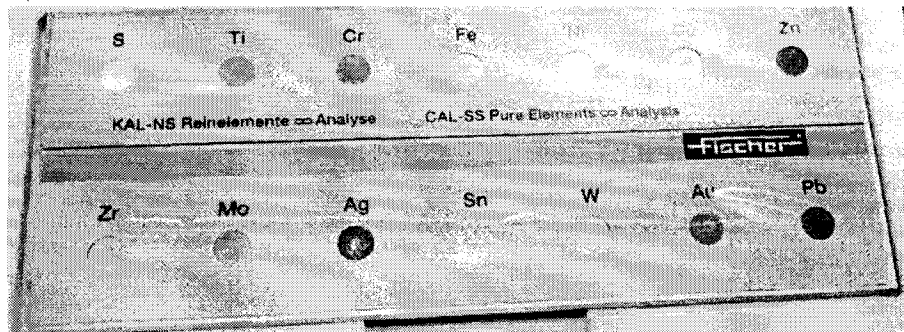


Рисунок 4

8.2.4 Повторите п.8.2.3 для каждого элемента каждого слоя, нажимая ОК после измерения параметров текущего слоя для сохранения данных.

8.2.5 Чтобы запустить процесс измерений, выберите команду Calibrate (Калибровка) – Calibrate (Выполнить). Программа предложит последовательно разместить калибровочные образцы на измерительной платформе и выполнить измерения на них.

8.2.6 Измерения толщины проводят на наборе калибровочных образцов «HELMUT FISCHER GMBH» (см. рисунок 5)

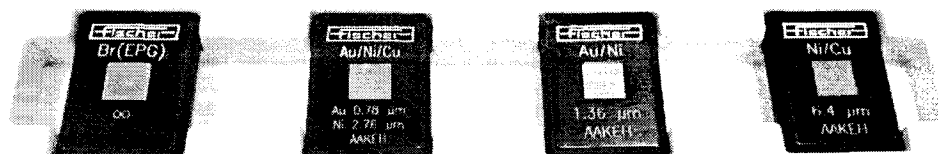


Рисунок 5

Для начала измерения необходимо нажать кнопку Start

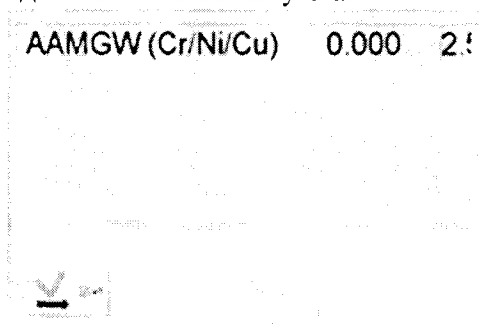


Рисунок 6

8.2.7 Для каждой меры набора рассчитать среднее арифметическое значение из полученных результатов по формуле 1:

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

где  $L_i$  - текущее значение толщины покрытия, мкм


$i$  – номер наблюдения,

$n$  – количество наблюдений

и относительную погрешность измерения толщины покрытия по формуле 2:

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

где  $L_{AT}$  – аттестованное значение толщины покрытия, приведенное в сертификате калибровки или паспорте на меру, мкм

8.2.8 В главном окне WinFTM выберите команду General (Общие) > Spectrum (Спектр). Расположите калибровочный образец SnPb/Cu на измерительной платформе, закройте дверцу измерительной камеры и сфокусируйте изображение. В окне Spectrum (Спектр) выберите команду View (Вид) > Elements (Элементы). Чтобы запустить измерение, нажмите кнопку . В окне программы появится окно спектра (см. рисунок 7)

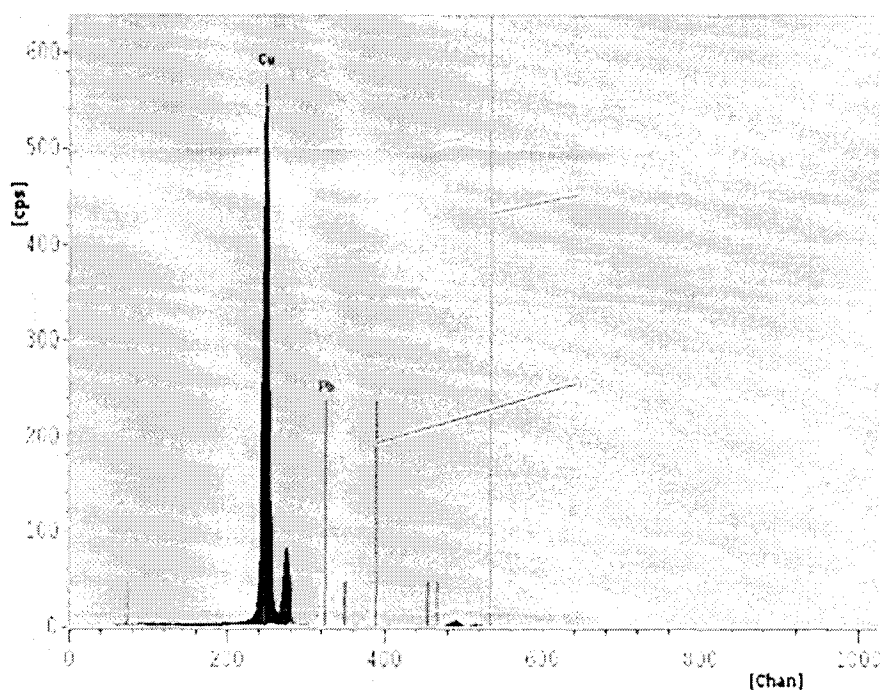


Рисунок 7

Каждый «пик» в спектре соответствует относительному максимуму на окружающем его фоне. Максимум коррелирует с количеством излучающих атомов соответствующего элемента. Чем выше пик, тем больше атомов данного элемента присутствует в образце, т. е., тем выше в нем концентрация этого элемента. Таким образом, интенсивность спектральной линии является количественной мерой состава образца. Под окном спектра отобразится табличка с полученными значениями массовой доли элементов в %.

Проведите трехкратные измерения массовой доли каждого элемента меры.

8.2.9 Рассчитать среднее арифметическое значение массовой доли элементов по формуле 4:

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

где  $\omega_i$  - текущее значение массовой доли измеряемого элемента, %

$i$  – номер наблюдения,  
 $n$  – количество наблюдений.

и относительную погрешность измерений массовой доли по формуле 5:

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

где  $\omega_{AT}$  – аттестованное значение массовой доли элемента, приведенное в свидетельстве о поверке (сертификате калибровки) или паспорте на меру, %

8.2.10 Спектрометры-толщинометры считаются прошедшим операцию поверки, если контрольное измерение калибровочных образцов прошло успешно, а отклонение показаний толщины покрытия и массовой доли элементов не превышает  $\pm 5\%$ .

### 8.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

8.3.1 Проверяют соответствие идентификационных данных программного обеспечения сведениям, приведенным в описании типа на спектрометры-толщинометры.

8.3.2 Для просмотра идентификационных данных программного обеспечения спектрометров-толщинометров необходимо в главном окне программы WinFTM Basic+PDM или WinFTM Super (см. рисунок 1) зайти во вкладку Help и затем нажать на раздел About. После этого в главном окне программы отобразится наименование и номер версии программного обеспечения.

8.3.3 Спектрометры-толщинометры считаются прошедшим операцию поверки, если идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	Идентификационное наименование ПО	WinFTM Basic+PDM
Номер версии (идентификационный номер) ПО	6.32 и выше	6.32 и выше

### 8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение диапазона измерения и расчет относительной погрешности измерения толщины покрытия

8.4.1.1 В главном окне программы выбрать закладку Продукт. В диалоговом окне Select an application (Выбор приложения) нажать кнопку New (Создать). Появится диалоговое окно Select a Def.MA (Выбор Def.MA). Выберите файл Def.MA и нажмите кнопку ОК. Появится диалоговое окно Input of application name (Ввод имени приложения). В поле Name (Имя) введите имя приложения (Ni/Fe).

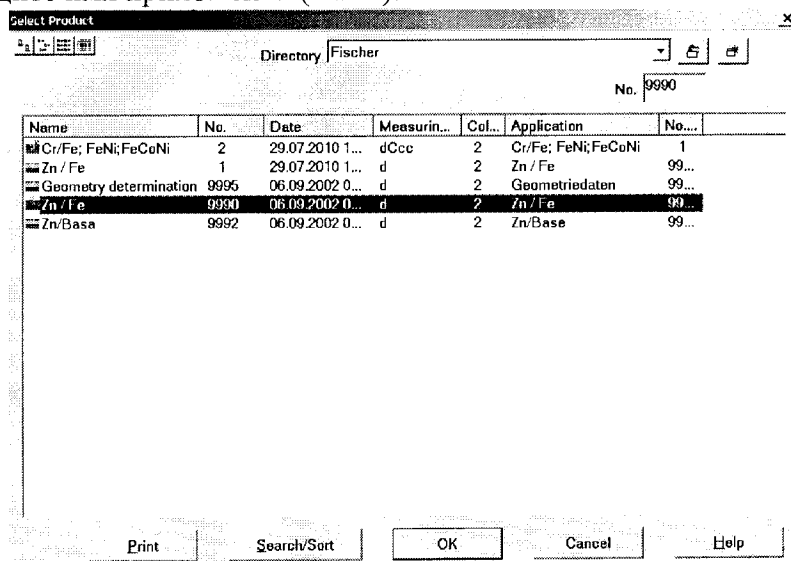


Рисунок 8



8.4.1.2 Выберите режим измерения Thickness Mode (режим толщинометрии). Нажмите кнопку New Layer (Новый слой). Появится окно Definition of Elements New Layer (Определение элементов — новый слой). Нажмите кнопку Periodic system (Периодическая система). В окне Periodic system (Периодическая система) щелкните на значок элемент, из которого состоит исследуемый слой меры из Набора мер толщины покрытий из состава ГЭТ 196-2015 (Ni). Элемент, его процентная доля в составе и плотность отображаются в нижней области окна Definition of Elements New Layer (Определение элементов — новый слой). Нажмите кнопку Elem.+ (Элем.+), чтобы перенести введенные значения в поле индикации.

8.4.1.3 В окне Definition of measuring conditions (определение условий измерения) пропишите размер коллиматора 0,5 мм, время измерения 30 с, введите число измерений для образца равным 5.

8.4.1.4 Установить поочередно меры Ni/Fe из набора мер толщины покрытий из состава Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов ГЭТ 196-2015 в измерительную камеру спектрометра-толщиномера на измерительную платформу и провести пятикратное измерение толщины покрытия для каждой меры. Для этого сфокусируйте видеоизображение, наведя на область измерения указатель мыши и перемещая его вверх или вниз. После фокусировки нажмите на кнопку Start (см. рисунок 6) для запуска процесса измерения. Результаты измерений выводятся на экран компьютера в области измеренных значений.

8.4.1.5 Для каждой меры набора рассчитать среднее арифметическое значение из полученных результатов по формуле 1 и относительную погрешность измерения толщины покрытия по формуле 2.

8.4.1.6 Спектрометры-толщиномеры считаются прошедшим операцию поверки, если диапазон измерений толщины покрытия составляет от 0,001 до 22 мкм, а относительная погрешность измерения толщины покрытия не превышает  $\pm 10\%$ .

#### 8.4.2 Определение диапазона измерений и расчет относительной погрешности измерения массовой доли элементов

8.4.2.1 В главном окне WinFTM выберите команду General (Общие) > Spectrum (Спектр). Установите следующие параметры измерения: высокое напряжение 50кВ, коллиматор  $3 = 1,00 \text{ Dm}$ ; ток анода 375  $\mu\text{A}$ ; расстояние 0,04 мм, время измерения 30 с, выбрать из всплывающего списка значки элементов, массовую долю которых необходимо измерить, а также установить единицы измерений состава - % (проценты). Провести калибровку. Для этого установить поочередно на столик для образцов каждый из пяти стандартных образцов состава деформируемого сплава ВЖ175-ИД (комплект) ГСО 10126-2012. Внести в программу данные по содержанию основных элементов сплава, массовая доля которых находится на границах и в середине заявленного диапазона измерения массовой доли (Fe, Cr, Ni), из паспорта на комплект и провести измерение образца.

Наименование элемента	Массовая доля элементов в стандартных образцах из состава ГСО 10126-2012, %				
	ВЖ175-ИД1	ВЖ175-ИД2	ВЖ175-ИД3	ВЖ175-ИД4	ВЖ175-ИД5
Cr	9,33	8,69	10,39	10,69	12,92
Ni	54,80	54,70	55,50	54,80	54,70
Fe	0,44	0,69	0,15	0,24	0,58

Программное обеспечение автоматически введет корректировочные коэффициенты.

8.4.2.2 Из комплекта стандартных образцов выбираем ВЖ175-ИД3, так как у него самый широкий диапазон воспроизведения массовой доли элементов. Выполнить пятикратные измерения массовой доли Fe, Cr и Ni и рассчитать среднее арифметическое значение по формуле 4 и относительную погрешность измерений массовой доли по формуле 5.

8.4.2.4 Выполнить пятикратные измерения массовой доли Ni в стандартном образце состава никеля ГСО 8570-2004 согласно п.8.2.8 настоящей методики поверки. Рассчитать среднее арифметическое значение из полученных результатов по формуле 4 и относительную погрешность измерения массовой доли по формуле 5.

8.4.2.5 Спектрометры-толщиномеры считаются прошедшим операцию поверки, если диапазон измерений массовой доли элементов составляет от 0,01 до 100 %, а относительная погрешность измерения массовой доли элементов не превышает  $\pm 10$  %.

## 9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты поверки заносятся в протокол (форма протокола приведена в приложении 1 настоящей методики поверки).

9.2 Спектрометры-толщиномеры, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдаётся свидетельство о поверке установленной формы с указанием полученных по п.п. 8.4.1 - 8.4.2 фактических значений метрологических характеристик спектрометров-толщиномеров и наносят знак поверки (место нанесения указано в описании типа) согласно Приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», и спектрометры-толщиномеры допускают к эксплуатации.

9.3 Спектрометры-толщиномеры, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодными, не допускаются к применению и на них выдается извещение о непригодности с указанием причин. Свидетельство о предыдущей поверке и знак поверки аннулируют и выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»



А.В. Иванов

Ведущий инженер ФГУП «ВНИИОФИ»



А.Н. Шобина

Старший научный сотрудник ФГУП «ВНИИОФИ»



Я.И. Ермакова

**ПРИЛОЖЕНИЕ 1**  
**к Методике поверки МП 022.Д4-17**  
**«Спектрометры-толщиномеры**  
**рентгенофлуоресцентные FISCHERSCOPE X-RAY XDV-SDD»**

**ПРОТОКОЛ**

первичной / периодической поверки

от « \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 201\_\_ года

**Средство измерений:** Спектрометр-толщиномер рентгенофлуоресцентный FISCHERSCOPE  
(Наименование СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков)

X-RAY XDV-SDD

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 «ГСИ. Спектрометры-толщиномеры рентгенофлуоресцентные FISCHERSCOPE X-RAY XDV-SDD. Методика поверки МП 022.Д4-17 », утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» «10» января 2017 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 от 10 до 40
- относительная влажность, %, не более 95

**Получены результаты поверки метрологических характеристик:**

Характеристика	Результат	Требования методики поверки
Диапазон измерений толщины покрытия, мкм		от 0,001 до 22
Пределы допускаемой относительной погрешности измерения толщины покрытия в диапазоне от 0,001 до 22 мкм, %		±10
Диапазон измерений массовой доли элементов, %		от 0,01 до 100
Пределы допускаемой относительной погрешности измерения массовой доли элементов, %		±10

**Рекомендации** \_\_\_\_\_  
Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

**Исполнители:** \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_ подписи, ФИО, должность