

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

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»



[Handwritten signature]
С.В. Медведевских

«26» 04 _____ 2019 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

**СИСТЕМЫ РЕНТГЕНОВСКОГО
ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННОГО МИКРОАНАЛИЗА
QUANTAX EDS**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

**МП 79-223-2015
(с изменением № 1)**

Екатеринбург
2019

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»

11.03.2016 г.

Изменение № 1

утверждено ФГУП «УНИИМ»

26.04.2019 г.

5 ЗАРЕГИСТРИРОВАНА

ФГУП «УНИИМ»

2015 г.

6 ВЗАМЕН МП 79-223-2015 от 11.03.2016 г.

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	9
Приложение А (рекомендуемое). Форма протокола поверки	11

Государственная система обеспечения единства измерений
СИСТЕМЫ РЕНТГЕНОВСКОГО
ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННОГО МИКРОАНАЛИЗА QUANTAX EDS
Методика поверки
МП 79-223-2015 (с изменением № 1)

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 поверок систем Quantax EDS.

Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике использованы ссылки на следующие нормативные документы и нормативные правовые акты:

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

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

СанПиН 2.6.1.2523-09 «Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009)»

Приказ Минпромторга России от 02 июля 2015 г. № 1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» (с учетом Приказа Минпромторга РФ от 28 декабря 2018 г. № 5329 «О внесении изменений в приказ Минпромторга РФ от 2 июля 2015 г. № 1815»)

Приказ Министерства труда и социальной защиты РФ от 24 июля 2013 г. № 328н «Об утверждении правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

П р и м е ч а н и е – При пользовании настоящим документом целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим документом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

Раздел 2 (Измененная редакция, Изм. № 1)

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.

Примечание – 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
Опробование	8.5	Да	Да
Проверка спектрального разрешения линии K_{α} Mn (5,9 кэВ)	8.6	Да	Да
Проверка относительного СКО выходного сигнала	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*

* Поверку по 8.8, 8.9 настоящей методики проводят при использовании дополнительного модуля программного обеспечения систем Quantax EDS для измерений со стандартными образцами.

Таблица 1 (Измененная редакция, Изм. № 1)

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 ЛП25С2 (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 - 4.1.5 (Исключены, Изм. № 1)

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.

4.1.8 Термогигрометр ИВА-6А-КП-Д (рег. № 46434-11), диапазон измерений относительной влажности (0-98) %, ПГ ± 2 %; диапазон измерений температуры (0-60) °С, ПГ $\pm 0,3$ °С; диапазон измерений атмосферного давления (70-110) кПа, ПГ $\pm 0,25$ кПа.

4.1.8 (Введен дополнительно, Изм. № 1)

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. Выбор СО состава для поверки системы Quantax EDS при проверке относительной погрешности измерений массовой доли элементов и ее составляющих может быть ограничен областью применения и видом веществ и материалов, анализируемых на поверяемой системе Quantax EDS, на основании письменного заявления владельца средства измерений.

Примечание (Измененная редакция, Изм. № 1)

4.2 (Исключен, Изм. № 1)

5 Требования безопасности

При проведении поверки системы Quantax EDS соблюдают требования безопасности электрических испытаний и измерений согласно ГОСТ 12.3.019, требования Приказа Министерства труда и социальной защиты РФ от 24 июля 2013 г. № 328н «Об утверждении правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», СП 2.6.1.2612-10 «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99/2010)», СанПиН 2.6.1.2523-09 «Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009)», а также указания, изложенные в «Руководстве по эксплуатации» поверяемой системы Quantax EDS.

Раздел 5 (Измененная редакция, Изм. № 1)

6 Требования к квалификации поверителей

К поверке системы Quantax EDS допускаются специалисты, имеющие высшее или среднее профессиональное образование и опыт работы с системами рентгеновского микроанализа, вторую квалификационную группу по электро-безопасности (до 1000 В), изучившие «Руководство по эксплуатации» поверяемого средства измерений и работающие в организации, аккредитованной на право поверки средств измерений физико-химического состава и свойств веществ.

Раздел 6 (Измененная редакция, Изм. № 1)

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 СанПиН 2.6.1.2523-09 «Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009)» и СП 2.6.1.2612-10 «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (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.

8.2, абзац 2 (Измененная редакция, Изм. № 1)

8.3 (Исключен, Изм. № 1)

8.4 (Исключен, Изм. № 1)

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.

Убеждаются в визуализации и корректности идентификационных данных ПО при их отображении в соответствующем окне сервисного программного обеспечения ESPRIT. Идентификационное наименование и номер версии ПО поверяемой системы Quantax EDS должны соответствовать данным, приведенным в таблице 2.

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

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	ESPRIT
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.8 ¹⁾
Цифровой идентификатор ПО	-
¹⁾ Версия программного обеспечения может иметь дополнительные цифровые суффиксы	

Таблица 2 (Измененная редакция, Изм. № 1)

8.5.2 (Измененная редакция, Изм. № 1)

8.6 Проверка спектрального разрешения линии K_{α} Mn (5,9 кэВ)

Спектральное разрешение системы Quantax EDS определяют по линии K_{α} Mn (5,9 кэВ).

При проверке спектрального разрешения линии используют один СО состава из комплекта ГСО 4506-92П – 4510-92П, с содержанием Mn более 1 % 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).

8.6, абзац 2 (Измененная редакция, Изм. № 1)

8.7 Проверка относительного СКО выходного сигнала

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: С, Si, Cr, Ni, W, Мо при максимально достижимой интегральной скорости счета, например, используя функцию картирования.

На линии каждого определяемого элемента проводят не менее десяти измерений ($n \geq 10$) скорости счета. Рекомендуемое время экспозиции – не менее 60 с.

П р и м е ч а н и е – Выходной сигнал зависит от параметров электронного пучка (зонда) электронного микроскопа (ускоряющего напряжения, тока на катоде, диаметра пятна и пр.), на который установлена система Quantax EDS, а также времени экспозиции и материала исследуемого образца. Для достижения максимальной статистической загрузки режимы (условия) измерений для параметров электронного зонда устанавливают согласно эксплуатационной документации системы Quantax EDS и электронного микроскопа.

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

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

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

8.7 (Измененная редакция, Изм. № 1)

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 не менее трех СО состава с массовыми долями определяемых элементов из каждого выделенного в технической документации и описании типа поддиапазона измерений, перекрывающими весь диапазон измерений системы Quantax EDS.

Проверку СКО случайной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли элементов проводят по шести элементам из аттестованных в СО состава, 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» выполняют десятикратные измерения ($n=10$) массовой доли исследуемого элемента в j -ом СО состава.

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 допустимого предела, нормированного в технической документации на системы Quantax EDS и указанного в таблице 3.

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

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

8.8 (Измененная редакция, Изм. № 1)

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 не менее трех СО состава с массовыми долями определяемых элементов из каждого выделенного в технической документации и описании типа поддиапазона измерений, 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).

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 выполняют десятикратные измерения ($n=10$) массовой доли исследуемого элемента в j -ом СО состава.

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 l -ым измеренным значением массовой доли i -го аттестованного элемента в j -ом СО состава $-y_{ijl}$, и его значением, приведенным в паспорте на СО состава $-y_{Аттij}$:

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

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

$$\delta_{cij} = \frac{\Delta_{cij}}{y_{АТТij}} \cdot 100\%, \quad (8.10)$$

где $y_{АТТij}$ – аттестованное значение массовой доли i -го элемента в j -ом СО состава, указанное в паспорте СО, %.

Формула (8.10) (Измененная редакция, Изм. № 1)

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 находятся в допустимых пределах, нормированных в технической документации на системы Quantax EDS для конкретного поддиапазона измерений и указанных в таблице 4.

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 до 10,0 % включ.	±30
- св. 10,0 до 20,0 % включ.	±10
- св. 20,0 до 100,0 % включ.	±5,0

8.9 (Измененная редакция, Изм. № 1)

8.10 (Исключен, Изм. № 1)

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. (с учетом Приказа Минпромторга РФ от 28 декабря 2018 г. № 5329 «О внесении изменений в приказ Минпромторга РФ от 2 июля 2015 г. № 1815»).

9.2 (Измененная редакция, Изм. № 1)

9.3 В случае отрицательных результатов поверки систему Quantax EDS признают непригодной к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и выписывают извещение о непригодности с указанием причин непригодности.

9.3 (Измененная редакция, Изм. № 1)

Зав. лабораторией ФГУП «УНИИМ»



А.В. Собина

Ведущий инженер ФГУП «УНИИМ»



Н.А. Ким

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № _____
от « ____ » _____ 20 __ г.

Наименование и тип СИ _____

Изготовитель _____

Принадлежит _____

Дата выпуска, зав. № _____

Регистрационный номер в ФИФ ОЕИ: _____

Проверка проведена в соответствии с документом МП 79-223-2015 с изменением № 1 «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
Только при первичной поверке

Проверка по 8.2 проведена с положительным (отрицательным) результатом.

А.3 Опробование _____

Идентификационное наименование и номер версии ПО системы Quantax EDS соответствуют (не соответствуют) заявленным в таблице 2.

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

А.4 Проверка спектрального разрешения линии линии K_{α} Mn (5,9 кэВ)

Спектральное разрешение микроанализатора по линии K_{α} Mn (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 Элемент	ГСО 4506-92П (ЛГ 32)					
	C	Si	Cr	Ni	W	Mo
Скорость счета, имп./с						
1						
2						
...						
n=10						
Среднее значение, имп./с						
СКО результата измерений, имп./с						
ОСКО выходного сигнала, %						
Нормированное значение ОСКО выходного сигнала, %						

Относительное СКО выходного сигнала не превышает (превышает) 0,5 % по всем определяемым элементам.

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 СО 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, $\delta_{c_{ij}}$, %			
Коэффициент k_{ij}			
Суммарное СКО результата измерений, $S_{\Sigma ij}$, %			
Относительная погрешность результата измерений, δ_{ij} , %			
<i>Нормированное значение относительной погрешности, %</i>			

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

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

Заключение:

Система Quantax EDS признана пригодной (непригодной) к применению.

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности) № _____ от _____.

Срок действия свидетельства до _____.

Поверитель _____

(подпись)

(Ф. И. О.)

Организация, проводившая поверку _____.

Приложение А (Измененная редакция, Изм. № 1)