

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

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских

« 11 » 03 2016 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

СИСТЕМЫ РЕНТГЕНОВСКОГО
ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННОГО МИКРОАНАЛИЗА
QUANTAX EDS

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 79-223-2015

и.р. 64277-16

Екатеринбург
2016

Предисловие

1 РАЗРАБОТАНА

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)

2 ИСПОЛНИТЕЛИ

Терентьев Г.И., Ким Н.А.

3 ПОДГОТОВЛЕНА К УТВЕРЖДЕНИЮ

Лабораторией физических и химических методов метрологической аттестации стандартных образцов ФГУП «УНИИМ»

4 УТВЕРЖДЕНА

ФГУП «УНИИМ»

2016 г.

5 ЗАРЕГИСТРИРОВАНА

ФГУП «УНИИМ»

2015 г.

6 ВВЕДЕНА ВПЕРВЫЕ

Содержание

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

Государственная система обеспечения единства измерений
СИСТЕМЫ РЕНТГЕНОВСКОГО
ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННОГО МИКРОАНАЛИЗА QUANTAX EDS
Методика поверки

Дата введения 2016-03-14

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на системы рентгеновского энергодисперсионного микроанализа Quantax EDS (далее – системы Quantax EDS), производимые «Bruker Nano GmbH», Германия, и предназначенные для измерений массовой доли элементов от бериллия до америция в различных твердых (монокристаллы и порошки) веществах и материалах, а также анализа состава тонких слоев и частиц в соответствии с методиками измерений, аттестованными или стандартизованными в установленном порядке.

Методика устанавливает методы и средства первичной и периодической поверки систем Quantax EDS.

Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике использованы ссылки на следующие нормативные документы:
ГОСТ 8.315-97 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов
ГОСТ 8.395-80 ГСИ. Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования
ГОСТ 12.3.019-80 Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности

ГОСТ Р 8.563-2009 ГСИ. Методики (методы) измерений

ГОСТ Р 8.736-2011 ГСИ. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения

РД 153-34.0-03.150-00 ПОТ Р М-016-2001 «Межотраслевые правила по охране труда при эксплуатации электроустановок»

ОСПОРБ-99/2010 СП 2.6.1.2612-10 «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности. Санитарные правила и нормативы»

НРБ-99/2009 СанПиН 2.6.1.1015-01 «Нормы радиационной безопасности»

Приказ Минпромторга России № 1815 от 02 июля 2015 г. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

3 Операции поверки

3.1 При проведении поверки систем Quantax EDS выполняют операции, указанные в таблице 1.

3.2 При получении отрицательных результатов при проведении любой из операций, указанных в таблице 1, поверку прекращают и признают поверяемую систему Quantax EDS несоответствующей установленным в описании типа метрологическим требованиям и непригодной к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений.

П р и м е ч а н и е – Периодическую поверку систем Quantax EDS, предназначенных для измерений (воспроизведения) нескольких величин и имеющих несколько поддиапазонов измерений массовой доли элементов, но используемых для измерений (воспроизведения) меньшего числа величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений, допускается проводить для меньшего числа величин или меньшем числе поддиапазонов измерений на основании письменного заявления владельца средства измерений. Соответствующая запись должна быть сделана в свидетельстве о поверке.

Т а б л и ц а 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта НД по поверке	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	8.1	Да	Да
Проверка мощности амбиентного эквивалента дозы рентгеновского излучения	8.2	Да	Нет
Проверка электрической прочности изоляции	8.3	Да	Нет
Проверка электрического сопротивления изоляции	8.4	Да	Нет
Опробование	8.5	Да	Да
Проверка спектрального разрешения линии K_{α} Mn (5,9 кэВ)	8.6	Да	Да
Проверка относительного СКО выходного сигнала и подтверждение максимальной скорости счета	8.7	Да	Да
Проверка СКО случайной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли элементов	8.8	Да *	Да *
Проверка относительной погрешности измерений массовой доли элементов	8.9	Да *	Да *
Подтверждение диапазона измерений массовой доли элементов и диапазона определяемых элементов	8.10	Да *	Нет *

* Поверку по 8.8 - 8.10 настоящей методики проводят при использовании дополнительного модуля программного обеспечения систем Quantax EDS для измерений со стандартными образцами.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки систем Quantax EDS применяют:

4.1.1 Стандартные образцы состава сталей легированных – ГСО 4506-92П – 4510-92П (комплект СО ЛГ32 - ЛГ36), образцы с индексами ЛГ32, ЛГ 34 (рекомендуемые элементы: С, Si, Cr, Ni, W, Mo), абсолютная погрешность аттестованных значений массовых долей элементов от 0,002 % до 0,06 %, образец с индексом ЛГ 36 (рекомендуемый элемент: Mn с содержанием 1,97 %), абсолютная погрешность аттестованного значения 0,03 %;

4.1.2 Стандартные образцы состава латуни оловянно-свинцовой ЛЦ25С2 (комплект М171) – ГСО 6319-92÷6323-92, образцы с индексами 1711, 1715 (рекомендуемые элементы: Sn, Pb, Si, Al, Cu, Zn), абсолютная погрешность аттестованных значений массовых долей элементов от 0,02 % до 0,7 %;

4.1.3 Мегаомметр М 4100/3, диапазон измерений от 0 до 100 МОм, класс точности 1.

4.1.4 Секундомер механический СОСпр-26-2-010, класс точности 2, емкость шкалы: секундной – 60 с, минутной – 60 мин, цена деления шкалы: секундной – 0,2 с, минутной – 1 мин.

4.1.5 Прибор для испытания электрической прочности изоляции УПУ-10, выходное напряжение от 0,2 до 10 кВ, относительное отклонение от заданного значения напряжения $\pm 4\%$.

4.1.6 Дозиметр-радиометр ДРБП-03 в составе: выносной блок детектирования БДГ-01, пульт (каналы 1; 4) с диапазоном измерений мощности амбиентного эквивалента дозы

(МЭД) от 0,01 мкЗв/ч до 1000 мЗв/ч, пределы допускаемой основной относительной погрешности измерений МЭД $\pm(15+4/N)$ %, где N – измеренные численные значения МЭД, мкЗв/ч или мЗв/ч.

4.1.7 Рулетка измерительная РФ2-5-19 «ЭНКОР-1», диапазон измерений от 0 до 5 м, цена деления 1 мм, 3 класс точности.

П р и м е ч а н и е – Допускается применение других СО состава утвержденного типа, допущенных к применению в соответствии с требованиями ГОСТ 8.315, соответствующих области применения системы Quantax EDS и предназначенных для градуировки, поверки и контроля точности измерений рентгенофлуоресцентных анализаторов (спектрометров), а также средств измерений с метрологическими характеристиками, обеспечивающими необходимую точность.

4.2 Для проведения периодической поверки системы Quantax EDS могут быть использованы стандартизованные или аттестованные в соответствии с ГОСТ Р 8.563 методики измерений, отвечающие области применения систем Quantax EDS, если система Quantax EDS включена в перечень средств измерений, указанных в методиках измерений. В данном случае, периодическую поверку проводят в соответствии с разделом «Контроль точности» используемых методик.

П р и м е ч а н и е – При отсутствии стандартизованных или аттестованных в соответствии с ГОСТ Р 8.563 методик измерений проверку относительной погрешности измерений массовой доли элементов проводят согласно 8.9.

5 Требования безопасности

При проведении поверки системы Quantax EDS соблюдают требования безопасности электрических испытаний и измерений согласно ГОСТ 12.3.019, РД 153-34.0-03.150-00 ПОТ Р М-016-2001 «Межотраслевые правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», а также требования «Основных санитарных правил обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99/2010)» и «Норм радиационной безопасности (НРБ-99/2009)».

6 Требования к квалификации поверителей

К поверке системы Quantax EDS допускаются лица, изучившие «Руководство по эксплуатации» поверяемого средства измерений, правила техники безопасности при работе с ним, настоящую методику поверки, имеющие вторую квалификационную группу по электробезопасности (до 1000 В), допуск к работе с источниками и средствами измерений ионизирующих излучений и работающие в организации, аккредитованной на право поверки средств измерений физико-химического состава и свойств веществ.

7 Условия поверки и подготовка к ней

7.1 Поверку системы Quantax EDS согласно ГОСТ 8.395 проводят при следующих условиях:

- | | |
|------------------------------------------------|---------------|
| - температура окружающей среды, °С | 20±5; |
| - относительная влажность воздуха, %, не более | 60; |
| - атмосферное давление, кПа | от 84 до 106. |

7.3 Перед проведением поверки проверяют наличие эксплуатационной документации на системы Quantax EDS («Руководство по эксплуатации»), проводят подготовку поверяемой системы Quantax EDS к работе в соответствии с «Руководством по эксплуатации».

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре поверяемой системы Quantax EDS устанавливают:

- соответствие комплектности (без запасных частей) и внешнего вида требованиям «Руководства по эксплуатации»;
- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность системы Quantax EDS;
- наличие маркировки и четких надписей на основных блоках системы Quantax EDS;
- исправность органов управления системы Quantax EDS.

При обнаружении какого-либо несоответствия поверку не проводят.

8.2 Проверка мощности амбиентного эквивалента дозы рентгеновского излучения

При первичной поверке систему Quantax EDS проверяют на радиационную безопасность. При этом проверяют жесткость механического крепления и достаточность защиты от ионизирующего излучения детектора системы Quantax EDS в рабочем состоянии детектора.

Проверяют мощность амбиентного эквивалента дозы рентгеновского излучения с помощью дозиметра-радиометра ДРБП-03, указанного в 4.1.6, устанавливая соответствие системы Quantax EDS требованиям документов «Нормы радиационной безопасности» СП 2.6.1.2523-09 (НРБ-99/2009) и «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности» СП 2.6.1.2612-10 (ОСПОРБ 99/2010).

Считают, что система Quantax EDS выдержала поверку по 8.2, если мощность амбиентного эквивалента дозы рентгеновского излучения на расстоянии 0,1 м от поверхности работающего детектора системы Quantax EDS не превышает 1,0 мкЗв/ч, а на расстоянии 1 м от поверхности работающего детектора системы Quantax EDS не превышает уровня фонового излучения.

8.3 Проверка электрической прочности изоляции

Требования к изоляции распространяются на электрические цепи СИ, доступ к которым возможен без вскрытия (демонтажа) СИ, т.е. на первичные электрические цепи.

Электрическую прочность изоляции первичных электрических цепей системы Quantax EDS проверяют при первичной поверке приложением синусоидального напряжения от прибора для испытания электрической прочности изоляции УПУ-10, указанного в таблице 4.1.5, между заземленными деталями системы Quantax EDS и проводом испытываемой цепи в течение 1 мин, испытательное напряжение – не менее 1,5 кВ.

Испытательное напряжение прикладывают к замкнутым между собой контактам сетевой вилки и контакту заземления системы Quantax EDS. При этом электрическое питание системы Quantax EDS должно быть отключено. Сетевые предохранители должны быть вынуты.

Подачу испытательного напряжения проводят со значения, не превышающего рабочего напряжения, равного 220 В.

Повышение и понижение испытательного напряжения следует проводить плавно со скоростью, допускающей возможность снятия показаний, но не более 100 В/с. Изоляцию первичных электрических цепей системы Quantax EDS выдерживают под действием испытательного напряжения в течение 1 мин. Затем напряжение плавно снижают до нуля.

Считают, что система Quantax EDS выдержала поверку по 8.3, если электрического пробоя изоляции не произошло.

8.4 Проверка электрического сопротивления изоляции

Проверку электрического сопротивления изоляции первичных электрических цепей системы Quantax EDS проводят при первичной поверке с помощью мегаомметра М 4100/3, указанного в 4.1.3, при напряжении постоянного тока 500 В. Мегомметр подключают между объединенными вместе зажимами цепей питания и корпусом системы Quantax EDS. Испытательное напряжение прикладывают к каждому контакту вилки сетевого питания и контакту заземления системы Quantax EDS. При этом электрическое питание системы Quantax EDS должно быть отключено, сетевые предохранители должны быть вынуты. Измерение электрического сопротивления изоляции проводят через 1 мин после приложения испытательного напряжения или меньшее время, если показания мегаомметра стабилизируются.

Считают, что система Quantax EDS выдержала поверку по 8.4, если электрическое сопротивление изоляции при нормальных климатических условиях составляет не менее 20 МОм.

8.5 Опробование

Процедура опробования включает в себя проверку работоспособности (п. 8.5.1) и проверку идентификационных данных программного обеспечения (п. 8.5.2) поверяемой системы Quantax EDS.

8.5.1 Включают систему Quantax EDS как указано в «Руководстве по эксплуатации». Проверяют, что все режимы работы, а также параметры, соответствующие заданному режиму, высвечиваются на мониторе серверного (управляющего) компьютера системы Quantax EDS. Выбор необходимого режима измерений, а также выполнение команд, производят в соответствии «Руководством по эксплуатации».

8.5.2 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (ПО) поверяемой системы Quantax EDS.

Проверку идентификационных данных программного обеспечения (ПО) проводят при включении поверяемой системы Quantax EDS путем запуска программы ESPRIT с рабочего стола серверного компьютера при помощи ярлыка программы ESPRIT и вывода на монитор серверного компьютера системы Quantax EDS идентификационного наименования и номера версии ПО. Идентификационное наименование и номер версии ПО поверяемой системы Quantax EDS должны соответствовать данным, приведенным в таблице 2.

Цифровой идентификатор ПО поверяемой системы Quantax EDS проверяют с помощью программы MD5 Hasher (программа находится в свободном доступе на сайте <http://freesoft.ru>). Для этого установочную папку программы ESPRIT открывают через окно «Обзор» программы MD5 Hasher. Вычисленный цифровой идентификатор ПО должен соответствовать указанному в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 – Идентификационные данные ПО системы Quantax EDS

Идентификационное наименование программного обеспечения	Номер версии (идентификационный номер программного обеспечения)	Цифровой идентификатор программного обеспечения (контрольная сумма исполняемого кода)	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора программного обеспечения
ESPRIT	Не ниже 1.8.X	4bc75bebec33c3fb 2bb2efbbf823c729	MD5 Hasher

8.6 Проверка спектрального разрешения линии К_α Мп (5,9 кэВ)

Спектральное разрешение системы Quantax EDS определяют по линии К_α Мп (5,9 кэВ).

При проверке спектрального разрешения линии используют один СО состава из комплекта ГСО 4506-92П – 4510-92П, с содержанием Mn от 1 % до 10 % и не содержащий элементы, спектральные линии которых перекрывают линию Mn, например, образец с индексом ЛГ36 с содержанием Mn 1,97 %.

Проводят регистрацию спектральной линии марганца и определяют ее ширину на половине высоты, получая значение спектрального разрешения. Данные получают с помощью ПО системы Quantax EDS, используя с функцию автоматического определения параметра.

Считают, что система Quantax EDS выдержала поверку по 8.6, если значение спектрального разрешения находится в интервале от 121 до 145 эВ (зависит от площади детектора поверяемой системы Quantax EDS).

8.7 Проверка относительного СКО выходного сигнала и подтверждение максимальной скорости счета

Проверку относительного СКО выходного сигнала проводят с использованием одного СО состава из комплекта ГСО 4506-92П – 4510-92П, например, образца с индексом ЛГ32. Проверку выполняют путем набора импульсов от СО состава и определения скоростей счета, соответствующих определяемым элементам: C, Si, Cr, Ni, W, Mo.

На линии каждого определяемого элемента проводят не менее десяти измерений ($n \geq 10$) скорости счета. Время экспозиции 100 с.

Вычисляют среднее арифметическое значение скорости счета по формуле

$$\bar{N}_i = \frac{\sum_{j=1}^n N_{ij}}{n}, \quad (8.1)$$

где N_{ij} - результат j-го измерения скорости счета на линии i-го элемента, имп/с.

По результатам n измерений скорости счета для i-го элемента в СО состава рассчитывают среднее квадратическое отклонение (СКО) результата измерений скорости счета по формуле (8.2)

$$S_i = \sqrt{\frac{1}{n \cdot (n-1)} \sum_{j=1}^n (N_{ij} - \bar{N}_i)^2}. \quad (8.2)$$

За оценку относительного СКО выходного сигнала для i-го элемента в СО состава принимают относительное СКО результата измерений скорости счета $-S_{ri}$, определяемое по формуле

$$S_{ri} = \frac{S_i}{\bar{N}_i} \cdot 100\%. \quad (8.3)$$

Подтверждение максимальной скорости счета проводят в ходе проверки относительного СКО выходного сигнала.

Данные по максимальной скорости счета получают с помощью ПО системы Quantax EDS, используя режим максимальной статистической загрузки, функция картирования. Устанавливают факт измерения максимальной скорости счета не менее 600 000 имп/с от аттестованных элементов в СО состава в пределах нормированного значения относительного СКО выходного сигнала.

Считают, что система Quantax EDS выдержала поверку по 8.7, если относительное СКО выходного сигнала не превышает 0,5 % по всем определяемым элементам.

8.8 Проверка СКО случайной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли элементов

Проверку СКО случайной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли элементов проводят с помощью СО состава утвержденных типов (ГСО), указанных в 4.1.1 и 4.1.2. Используют СО состава с массовыми долями определяемых элементов, перекрывающими весь диапазон измерений системы Quantax EDS.

Проверку СКО случайной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли элементов проводят шести элементам из аттестованных в ГСО состава, с содержанием исследуемых элементов в начале, середине и конце диапазона измерений систем Quantax EDS, выбирая элементы из начала, середины и конца диапазона определяемых системой Quantax EDS элементов:

- в СО состава сталей – ГСО 4506-92П – 4510-92П, рекомендуемые СО с индексами ЛГ32, ЛГ 34, рекомендуемые для измерений элементы: С, Si, Cr, Ni, W, Mo;

- в СО состава латуни – ГСО 6319-92÷6323-92, рекомендуемые СО с индексами 1711, 1715, рекомендуемые для измерений элементы: Sn, Pb, Si, Al, Cu, Zn.

Примечание – При периодической поверке допускается проведение поверки по 8.8 и 8.9 не менее чем по двум СО состава (например, образца с индексом ЛГ 34 из комплекта ГСО 4506-92П – 4510-92П и образца с индексом 1715 из комплекта ГСО 6319-92÷6323-92) не менее чем по четырем рекомендуемым для измерений элементам.

При определении массовых долей элементов в СО состава используют дополнительный модуль программного обеспечения системы Quantax EDS, реализующего теоретические уравнения, связывающие интенсивность аналитического сигнала от элемента и его содержание в веществе (материале).

В соответствии с «Руководством по эксплуатации» в одинаковых для лаборатории условиях выполняют десятикратные измерения ($n=10$) массовой доли исследуемого элемента в j -ом СО состава с повторной установкой образца.

По результатам n измерений массовой доли i -го элемента в j -ом СО состава рассчитывают среднее квадратическое отклонение (СКО) результата измерений массовой доли i -го элемента в j -ом СО состава по формуле (8.4)

$$S_{ij} = \sqrt{\frac{1}{n \cdot (n-1)} \sum_{l=1}^{10} (y_{ijl} - \bar{y}_{ij})^2}, \quad (8.4)$$

где

$$\bar{y}_{ij} = \frac{1}{n} \sum_{l=1}^{10} y_{ijl}, \quad (8.5)$$

где y_{ijl} – l -ое измеренное значение массовой доли i -го элемента в j -ом образце;

\bar{y}_{ij} – среднее арифметическое значение массовой доли i -го элемента в j -ом образце.

За оценку случайной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли i -го элемента в j -ом СО состава принимают относительное СКО случайной составляющей погрешности – S_{rij} , определяемое по формуле

$$S_{rij} = \frac{S_{ij}}{y_{ij}} \cdot 100\%. \quad (8.6)$$

Считают, что система Quantax EDS выдержала поверку по 8.8, если рассчитанные по формуле (8.6) значения S_{rij} не превышают допускаемого предела, нормированного в технической документации на системы Quantax EDS и указанного в таблице 3, либо, в случае использования стандартизованной или аттестованной методики измерений, должны быть меньше или равны приписанных значений показателя точности (СКО повторяемости) используемой методики измерений, выраженного в относительной форме.

Т а б л и ц а 3 – Нормированные значения СКО

Наименование характеристики	Значение характеристики
Предел допускаемого СКО случайной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли элементов, %, в поддиапазоне измерений:	
- от 0,1 до 1,5 % включ.	10
- св. 1,5 « 10,0 % «	5,0
- « 10,0 « 20,0 % «	2,0
- « 20,0 « 100,0 % «	1,0

8.9 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли элементов

Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов системы Quantax EDS проводят с помощью СО состава утвержденного типа (ГСО), указанных в 4.1.1 и 4.1.2. Используют СО состава с массовыми долями определяемых элементов, перекрывающими весь диапазон измерений системы Quantax EDS.

Рекомендуемые для измерений СО состава и определяемые элементы указаны в 8.8.

При определении массовых долей элементов в СО состава используют дополнительный модуль программного обеспечения системы Quantax EDS, реализующего теоретические уравнения, связывающие интенсивность аналитического сигнала от элемента и его содержание в веществе (материале).

При проверке относительной погрешности измерений массовой доли элементов при проведении периодической поверки системы Quantax EDS допускается использовать методики измерений, стандартизованные или аттестованные в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563-2009 (при их наличии), если система Quantax EDS включена в перечень средств измерений, указанных в методиках измерений.

При отсутствии стандартизованных или аттестованных в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 методик измерений проверку относительной погрешности измерений массовой доли элементов проводят по следующему алгоритму.

Для проверки относительной погрешности измерений массовой доли элементов поверяемой системы Quantax EDS оценивают случайную и систематическую составляющие относительной погрешности измерений массовой доли i-го элемента в j-ом СО состава.

Для этого в соответствии с «Руководством по эксплуатации» системы Quantax EDS в одинаковых для лаборатории условиях выполняют десятикратные измерения (n=10) массовой доли i-го исследуемого элемента в j-ом СО состава с повторной установкой образца.

Проводят оценку случайной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли i-го элемента в j-ом СО состава согласно 8.8.

Для оценки систематической составляющей относительной погрешности измерений массовой доли элементов вычисляют модули разности между 1-ым измеренным значением массовой доли i-го аттестованного элемента в j-ом СО состава $-y_{ij}$, и его значением, приведенным в паспорте на СО состава $-y_{Amij}$:

$$\Delta_{Cij}(CO) = |y_{ijl} - y_{Amij}|. \quad (8.7)$$

По полученным разностям определяют среднее значение

$$\Delta_{Cij}(CO) = \frac{1}{n} \sum_{l=1}^n \Delta_{Cijl}(CO). \quad (8.8)$$

За оценку систематической составляющей абсолютной погрешности измерений массовой доли *i*-го элемента в *j*-ом СО состава с учетом погрешности аттестованного значения *i*-го элемента *j*-ого стандартного образца Δ_{COij} , принимают значение, рассчитываемое по формуле

$$\Delta_{Cij} = \pm (|\Delta_{Cij}(CO)| + |\Delta_{COij}|). \quad (8.9)$$

Оценку систематической составляющей относительной погрешности измерений массовой доли *i*-го элемента в *j*-ом СО состава определяют по формуле

$$\delta_{Cij} = \frac{\Delta_{Cij}}{y_{ij}} \cdot 100\%. \quad (8.10)$$

Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов проводят расчетным путем согласно ГОСТ Р 8.736-2011.

Относительную погрешность измерений массовой доли *i*-го элемента в *j*-ом СО состава вычисляют по формуле

$$\delta_{ij} = \pm k_{ij} \cdot S_{\Sigma ij}, \quad (8.11)$$

где k_{ij} – коэффициент, зависящий от соотношения случайной и систематической составляющих погрешности;

$S_{\Sigma ij}$ – оценка суммарного СКО результата измерения.

Суммарное среднее квадратическое отклонение $S_{\Sigma ij}$ оценки измеряемой величины вычисляют по формуле

$$S_{\Sigma ij} = \sqrt{(S_{rij})^2 + \frac{\delta_{Cij}^2}{3}}. \quad (8.12)$$

Коэффициент k_{ij} вычисляют по формуле

$$k_{ij} = \frac{t \cdot S_{rij} + \delta_{Cij}}{S_{rij} + \sqrt{\frac{\delta_{Cij}^2}{3}}}, \quad (8.13)$$

где t – коэффициент Стьюдента, который при доверительной вероятности $P = 0,95$ в зависимости от числа измерений n находят по таблице, приведенной в ГОСТ Р 8.736-2011, ($t(n=10; P=0,95)=2,262$).

Считают, что система Quantax EDS выдержала поверку по 8.9, если полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли элементов не превышают допустимых пределов, нормированных в технической документации на системы Quantax EDS для конкретного поддиапазона измерений и указанных в таблице 4.

П р и м е ч а н и е – При наличии стандартизованной или аттестованной в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563-2009 методики измерений, сравнивают полученные значения относительного СКО случайной составляющей погрешности – S_{rij} , относительной систематической составляющей погрешности – δ_{cij} , и относительной погрешности измерений массовой доли i -го элемента – δ_{ij} , с показателями точности, указанными в стандартизованной или аттестованной методике измерений для i -го элемента в соответствующем поддиапазоне измерений. Для признания системы Quantax EDS выдержавшей поверку значения S_{rij} , δ_{cij} и δ_{ij} должны быть меньше или равны приписанных значений показателей точности методики измерений, выраженных в относительной форме.

Т а б л и ц а 4 – Нормированные значения погрешности

Наименование характеристики	Значение характеристики
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовых долей элементов, %, в поддиапазоне измерений:	
- от 0,1 до 1,5 % включ.	± 35
- св. 1,5 « 10,0 % «	± 30
- « 10,0 « 20,0 % «	± 10
- « 20,0 « 100,0 % «	± 5,0

8.10 Подтверждение диапазона измерений массовой доли элементов и диапазона определяемых элементов

Подтверждение диапазона измерений массовой доли элементов проводят в ходе проведения первичной поверки по 8.9, используя СО состава по 4.1.1 и 4.1.2 с аттестованными значениями массовых долей элементов, совпадающими или перекрывающими диапазон измерений массовых долей, указанный в технической документации на системы Quantax EDS. Устанавливают факт измерения массовых долей элементов в начале, середине и конце заявленного диапазона измерений в пределах нормированных значений погрешности измерений по 4.9.

Диапазон определяемых элементов установлен в технической документации на системы Quantax EDS и распространяется на элементы от бериллия до америция. Диапазон определяемых элементов подтверждают не менее чем по шести элементам из начала, середины и конца заявленного диапазона определяемых элементов (по 2 элемента из каждого поддиапазона) в ходе проведения испытаний по 8.9 СО состава по 4.1.1 и 4.1.2, содержащим бериллий и америций или элементы, максимально близкие к ним по атомному номеру. Устанавливают факт измерения массовых долей этих элементов и воспроизведения аттестованных значений массовых долей элементов, указанных в паспорте СО состава в пределах нормированных значений погрешности измерений.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты поверки заносят в протокол поверки, форма которого приведена в рекомендуемом приложении А. Протокол поверки хранят до следующей поверки.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют свидетельством о поверке в соответствии с «Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», утвержденным Приказом Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015 г.

9.3 В случае отрицательных результатов поверки, систему Quantax EDS признают несоответствующей установленным в описании типа метрологическим требованиям и непригодной к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, свидетельство о предыдущей поверке аннулируют и выписывают извещение о непригодности с указанием причин непригодности.

Зав. лабораторией ФГУП «УНИИМ»

Ведущий инженер ФГУП «УНИИМ»



Г.И. Терентьев

Н.А. Ким

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № _____
от « ____ » _____ 20__ г.Наименование и тип СИ _____
Принадлежит _____
Зав. №, дата выпуска _____
Изготовитель _____
Средства поверки _____

Наименование и шифр методики измерений (при наличии) _____

Проверка проведена в соответствии с документом МП 79-223-2015 «ГСИ. Системы рентгеновского энергодисперсионного микроанализа Quantax EDS. Методика поверки».

Условия поверки:

- температура окружающей среды, °С
- атмосферное давление, кПа
- относительная влажность воздуха, %

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

А.1 Внешний осмотр _____

А.2 Проверка мощности амбиентного эквивалента дозы рентгеновского излучения
Проверка по 8.2 проведена с положительным (отрицательным) результатом.А.3 Проверка электрической прочности изоляции
Проверка по 8.3 проведена с положительным (отрицательным) результатом.А.4 Проверка электрического сопротивления изоляции
Проверка по 8.4 проведена с положительным (отрицательным) результатом.

А.5 Опробование _____

Номер версии и цифровой идентификатор ПО системы Quantax EDS соответствуют (не соответствуют) заявленным в таблице 2.

Проверка по 8.5 настоящей методики проведена с положительным (отрицательным) результатом.

А.6 Проверка спектрального разрешения линии линии K_{α} Mn (5,9 кэВ)Спектральное разрешение микроанализатора по линии K_{α} Мп (5,9 кэВ) _____ эВ
и находится (не находится) в интервале от 121 до 145 эВ (зависит от площади детектора поверяемой системы Quantax EDS).

Проверка по 8.6 настоящей методики проведена с положительным (отрицательным) результатом.

А.7 Проверка относительного СКО выходного сигнала и подтверждение максимальной скорости счета

Т а б л и ц а А.1

ГСО	ГСО 4506-92П (ЛГ 32)					
	C	Si	Cr	Ni	W	Mo
Элемент						
Скорость счета, имп./с						
1						
2						
...						
n=10						
Среднее значение, имп./с						
СКО результата измерений, имп./с						
ОСКО, %						

Относительное СКО выходного сигнала не превышает (превышает) 0,5 % по всем определяемым элементам. Максимальная скорость счета соответствует (не соответствует) 600 000 имп/с.

Проверка по 8.7 настоящей методики проведена с положительным (отрицательным) результатом.

А.8 Проверка СКО случайной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли элементов

А.9 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли элементов

Результаты измерений массовой доли элементов в ГСО состава и оценки характеристик погрешности измерений массовой доли элементов в соответствии с 8.8 и 8.9 методики поверки, приведены в таблице А.2.

Т а б л и ц а А.2

Номер (индекс) ГСО			
Элемент и аттестованное значение элемента в ГСО			
	Результаты измерения массовой доли элемента в ГСО, %		
1			
2			
...			
n=10			
Среднее значение, \bar{y}_{ij} , %			
СКО результата измерений, S_{ij} , %			
СКО случ. составл. относительной погрешности, S_{rij} , %			
Нормированное значение СКО случайной составляющей относительной погрешности, %			

Окончание таблицы А.2

Систематическая составляющая относительной погрешности, δ_{cij} , %			
Коэффициент k_{ij}			
Суммарное СКО результата измерений, $S_{\Sigma ij}$, %			
Относительная погрешность результата измерений, δ_{ij} , %			
Нормированное значение относительной погрешности, %			

Относительная погрешность измерений массовой доли определяемых элементов, СКО случайной составляющей относительной погрешности не превышают (превышают) нормированные значения.

Проверка по 8.8, 8.9 проведена с положительным (отрицательным) результатом.

А.10 Подтверждение диапазона измерений массовой доли элементов и диапазона определяемых элементов

Диапазон измерений массовой доли элементов и диапазон определяемых элементов соответствует (не соответствует) заявленному.

Проверка по 8.10 проведена с положительным (отрицательным) результатом.

Заключение:

Система Quantax EDS признана соответствующей (несоответствующей) установленным в описании типа метрологическим требованиям и пригодной (непригодной) к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений.

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности) № _____ от _____.
Срок действия свидетельства до _____.

Поверитель _____
(подпись) (Ф. И. О.)

Организация, проводившая поверку _____.