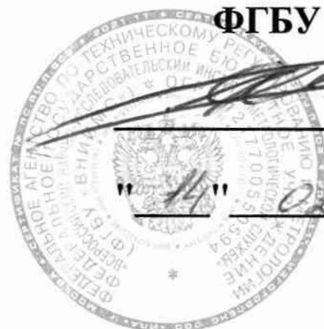


**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
"ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ"
(ФГБУ "ВНИИМС")**

СОГЛАСОВАНО

**Заместитель директора
по производственной метрологии
ФГБУ "ВНИИМС"**



А.Е. Колонин

2022 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**Спектрометры рентгенофлуоресцентные
EDX-8100P**

Методика поверки

МП 205-04-2022

**г. Москва
2022 г.**

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1 Настоящая методика распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные, EDX-8100P (далее – спектрометры), изготавливаемые фирмой "Shimadzu Corporation", Япония, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость спектрометра к стандартным образцам утвержденного типа, прослеживаемых к соответствующим эталонам.

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 2 - Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	7	да	да
Подготовка к поверке и опробование	8	да	да ¹⁾
Проверка идентификационных данных программного обеспечения (ПО).	9	да	да ¹⁾
Определение метрологических характеристик:	10	да	да ¹⁾
- проверка чувствительности	10.1	да	да ¹⁾
- определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала	10.2	да	да ¹⁾
- определение показателей точности результатов измерений	10.3	нет	да ²⁾
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	11		
Оформление результатов поверки	12		
Примечания. ¹⁾ При отсутствии НД на методику измерений, утвержденного в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-2009. ²⁾ При наличии НД на методику измерений, утвержденного в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-2009.			

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от 10 до 30
- относительная влажность, % от 40 до 70

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

К проведению поверки допускаются поверители средств измерений в соответствии с областью аккредитации организации, аккредитованной в национальной системе аккредитации на проведение поверки средств измерений согласно законодательству Российской Феде-

рации об аккредитации, прошедшие инструктаж по технике безопасности и ознакомленные с эксплуатационными документами.

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки применяют средства поверки согласно таблице 2.

Таблица 3 - Средства поверки.

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
3	<p>Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 15 °С до 25 °С с абсолютной погрешностью не более ± 1 °С.</p> <p>Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более ± 3 °С.</p> <p>Средства измерений атмосферного давления в диапазоне измерений от 80 до 106 кПа с абсолютной погрешностью не более ± 3 кПа.</p>	<p>Прибор комбинированный TESTO мод. 608-N1 (рег. № 53505-13)</p> <p>Барометр-анероид БАММ-1, (рег. № 5738-76)</p>
10.1; 10.2	<p>ГСО состава легированной стали.</p> <p>Интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,001 до 38 %, интервал границ допускаемых значений абсолютной погрешности при $P = 0,95$ от $\pm 0,0006$ % до ± 3 %.</p>	<p>ГСО состава легированной стали 8876-2007 (комплект ЛГ-58)</p>
<p>Примечание - Допускается использовать при поверке другие утвержденные и поверенные средства измерений, стандартные образцы с действующими паспортами, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице, и обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.</p>		

6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 При проведении поверки выполняют требования ГОСТ 12.0.004-90, ГОСТ 12.1.007-76, а также требования, предусмотренные инструкцией по эксплуатации спектрометра.

6.2 Лица, допущенные к работе, проходят проверку знаний техники безопасности в установленном порядке.

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР

При внешнем осмотре устанавливают

- соответствие комплектности поверяемого спектрометра требованиям технической документации;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- отсутствие видимых механических повреждений, влияющих на работоспособность спектрометра.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ

8.1 Перед проведением поверки выполняют операции в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

Включают спектрометр.

Запускают установленное программное обеспечение (PCEDX Pro или PCEDX Navi).

Используют процедуру диагностики, включенную в программное обеспечение спектрометра, в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

8.2 Проверяют наличие в программном обеспечении настроек параметров аналитической группы, применяемой для поверки или проводят создание аналитической группы (приложение А).

9 ПРОВЕРКА ИДЕНТИФИКАЦИОННЫХ ДАННЫХ ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ (ПО)

В главном окне программного обеспечения (PCEDX Pro или PCEDX Navi) в строке команд вызывают вкладку *Справка* (Help). В открывшемся окне нажимают строку *О программе* (About...), в открывшемся окне отображается название ПО и номер версии (рисунок 1).

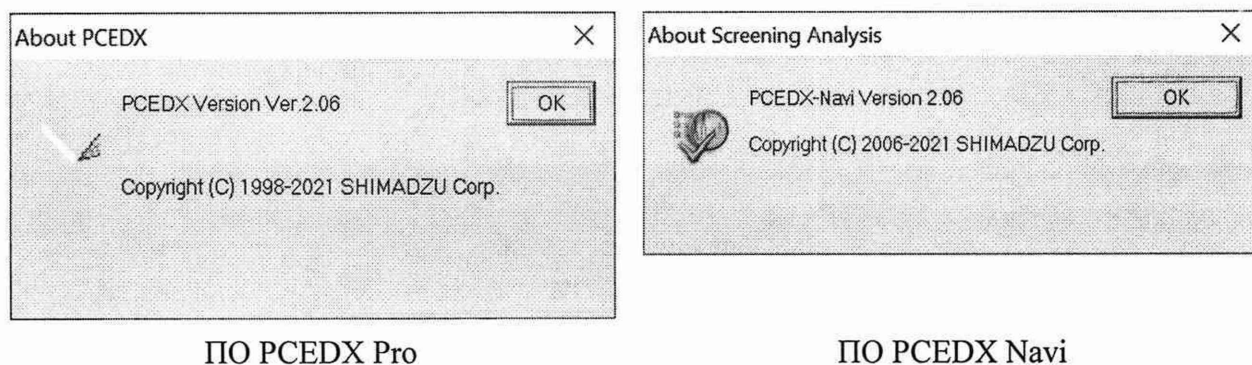


Рисунок 1 - Окно с названием и номером версии ПО.

Проверка идентификационных данных программного обеспечения спектрометра проводится путём их сравнения с идентификационными данными, указанными в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	PCEDX-Navi	PCEDX-Pro
Идентификационное наименование ПО	PCEDX-Navi	PCEDX-Pro или PCEDX
Номер версии (идентификационный номер ПО), не ниже	2.00 (Ver.2.00)	
Цифровой идентификатор ПО	-	
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	-	

Результат проверки считается положительным, если отображаемые идентификационные данные соответствуют данным, приведенным в таблице 3.

10 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК

10.1 Определение чувствительности

Определение чувствительности проводят по контрольным элементам.

10.1.1 В программном обеспечении выбирают из списка аналитическую группу, содержащую условия для выполнения поверки в меню ПО:

[Analysis] → [Sample schedule...] → [Sample Registration...] → [Analytical Group...] → [«заданное имя группы», например POVERKA].

Пример создания аналитической группы приведен в приложении А.

10.1.2 Задают в области Имя Образца (Sample) в поле с номером 1 наименование образца, например «Standard LG 58». В меню [Option...] задают количество повторов измерений - 10 измерений (Приложение Б).

10.1.3 Устанавливают на измерительную позицию стандартный образец, закрывают крышку спектрометра, запускают анализ [Analysis] → [Start] (рисунок 2).

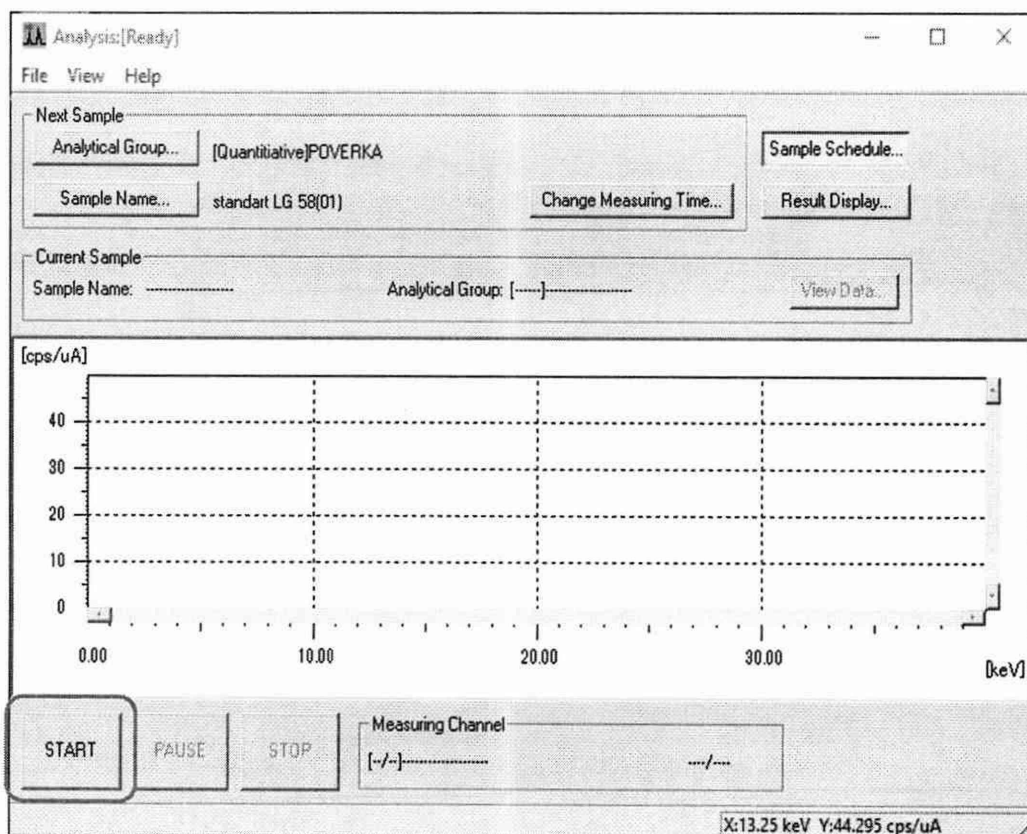


Рисунок 2 - Окно запуска анализа (пример для ПО PCEDX Pro).

10.1.4 По завершению каждого измерения стандартного образца на дисплее будет отображаться наименование стандартного образца, значение силы тока рентгеновской трубки, мкА (uA) и результат измерения интенсивности (скорость счета) имп/мкА (cps/uA) на линиях контрольных элементов, (рисунок 3):

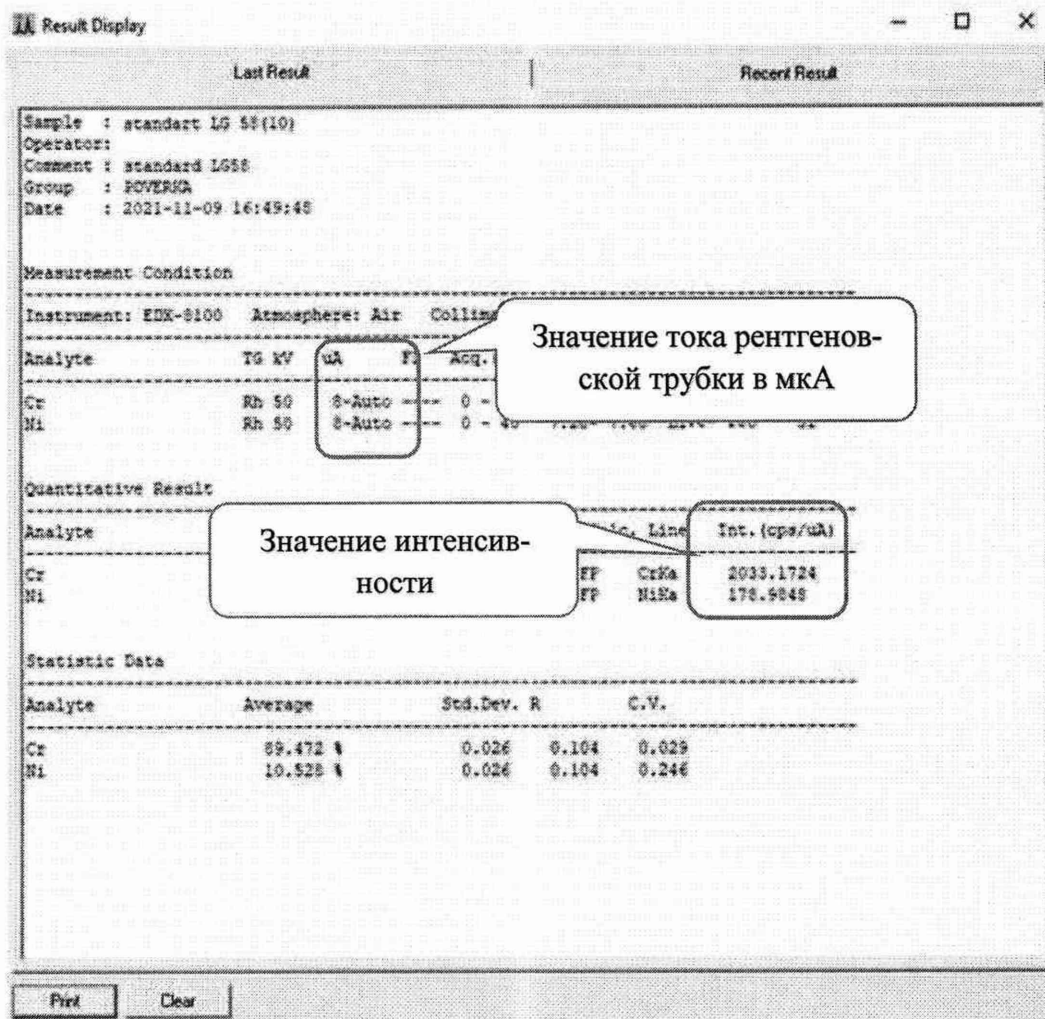


Рисунок 3 - результаты измерений (пример для ПО PCEDX Pro).

10.1.5 По результатам 10 измерений рассчитывают чувствительность по линиям К-серии каждого из контрольных элементов по формуле

$$K_{ai} = \frac{\bar{Y}_i}{I \cdot A_i} \quad (1)$$

где K_{ai} - чувствительность, имп/с·мА·%;

A_i - аттестованное значение массовой доли заданного (i-го) контрольного элемента, указанное в паспорте ГСО, %;

I - значение тока рентгеновской трубки, мА (ПО регистрирует измеренное значение тока в мкА (1 мкА = 0,001 мА));

\bar{Y}_i - среднее арифметическое значение интенсивности сигнала спектрометра для заданного (i-го) контрольного элемента, имп/с, которое вычисляется по формуле (2)

$$\bar{Y}_i = \frac{\sum_{j=1}^{j=n} Y_{ij}}{n}, \quad (2)$$

где Y_{ij} - j -й результат измерений интенсивности для заданного (i -го) элемента, имп/с;
 n - число измерений.

Спектрометр считается выдержавшим поверку, если чувствительность по линиям К-серии каждого из контрольных элементов не менее:

- не менее 300 имп/(с·мА·%) для линии Cr K α ;
- не менее 200 имп/(с·мА·%) для линии Ni K α ;

10.2 Определение относительного СКО выходного сигнала

10.2.1 По полученным в 10.1 данным вычисляют относительное СКО выходного сигнала (скорости счета), выраженное в процентах, по формуле (3)

$$S_{ir} = \frac{100}{\bar{Y}_i} \sqrt{\frac{\sum (\bar{Y} - Y_i)^2}{n-1}} \quad (3)$$

где: S_{ir} - среднее квадратическое отклонение интенсивности сигнала i -го контрольного элемента, рассчитанное по 10 измерениям, %;

Y_i - значение интенсивности сигнала i -го контрольного элемента, имп/с;

\bar{Y}_i - среднее арифметическое значение 10 измерений интенсивности сигнала i -го контрольного элемента, имп/с.

Спектрометр считается выдержавшим поверку если значение относительного СКО выходного сигнала по линиям контрольных элементов не превышает 1 %.

10.3 При проведении периодической поверки спектрометров, эксплуатируемых по НД на МИ, отвечающим требованиям ГОСТ 8.563-09, проверяют показатели точности результатов измерений в соответствии с процедурами и нормативами контроля, регламентированными в НД на МИ.

11 ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

В результате анализа характеристик, полученных в результате поверки, делается вывод о пригодности дальнейшего использования средства измерений. Критериями пригодности являются соответствие чувствительности и значения относительного СКО выходного сигнала средства измерений установленным нормам (10.1 и 10.2 настоящей методики поверки).

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

12.1 Результаты поверки спектрометров заносят в протокол произвольной формы.

12.2 Результаты поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений по письменному заявлению владельца или лица, представившего спектрометр на поверку.

12.3 На спектрометр, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений оформляется извещение о непригодности с указанием причин.

12.4 Знак поверки наносят на свидетельство о поверке.

Начальник отдела ФГБУ "ВНИИМС"



С.В. Вихрова

Начальник сектора ФГБУ "ВНИИМС", к.х.н



О.Л. Рутенберг

Создание условий анализа для проведения измерений при поверке
(пример для PCEDX Pro)

А.1 В меню программного обеспечения для основного анализа выбирают вкладку **Condition** (Условия) для создания метода проведения поверки спектрометра (рисунок А.1).

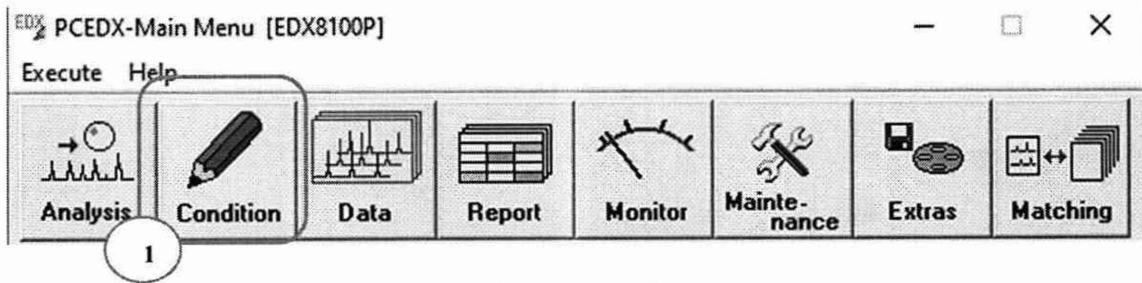


Рисунок А.1

А.2 Создают условия анализа в аналитической группе Quantitative (рисунок А.2) и задают имя (рисунок А.3).

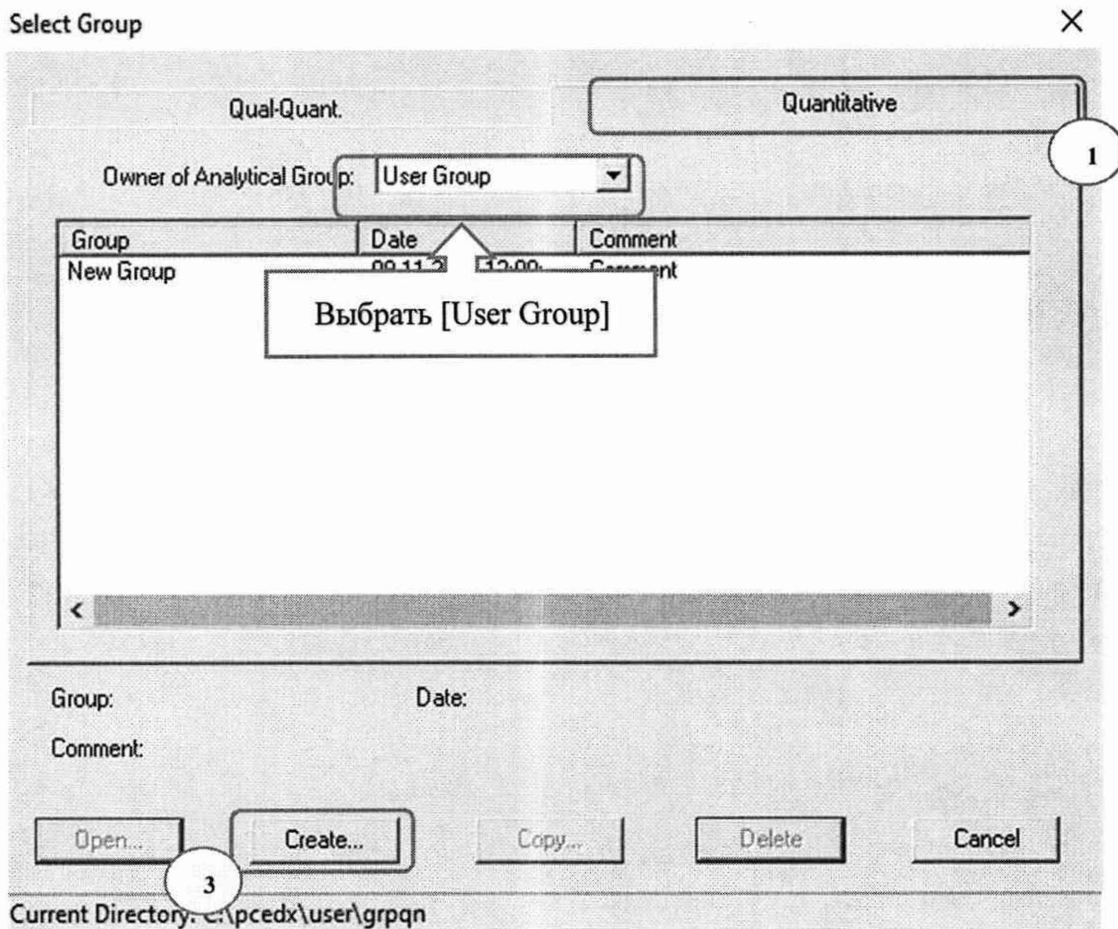


Рисунок А.2

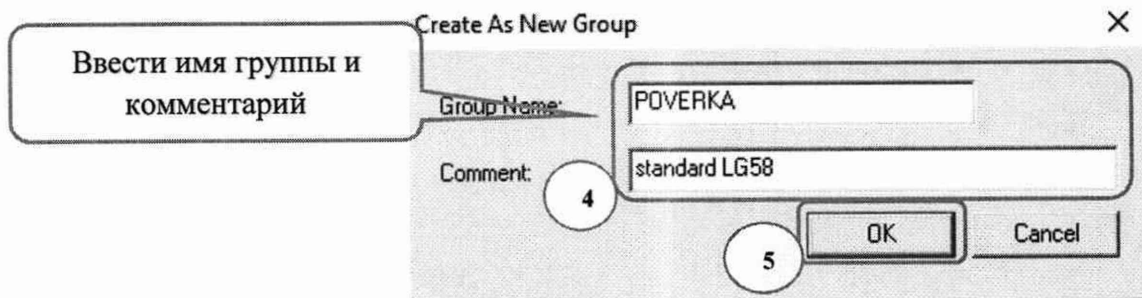


Рисунок А.3

А.3 Задают информацию об образце (рисунок А.4).

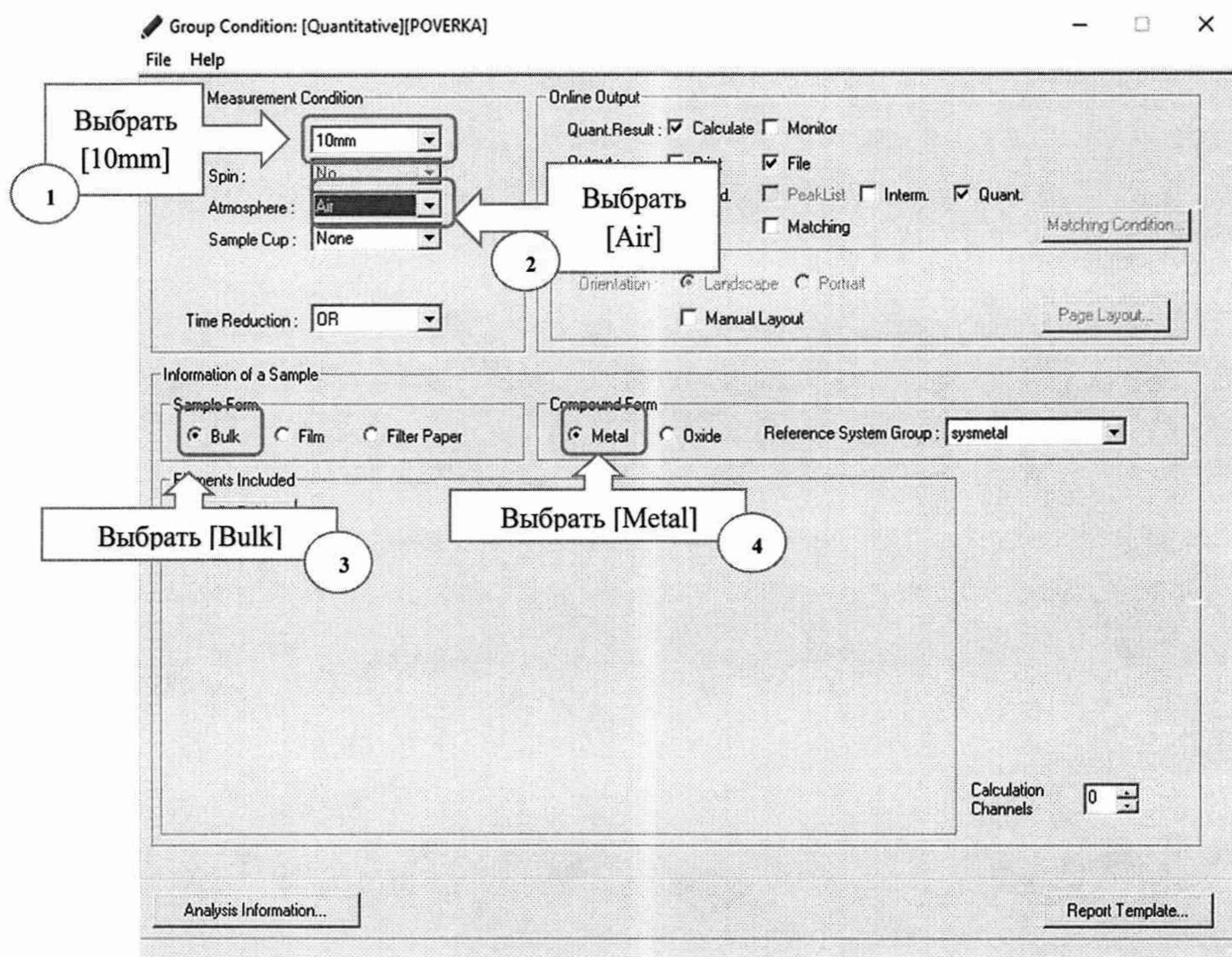


Рисунок А.4

А.5 Сохраняют группу (рисунок А.6). Когда группа сохраняется впервые, отображается окно [Save Group] (Сохраняют группу) (рисунки А.7, А.8)

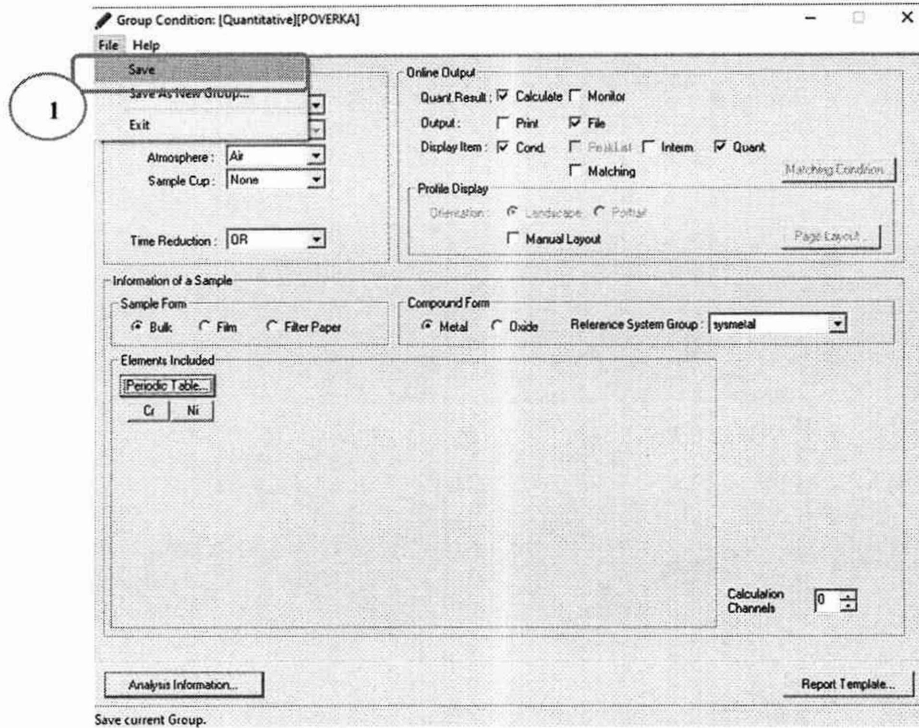


Рисунок А.6

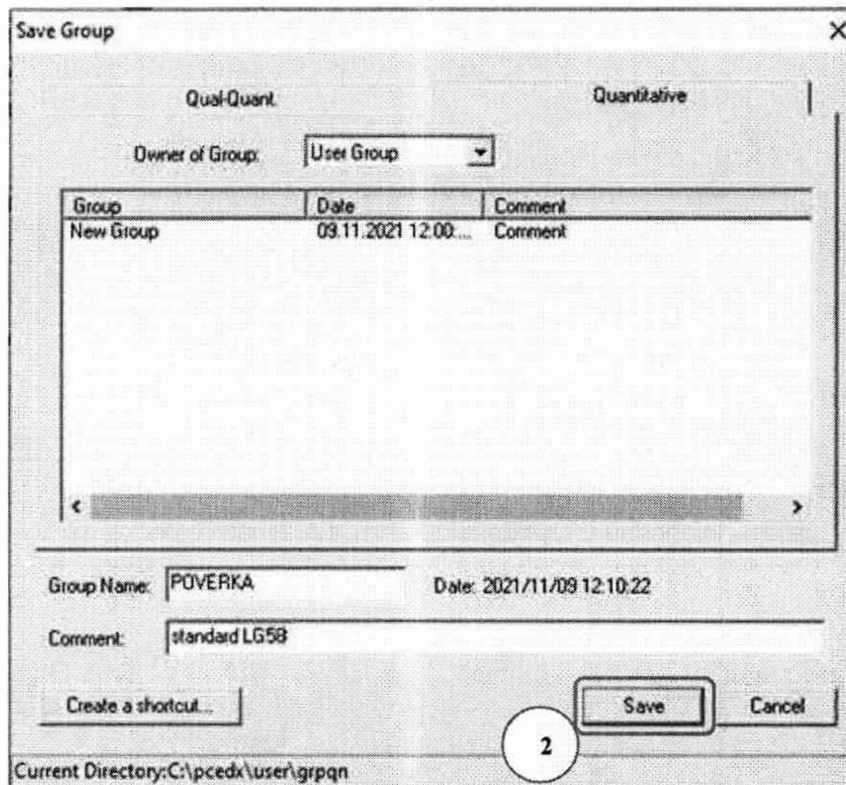


Рисунок А.7

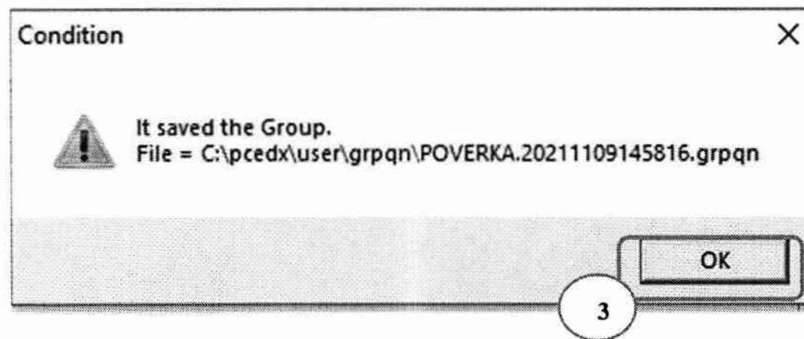
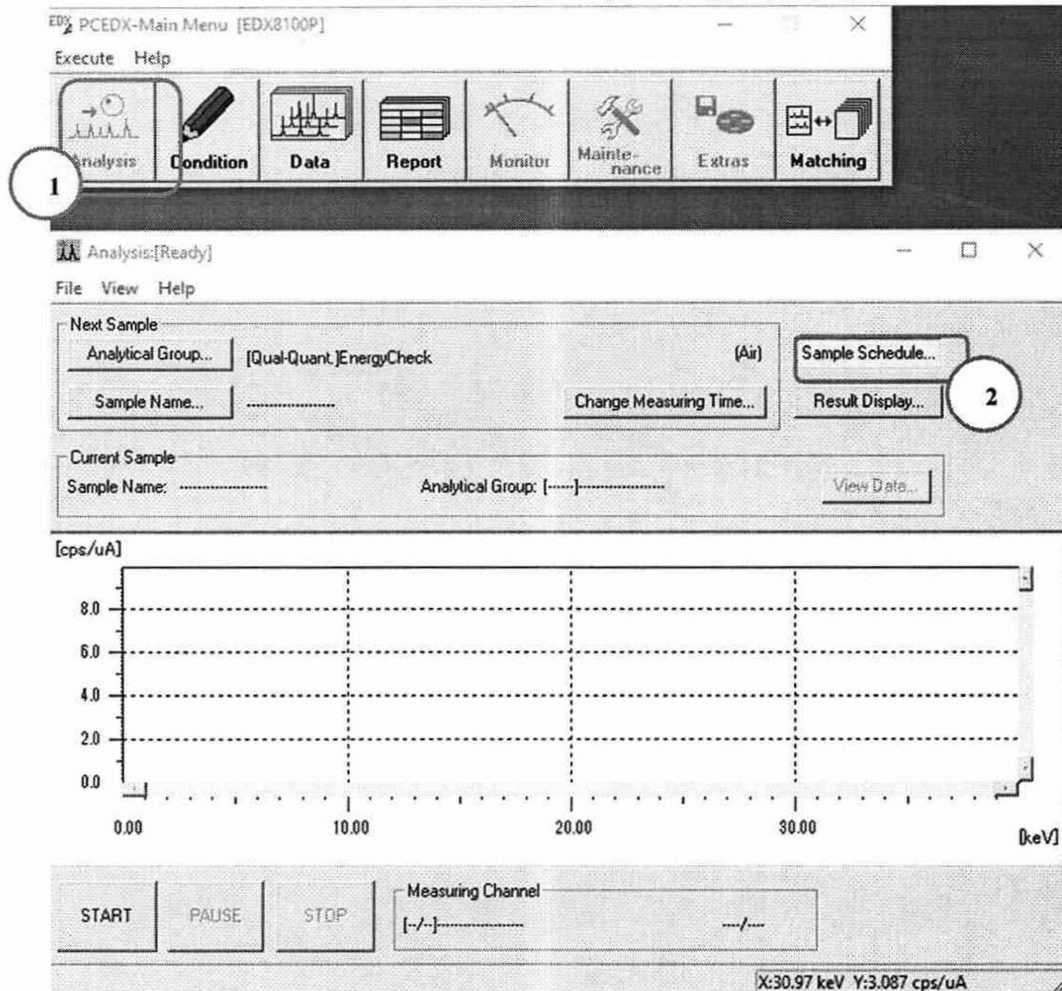


Рисунок А.8

Проведение измерений при поверке (пример для PCEDX Pro)

Б.1 Выбор аналитической группы (рисунки Б.1, Б.2).



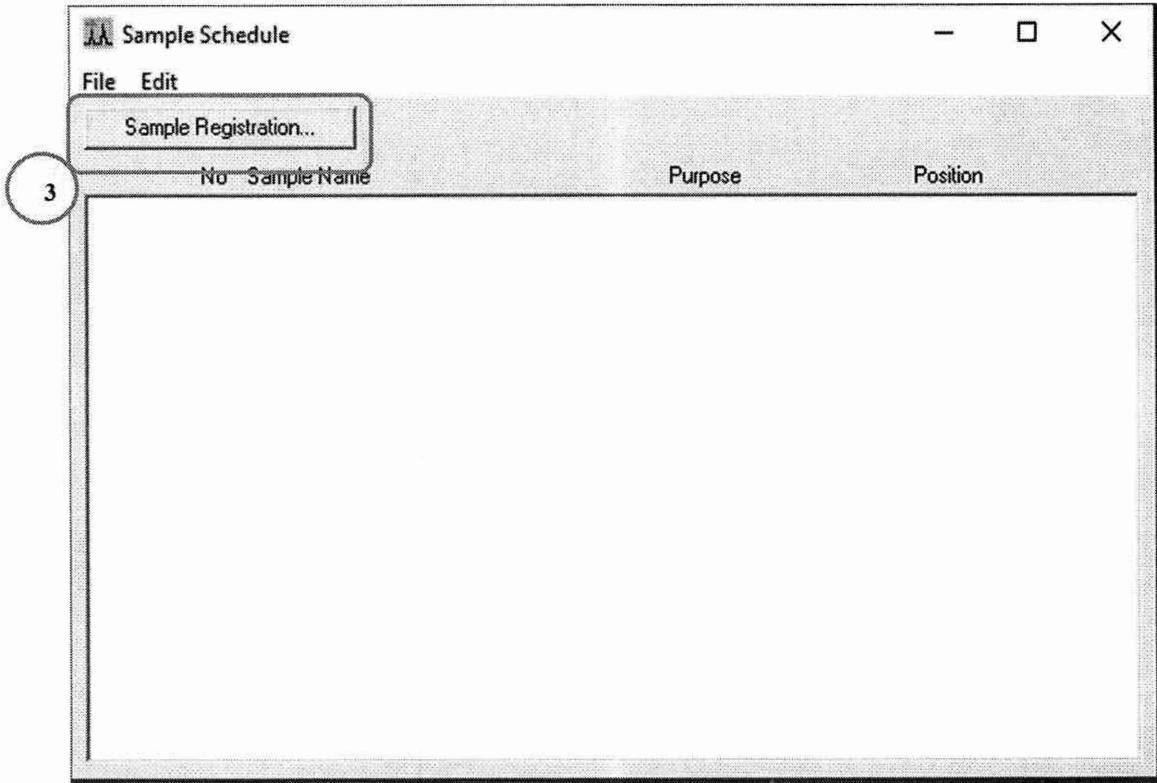


Рисунок Б.1

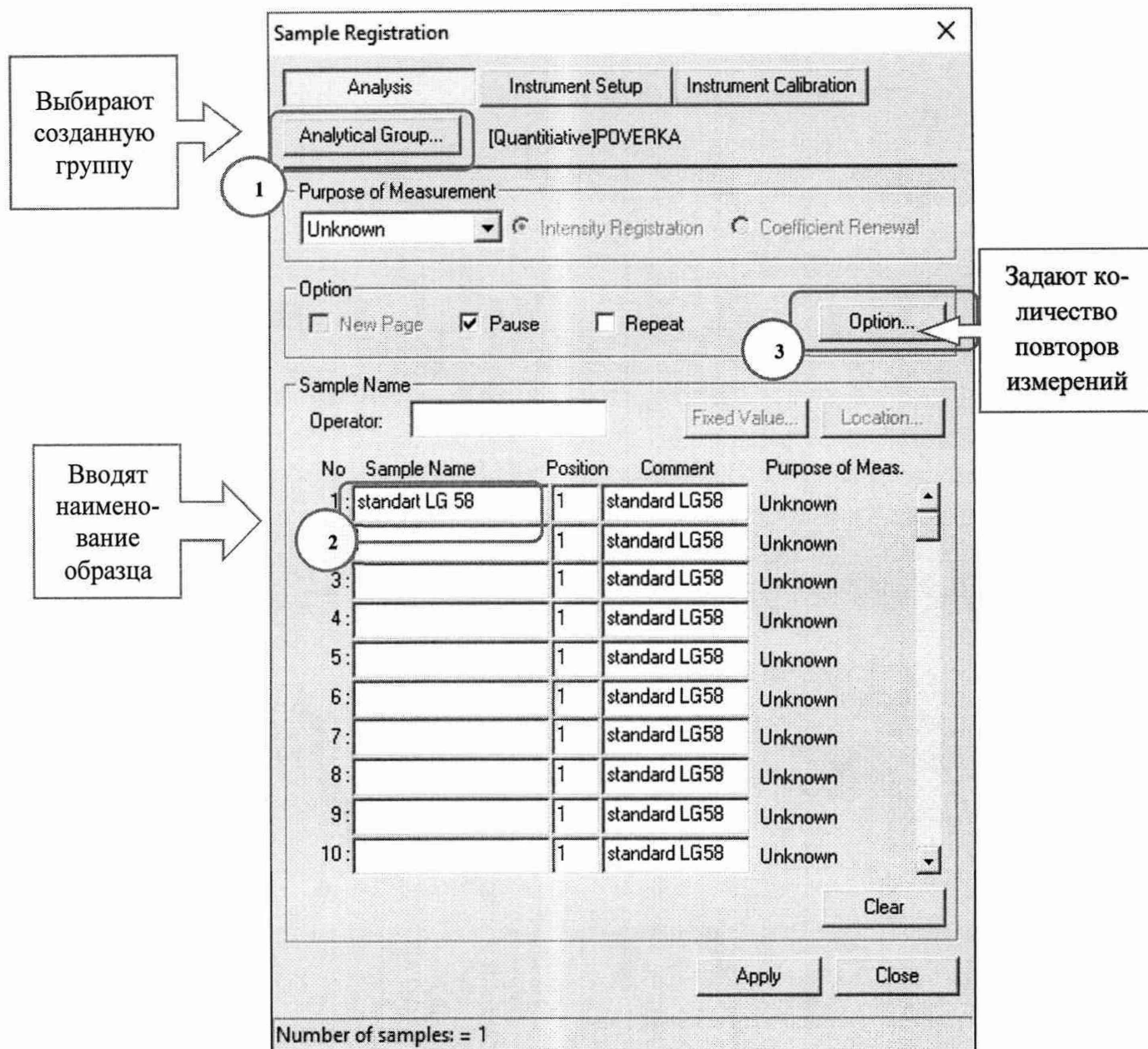


Рисунок Б.2

Б.2 Ввод количеств повторов измерений (рисунки Б.3, Б.4).

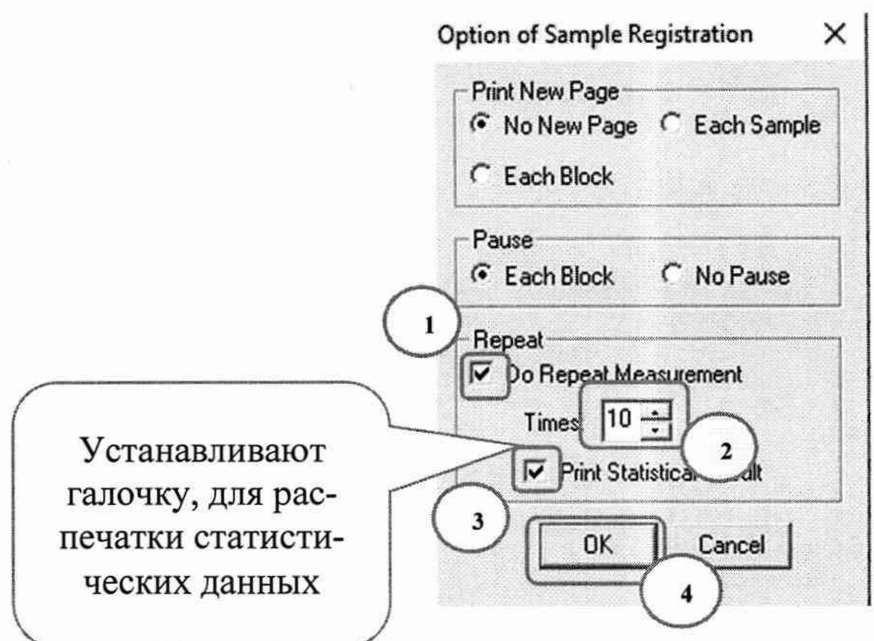
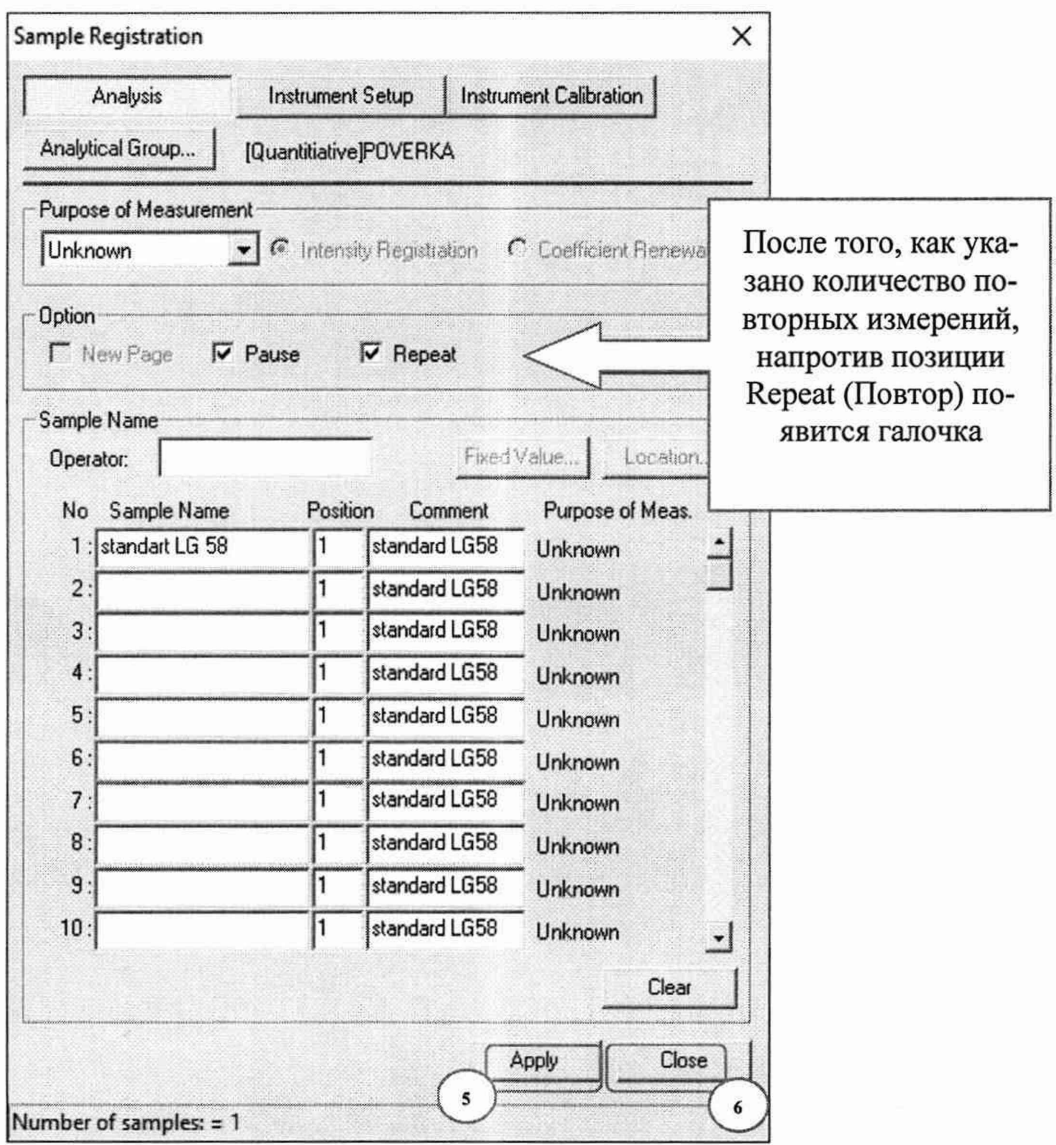


Рисунок Б.3



Sample Schedule

File Edit

Sample Registration...

No	Sample Name	Purpose	Position
=====	1 : POVERKA	Output : -F-	24 min =====
1	standart LG 58(01)	Unknown	1
2	standart LG 58(02)	Unknown	1
3	standart LG 58(03)	Unknown	1
4	standart LG 58(04)	Unknown	1
5	standart LG 58(05)	Unknown	1
6	standart LG 58(06)	Unknown	1
7	standart LG 58(07)	Unknown	1
8	standart LG 58(08)	Unknown	1
9	standart LG 58(09)	Unknown	1
10	standart LG 58(10)	Unknown	1

Рисунок Б.4