

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора
ФГБУ «ВНИИОФИ»



Е.А. Гаврилова

«14» мая 2024 г.

**«ГСИ. Спектрометр рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный
EDX 6000B.**

Методика поверки»

МП 017.Д4-24

Главный метролог
ФГБУ «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода

«15» мая 2024 г.

Москва

2024 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на Спектрометр рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный EDX 6000B серийный № 100600001-00029A (далее – спектрометр), предназначенный для измерения массовой доли химических элементов в пробах твердых и жидких веществ, порошков, пленок и других различных материалах методом энергодисперсионной рентгеновской флуоресценции, и устанавливает порядок, методы и средства проведения первичной и периодических поверок.

По итогам проведения поверки должна обеспечиваться прослеживаемость к:

- государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов (ГЭТ 196-2023) согласно государственной поверочной схеме, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 1569 от 07.08.2023 или государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019 согласно государственной поверочной схеме, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021 или государственному первичному эталону единиц поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях (ГЭТ 168-2015) согласно государственной поверочной схеме, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2089 от 28 сентября 2018 г.

Поверка спектрометра выполняется методом прямых измерений.

Метрологические характеристики спектрометра указаны в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой доли элементов, %	от 0,1 до 100,0
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли элементов, %	± 15

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр средства измерений	Да	Да	7
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	Да	8
Проверка программного обеспечения средства измерений	Да	Да	9

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Определение метрологических характеристик средства измерений	Да	Да	10
Проверка диапазона измерений массовой доли элементов, определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов	Да	Да	10.1
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	11

2.2 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура воздуха, °С от 15 до 25;
- относительная влажность воздуха, %, не более, 70;
- атмосферное давление, кПа от 86,0 до 106,0.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица:

- прошедшие обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений и знающие основы метрологического обеспечения средств измерений;
- изучившие настоящую методику поверки и эксплуатационную документацию на спектрометр.

4.2 Поверку средства измерений осуществляют аккредитованные в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении первичной и периодической поверок применяются средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операция поверки, требующая применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.8 Подготовка к поверке и	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от 15 °С до 25 °С с абсолютной погрешностью не более 0,2 °С;	Измеритель параметров микроклимата «Метеоскоп-М»,

Операция поверки, требующая применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
опробование средства измерений	Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 5 % до 97 % с абсолютной погрешностью не более 3,0 %; Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 84 до 110 кПа с абсолютной погрешностью не более 0,13 кПа	рег. № 32014-11
п. 10 Определение метрологических характеристик	Стандартные образцы, представляющие собой рабочий эталон 2-го разряда по государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах» или рабочий эталон по государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 1569 от 07 августа 2023 г. «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов, а также флуоресценции в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов» или утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2089 от 28 сентября 2018 г. «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях». Диапазон измерений массовой доли элементов от 0,10 до 100 %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения СО от $\pm 0,01$ до $\pm 0,30$ %	Стандартный образец состава золота лигатурного (СО 1) ГСО 8754-2006 (МСО 1338:2007), Стандартный образец состава золота лигатурного (СО 3) ГСО 8756-2006 (МСО 1340:2007), Стандартный образец состава золота лигатурного (СО 5) ГСО 8758-2006 (МСО 1342:2007), Стандартный образец состава золота лигатурного (СО 10) ГСО 8763-2006 (МСО 1347:2007) Стандартные образцы состава латуни марки Л96 (комплект VSLT1) ГСО 10879-2017 Стандартные образцы сталей легированных типов 12Х18Н9Т, 08Х18Н10Т, 10Х17Н13М2Т, 10Х23Н18, 36Х18Н25С2, 08Х15Н24В4ТР (комплект ИСО ЛГ70 – ИСО ЛГ75) ГСО 10756-2016 ¹⁾
¹⁾ далее по тексту – стандартные образцы.		

5.2 Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, стандартные образцы

состава, утвержденного типа с действующими паспортами, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанными в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

6.2 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.

6.3 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в Руководстве по эксплуатации на спектрометр.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 Проверку внешнего вида спектрометра проводят путем визуального осмотра. Проводят сравнение фотографических изображений, приведенных в описании типа на данный спектрометр, и образца, представленного на поверку.

7.2 Провести визуальный осмотр спектрометра на отсутствие видимых повреждений, влияющих на его работоспособность. Убедиться в наличии маркировки с ясным указанием типа и серийного номера спектрометра.

7.3 Проверить комплектность спектрометра (без запасных частей и расходных материалов) на соответствие требованиям описания типа на данный спектрометр.

7.4 Спектрометр считают прошедшим операцию поверки, если:

- внешний вид спектрометра соответствует фотографическим изображениям из описания типа на данный спектрометр;
- корпус, внешние элементы, элементы управления и индикации не повреждены;
- комплектность соответствует разделу «Комплектность» описания типа на данный спектрометр;
- маркировка спектрометра содержит сведения о типе и серийном номере прибора.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Подготовить поверяемый спектрометр к работе согласно его РЭ.

8.2 Опробование спектрометра включает в себя следующие операции:

- проверка выхода на рабочий режим.

8.2.1 Перед проведением измерений необходимо проверить соответствие условий окружающей среды условиям, указанным в п. 3

8.2.2 Включить спектрометр в соответствии с РЭ. Запустить программное обеспечение спектрометра (далее – ПО), установленное на персональном компьютере, двойным щелчком мыши



по значку на рабочем столе персонального компьютера. В меню ПО спектрометра нажать на кнопку «Warm up», в открывшемся окне нажать «Confirm» (рисунок 1), оставить спектрометр прогреваться на 30 минут.

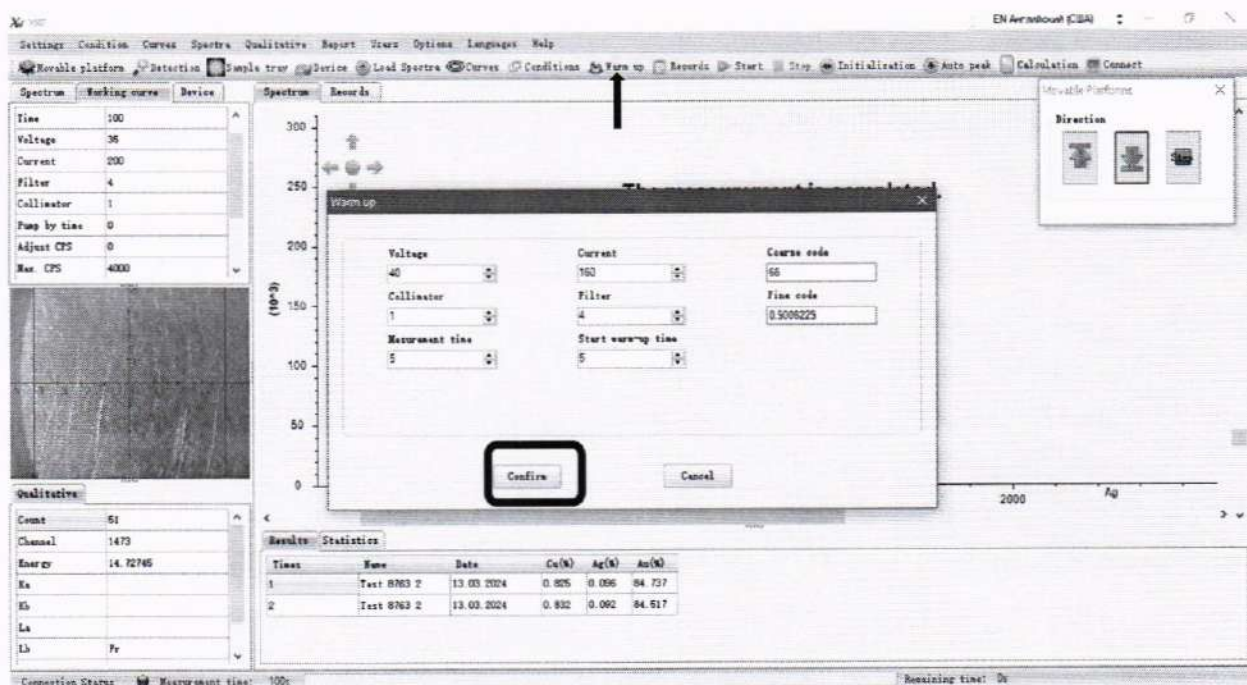


Рисунок 1 – Визуализация п. 8.2.2

8.2.3 После прогрева провести инициализацию спектрометра. Поднять верхнюю крышку спектрометра, нажав в ПО спектрометра «Movable platform», в открывшемся окне нажать клавишу



. Разместить настроечный образец серебра, входящий в комплект поставки спектрометра, в одной из позиций ротора для образцов спектрометра. Закрыть крышку спектрометра, используя



клавишу в окне «Movable platform» ПО. Нажать «Sample tray», в открывшемся окне в графе «Sample tray» указать позицию ротора для образцов, в которой размещен настроечный образец серебра, нажать «Move» (рисунок 2) для перемещения настроечного образца в аналитическую зону спектрометра.

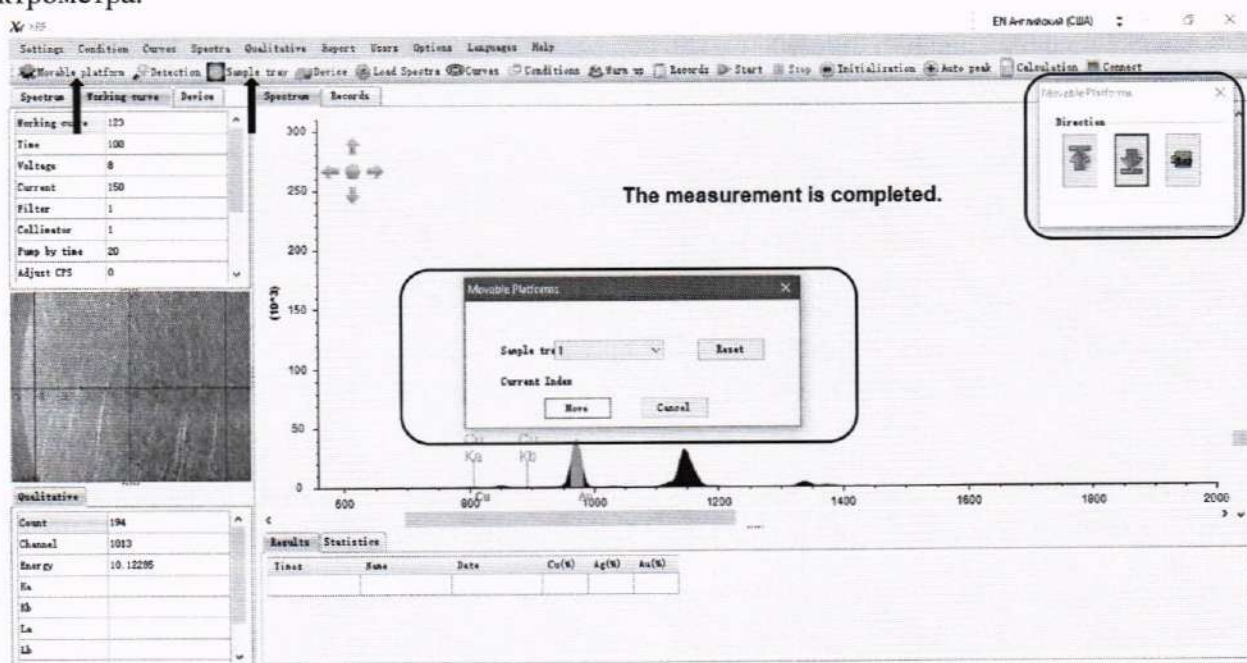


Рисунок 2 – Визуализация п. 8.2.3

8.2.4 В меню ПО спектрометра нажать «Initialization», в открывшемся окне нажать «Confirm» (рисунок 3). Спектрометр проведет инициализацию по настроечному образцу серебра. В случае успешного прохождения процедуры инициализации, по завершению измерений на центральной части окна ПО появится надпись «Initialization finished». В случае неуспешного прохождения процедуры инициализации появится надпись с запросом повторной инициализации.

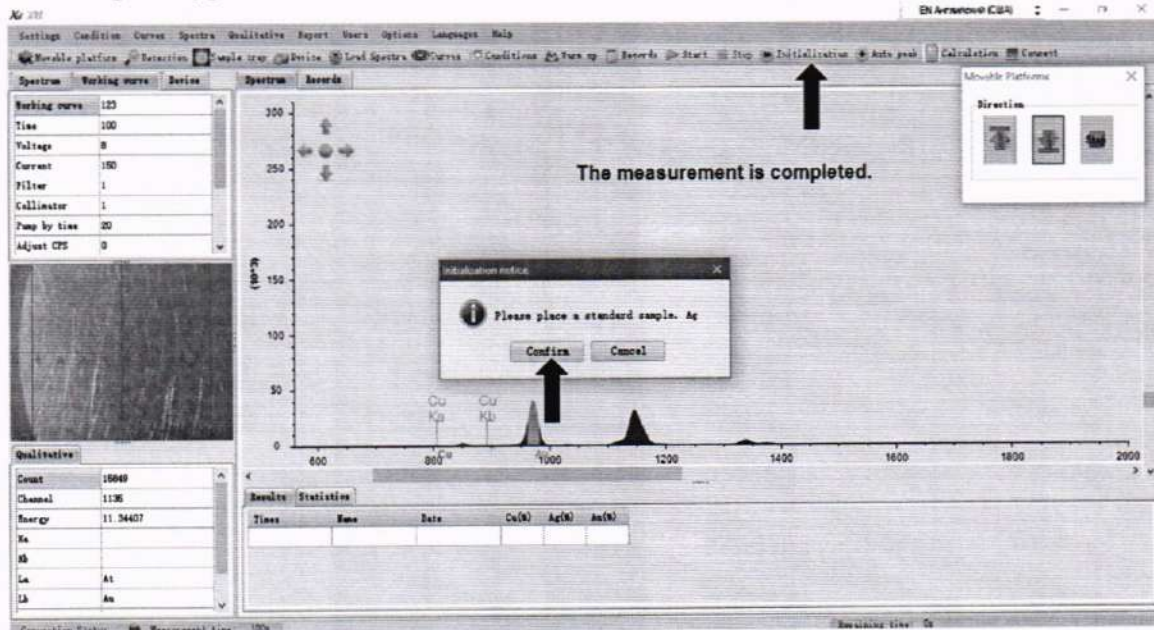


Рисунок 3 – Визуализация п. 8.2.4

8.2.5 Спектрометр считают прошедшим операцию поверки, если спектрометр прошел без сообщений об ошибках самотестирование, запущенное при включении, в течение времени прогрева сообщения об ошибках отсутствовали, процедура инициализации спектрометра прошла успешно

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Спектрометр имеет программное обеспечение, установленное на ПК. Проверку версии программного обеспечения осуществляют путём нажатия кнопки «Help», затем «About» в верхней строке меню. В открывшемся окне будут отображены идентификационные данные ПО (рисунок 4).

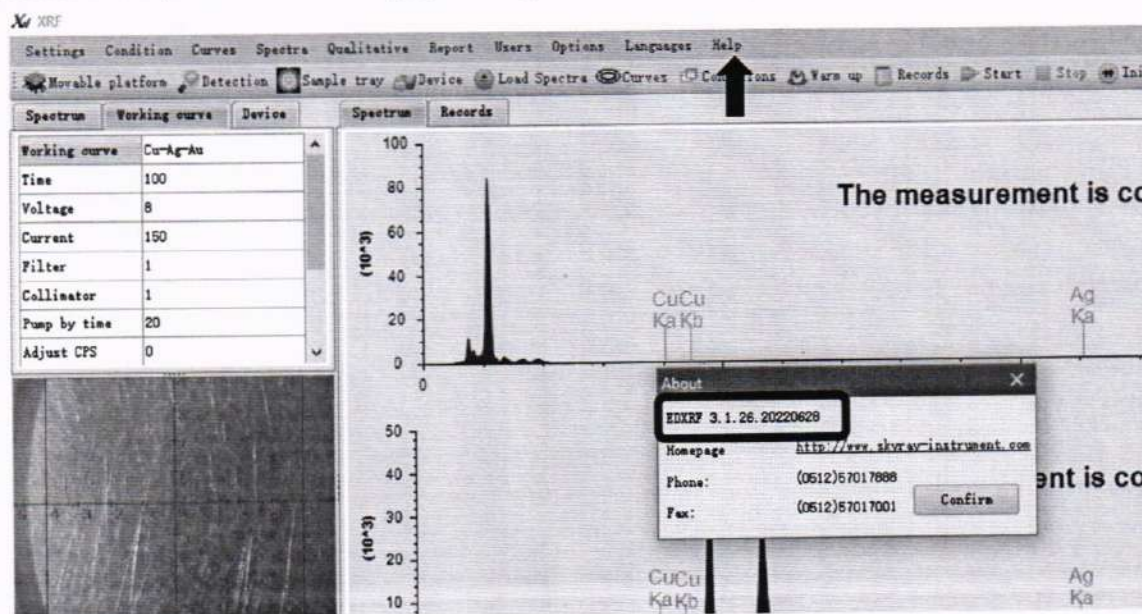


Рисунок 4 – Проверка наименования и версии ПО спектрометра

9.2 Спектрометр считают прошедшим операцию поверки, если наименование и версия ПО соответствует значениям, приведенным в таблице 4 настоящей методики поверки.

Таблица 4 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	EDXRF
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	3.1.26.20220628
Цифровой идентификатор ПО	-

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов, определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов

10.1.1 Проверку диапазона измерений массовой доли элементов совмещают с определением относительной погрешности измерений массовой доли элементов.

10.1.2 Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов.

10.1.2.1 Подготовить к проведению измерений стандартные образцы, обеспечивающие проведение измерений массовой доли элементов в диапазоне измерений спектрометра, в соответствии с требованиями паспортов на них.

10.1.2.2 Установить стандартные образцы в позиции ротора для образцов спектрометра.

10.1.2.3 Провести установку параметров измерений в соответствии с Приложением А к настоящей методике поверки.

10.1.2.4 Провести 5-ти кратное измерение массовой доли элементов для каждого стандартного образца в соответствии с приложением А к настоящей методике поверки. Полученные результаты записать в протокол.

10.1.3 Провести обработку результатов измерений в соответствии с п. 11.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Обработка результатов измерений массовой доли элементов

11.1.1 По результатам измерений рассчитать среднее арифметическое значение массовой доли каждого элемента, $\bar{C}$, %, для каждого стандартного образца по формуле

$$\bar{C} = \frac{\sum_{i=1}^n C_i}{n} \quad (1)$$

где C_i – измеренное значение массовой доли элемента, %;

n – количество повторов измерений на спектрометре, равное пяти.

11.1.2 Рассчитать относительную погрешность измерений массовой доли каждого элемента для каждого стандартного образца, %, по формуле

$$\Delta_{\bar{C}}^{\text{отн}} = \frac{\bar{C} - C_a}{C_a} \cdot 100 \quad (2)$$

где C_a – аттестованное значение массовой доли элемента, взятое из паспорта стандартного образца.

11.2 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки, если:

- диапазон измерений массовой доли элементов составляет от 0,1 % до 100,0 %;
- полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли элементов не превышают ± 15 %.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении Б. Протокол может храниться на электронных носителях.

12.2 Спектрометр считается прошедшим поверку с положительным результатом и допускается к применению, если все операции поверки пройдены с положительным результатом, а также соблюдены требования по защите средства измерений от несанкционированного вмешательства. В ином случае спектрометр считается прошедшим поверку с отрицательным результатом и не допускается к применению.

12.3 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, с учетом требований методики поверки аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки (подтверждено соответствие средства измерений метрологическим требованиям) выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными приказом Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 31.07.2020 № 2510. Нанесение знака поверки на спектрометр не предусмотрено.

12.4 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, с учетом требований методики поверки аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае отрицательных результатов поверки (не подтверждено соответствие средства измерений метрологическим требованиям) выдает извещение о непригодности к применению средства измерений.

12.5 Сведения о результатах поверки (как положительных, так и отрицательных) передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Начальник отдела Д-4

Начальник сектора отдела Д-4

Ведущий инженер отдела Д-4



А.В. Иванов

Н.Ю. Грязских

Е.П. Полупина

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)
к Методике поверки МП 017.Д4-24
«ГСИ. Спектрометр рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный
EDX 6000В»

Порядок установления параметров измерений массовой доли элементов

A.1 В меню ПО спектрометра нажать «Conditions», в открывшемся окне проверить соответствие установленных параметров рисунку A.1. В случае необходимости, откорректировать, нажав «Add» → «Apply» → «Confirm».

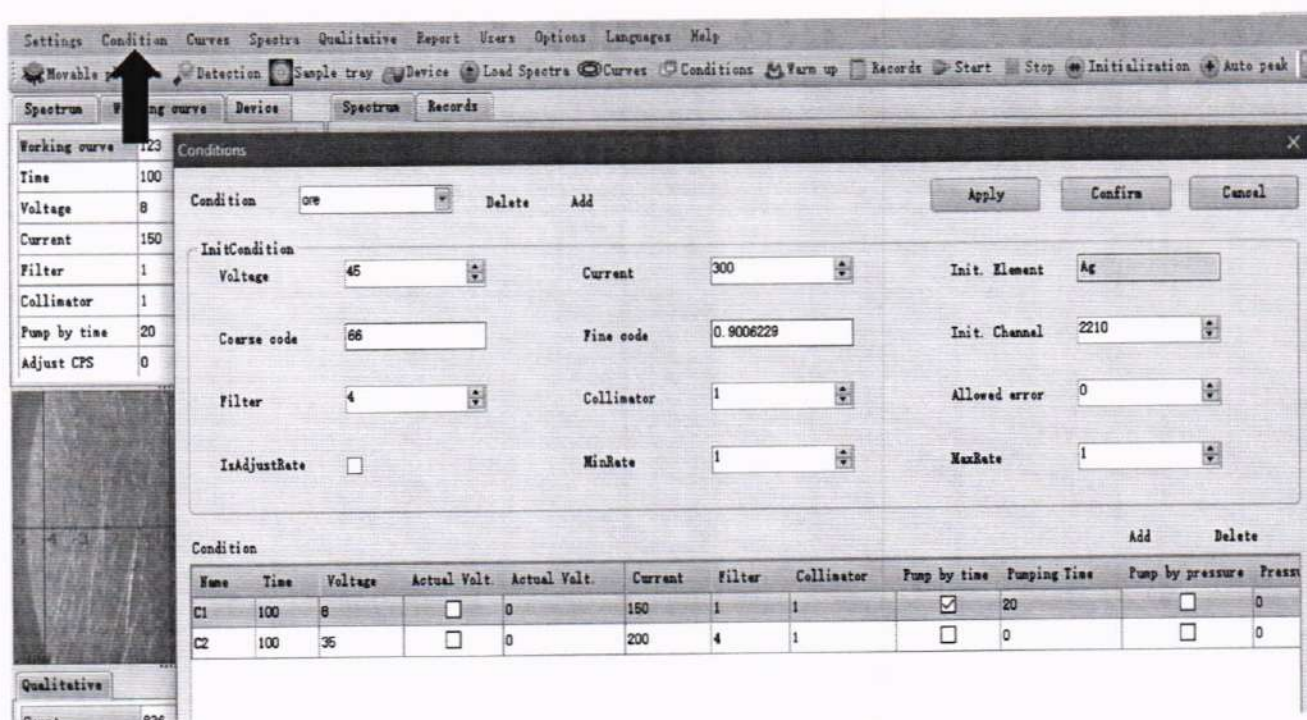


Рисунок A.1 – Визуализация п. A.1

A.2 В меню ПО спектрометра нажать «Curves», в открывшемся окне заполнить графу «Name» произвольно, в графе «Condition» в раскрывающемся списке выбрать «ORE», в графе «Type» выбрать «ЕС». Нажать кнопку «New» (рисунок A.2).

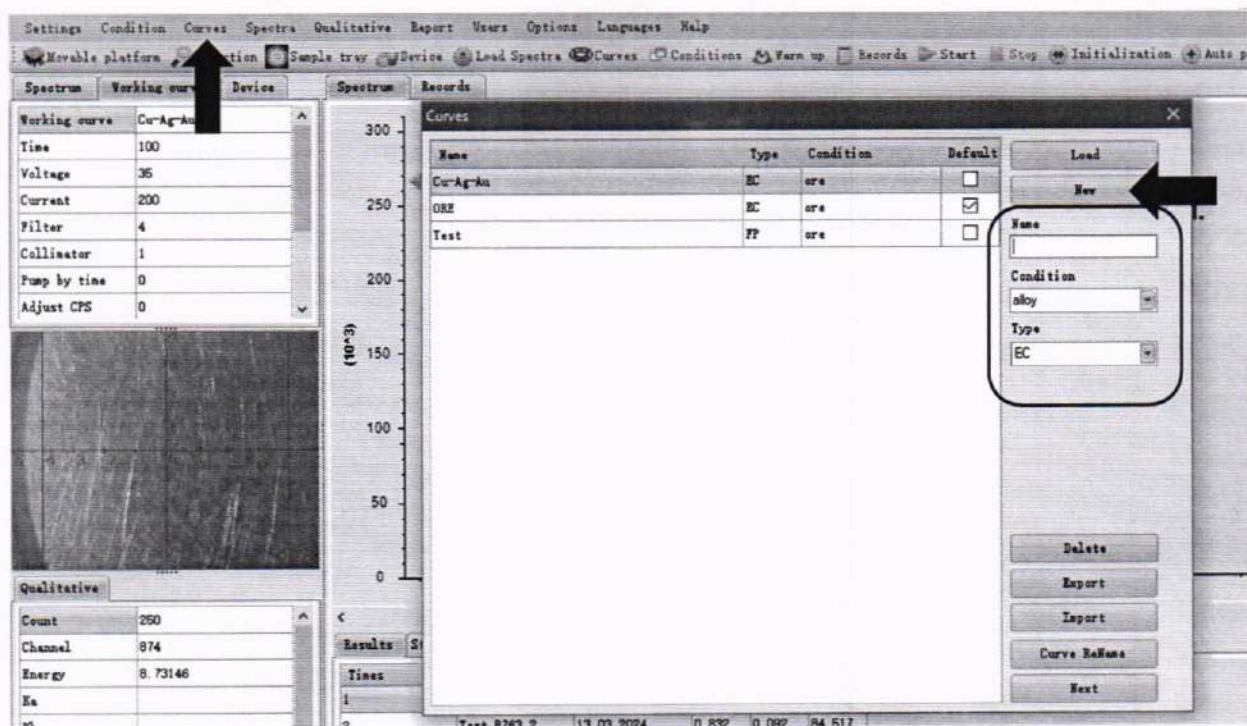


Рисунок А.2 – Визуализация п. А.2

А.3 Произвести двойной щелчок мыши по созданной строке в левой части окна «Curves». В верхней части меню ПО спектрометра нажать «Curves», в раскрывающемся списке выбрать «Edit Elements» (рисунок А.3).

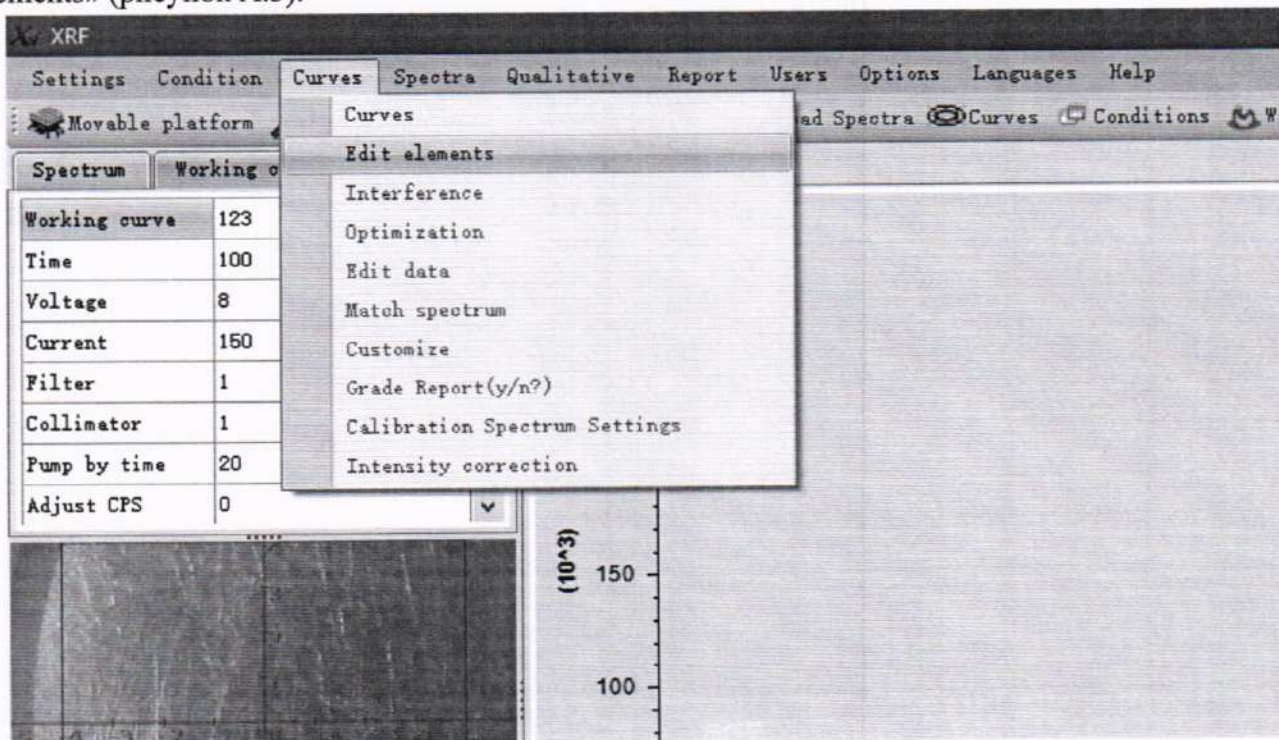


Рисунок А.3 – Визуализация п. А.3

А.4 В открывшемся окне нажать «New» (рисунок А.4).

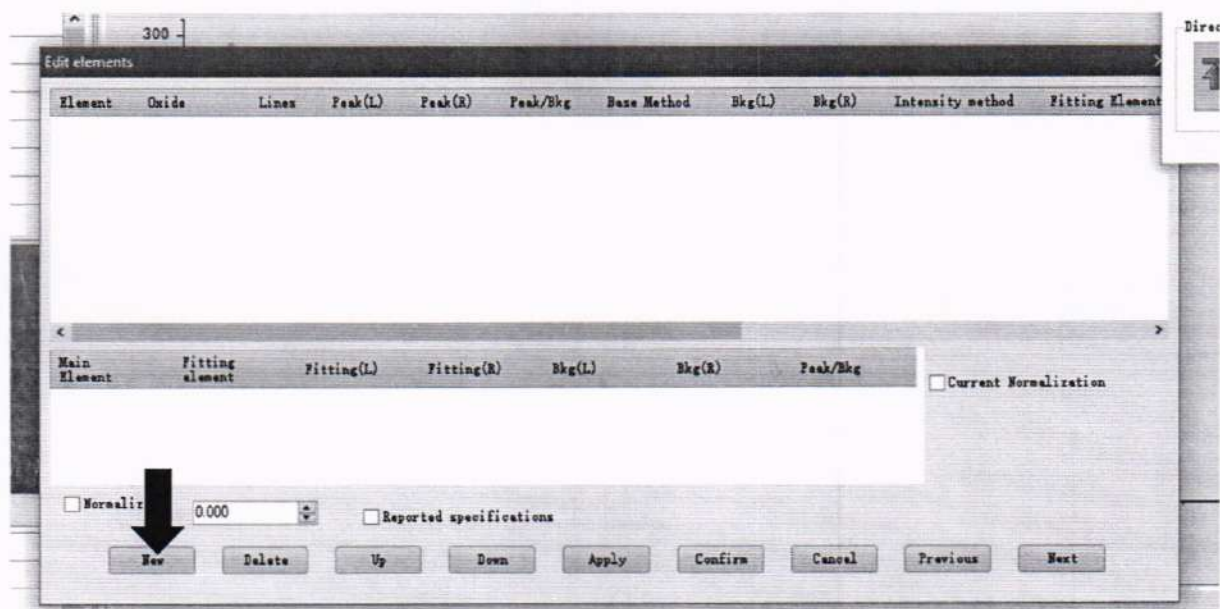


Рисунок А.4 – Визуализация п. А.4

А.5 В открывшемся окне выбрать аттестованные и сопутствующие элементы используемых стандартных образцов, нажать «Confirm» (рисунок А.5).

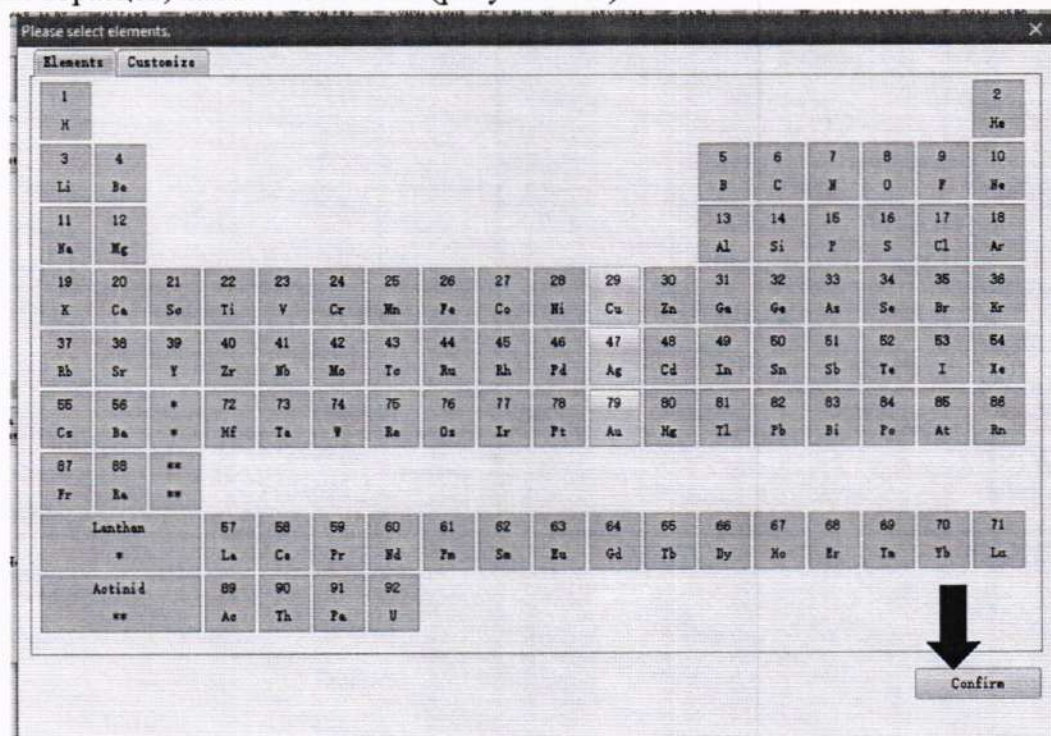


Рисунок А.5 – Визуализация п. А.5

А.6 В окне «Edit Elements» для всех выбранных элементов в графе «Condition» установить «C1» из раскрывающегося списка. Проверить, чтобы в графе «Intensity method» было указано «Full area». Затем нажать «Apply» → «Confirm» (рисунок А.6)

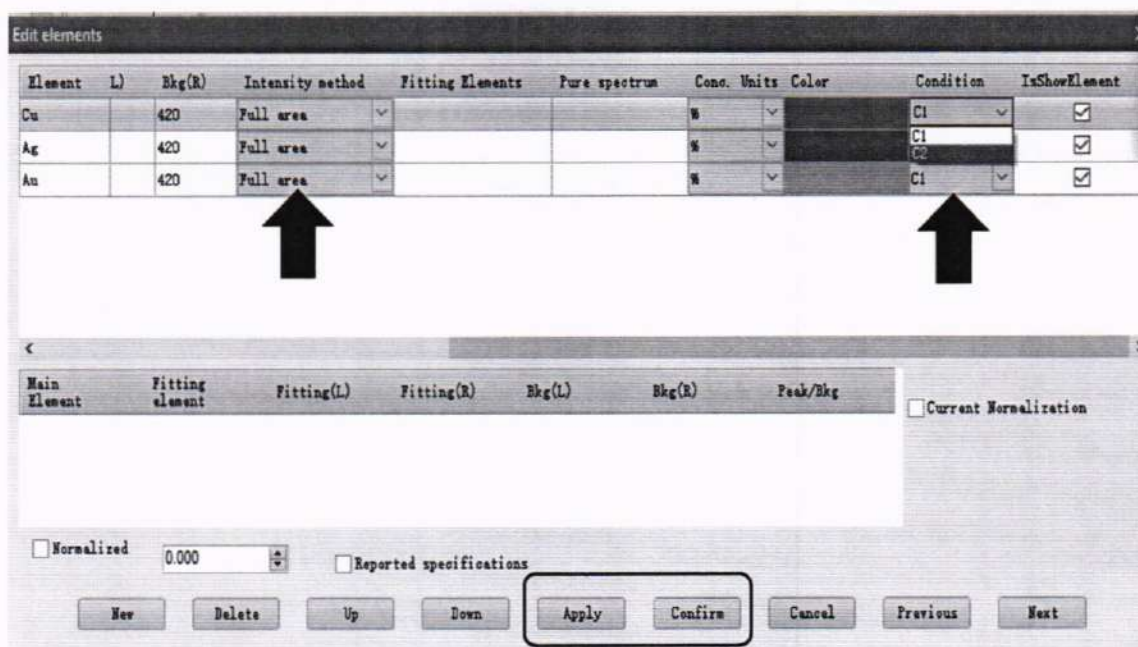


Рисунок А.6 – Визуализация п. А.6

А.7 Поднять верхнюю крышку спектрометра, нажав в ПО спектрометра «Movable platform»,

в открывшемся окне нажать клавишу . Разместить настроечный образец серебра, входящий в комплект поставки спектрометра, в первой позиции ротора для образцов, а стандартные образцы в остальных позициях ротора для образцов спектрометра. Закрыть крышку спектрометра, используя клавишу  в окне «Movable platform» ПО (рисунок А.7).

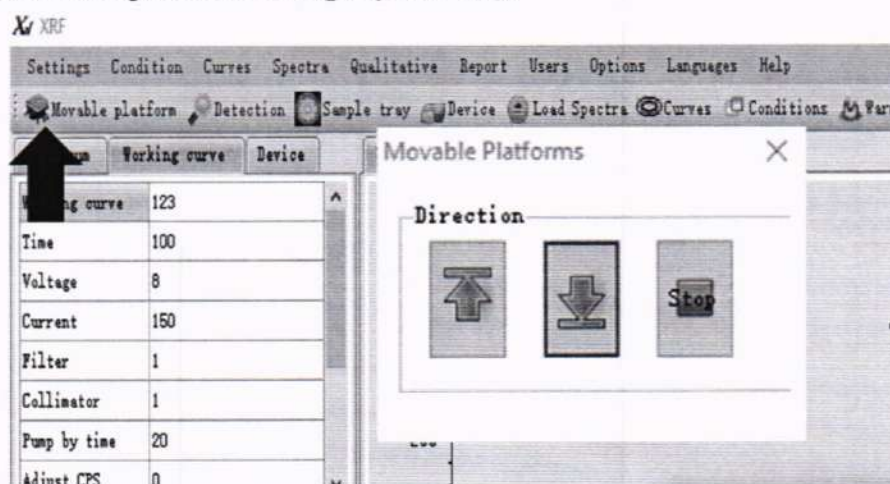


Рисунок А.7 – Визуализация п. А.7

А.8 Нажать «Sample tray», в открывшемся окне в графе «Sample tray» указать позицию ротора для образцов, в которой размещен настроечный образец серебра, нажать «Move» (рисунок А.8) для перемещения настроечного образца в аналитическую зону спектрометра.

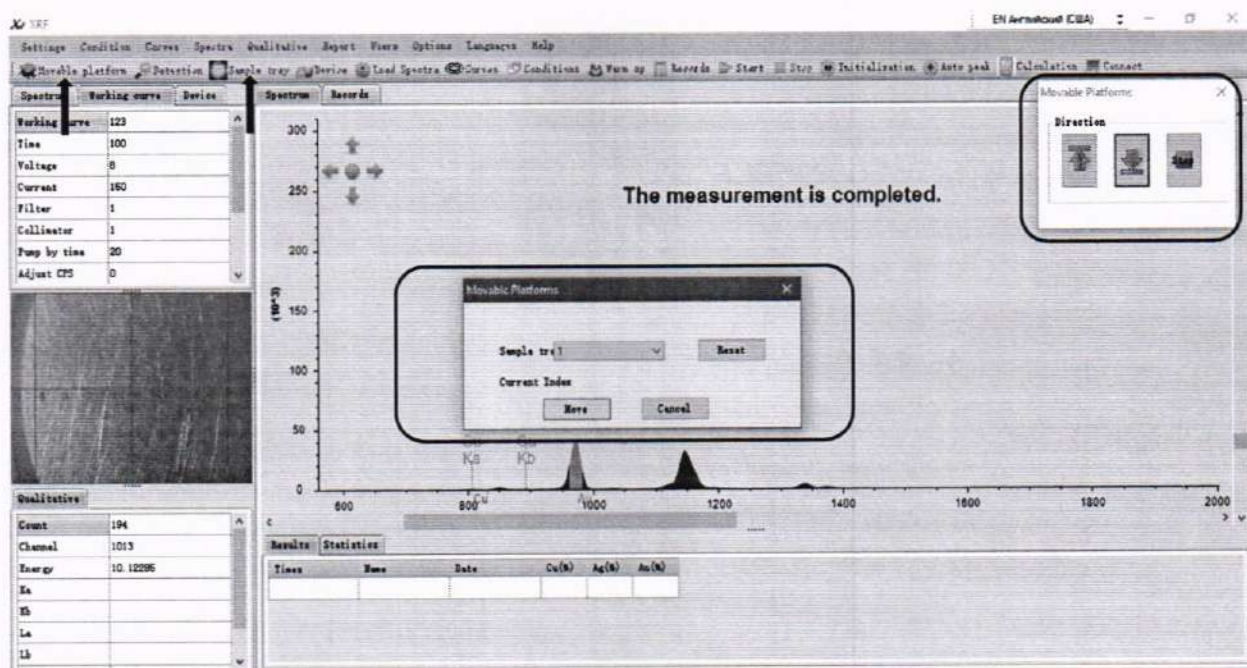


Рисунок А.8 – Визуализация п. А.8

А.9 В меню ПО спектрометра нажать «Initialization», в открывшемся окне нажать «Confirm» (А.9). Спектрометр проведет инициализацию по настроечному образцу серебра. В случае успешного прохождения процедуры инициализации, по завершению измерений на центральной части окна ПО появится надпись «Initialization finished». В случае неуспешного прохождения процедуры инициализации появится надпись с запросом повторной инициализации.

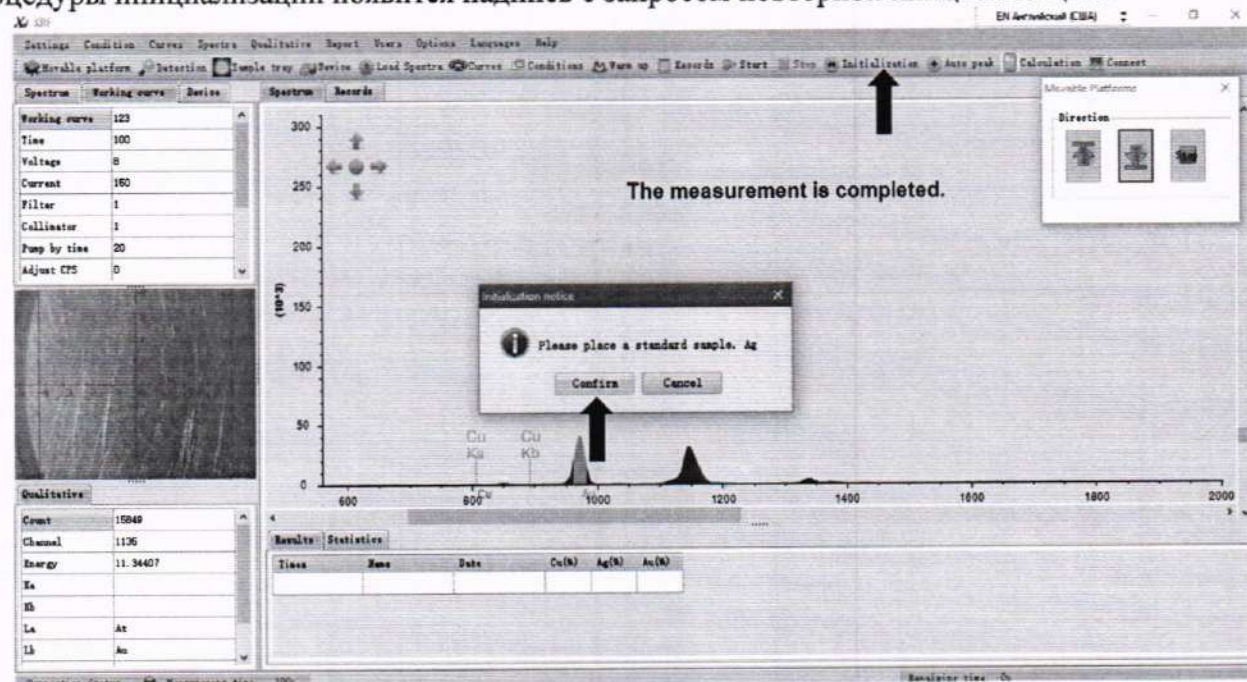


Рисунок А.9 – Визуализация п. А.9

А.10 В меню ПО спектрометра нажать кнопку «Start». В открывшемся окне указать позиции ротора образцов, в которых размещены стандартные образцы галочками в графе «No». В окне «Sample type» отметить «Standard», выбрать созданный по п. А.1 – А.6 метод в графе «Working curve». Нажать кнопку «Confirm», измерение начнется автоматически (рисунок А.10).

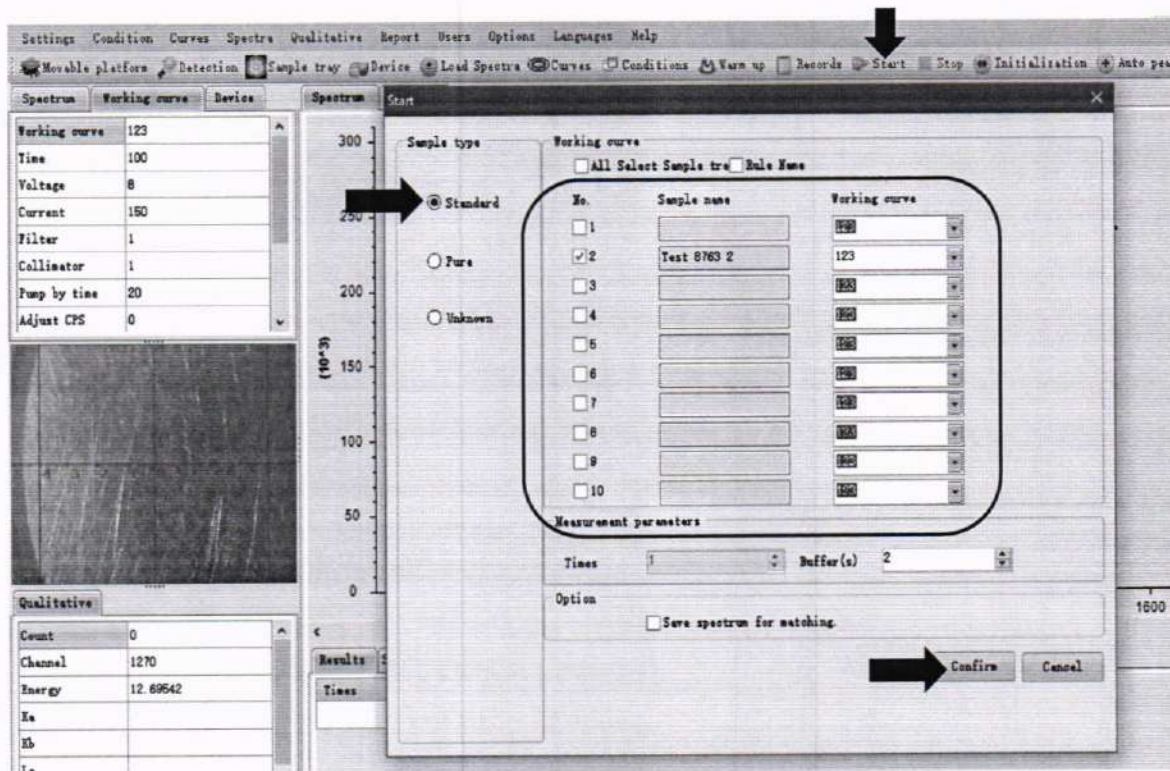


Рисунок А.10 – Визуализация п. А.10

А.11 По окончании измерений зайти в меню ПО «Curves», в раскрывающемся списке выбрать «Edit data» (рисунок А.11).

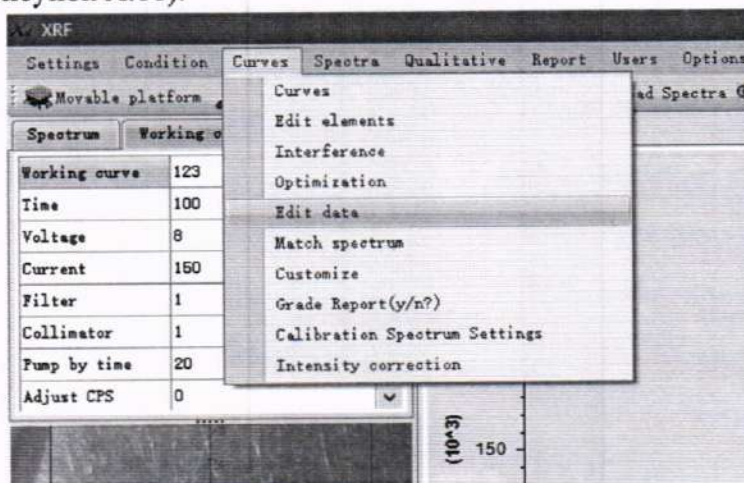


Рисунок А.11 – Визуализация п. А.11

А.12 В открывшемся окне нажать «New». В открывшемся окне выбрать все измеренные по п. А.10 данные, нажать «Select» (рисунок А.12).

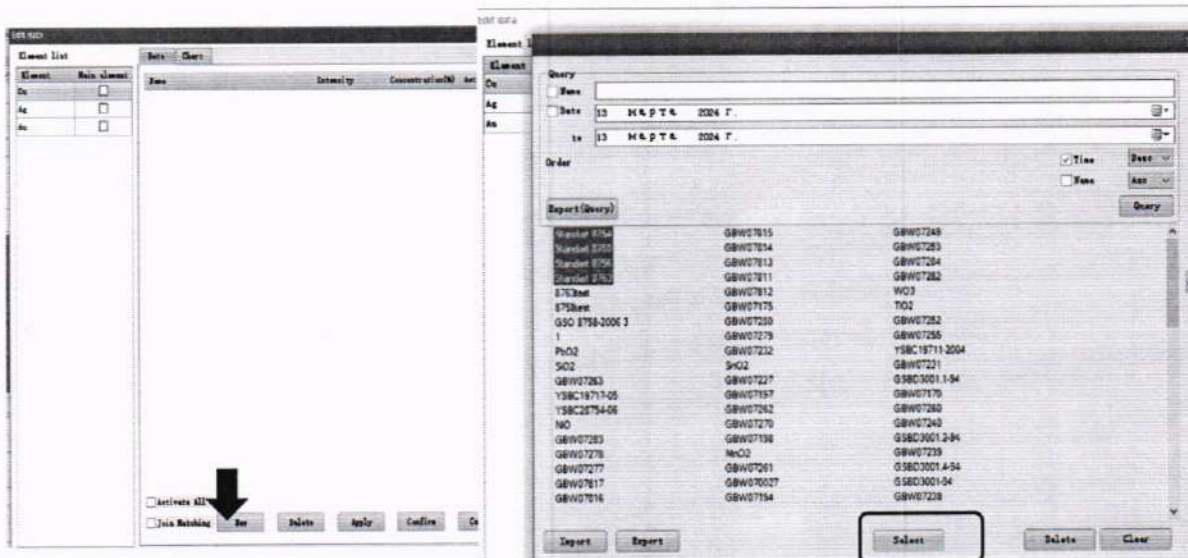


Рисунок А.12 – Визуализация п. А.12

А.13 В окне «Edit Data» во вкладке «Data» указать массовую долю определяемых элементов в соответствии с паспортом стандартного образца в графе «Concentration» (рисунок А.13).

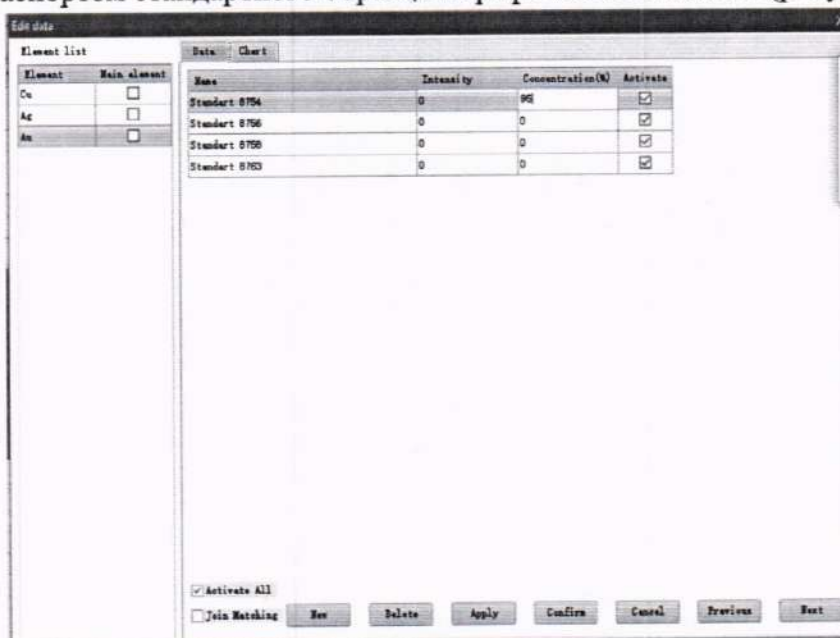


Рисунок А.13 – Визуализация п. А.13

А.14 Перейти во вкладку «Chart», для всех элементов выбрать «Interpolation», нажать «Save» → «Close» (рисунок А.14).

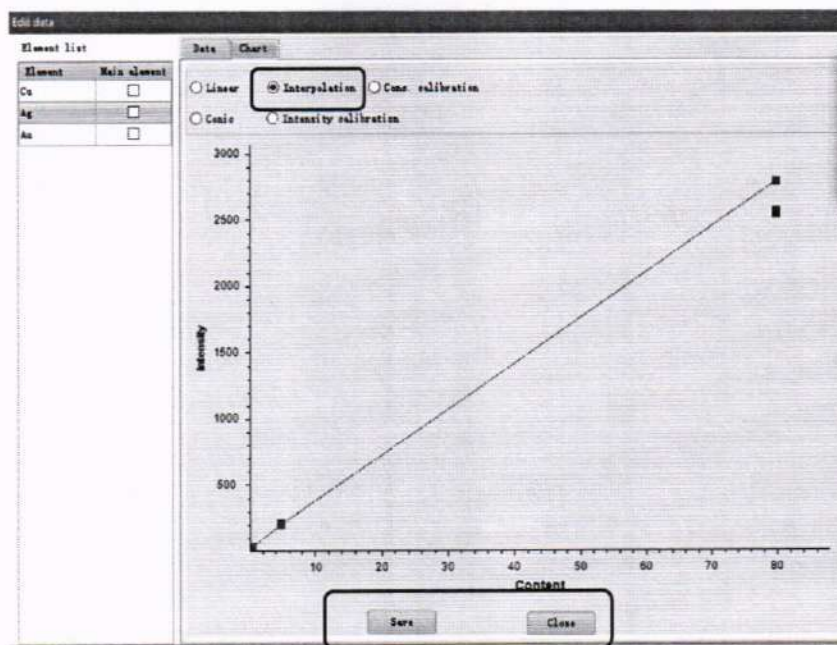


Рисунок А.14 – Визуализация п. А.14

А.15 В меню ПО спектрометра нажать кнопку «Start». В открывшемся окне указать позиции ротора образцов, в которых размещены стандартные образцы галочками в графе «No». В окне «Sample type» отметить «Unkown», выбрать созданный по п. А.1 – А.6 метод в графе «Working curve», в графе «Times» указать количество повторов измерений, равное пяти. Нажать кнопку «Confirm», измерение начнется автоматически (рисунок А.15).

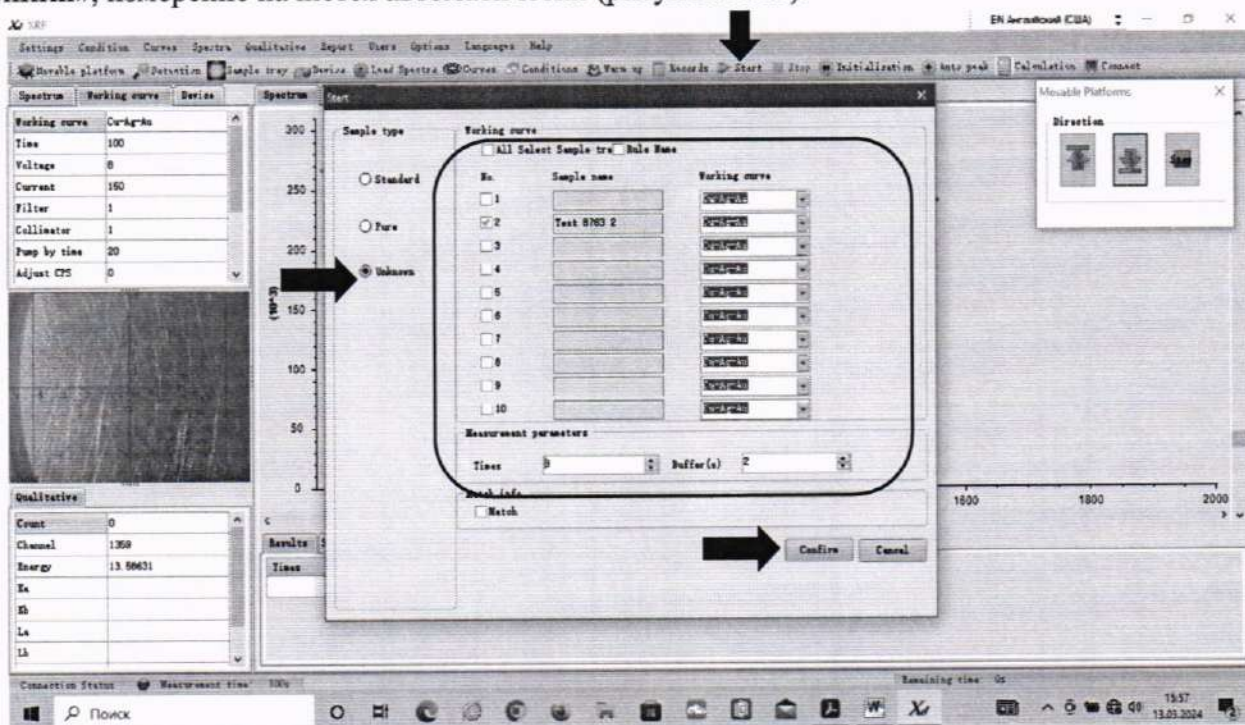


Рисунок А.15 – Визуализация п. А.15

А.16 В меню ПО спектрометра нажать «Load Spectra». В открывшемся окне выбрать полученные по п. А.15 результаты измерений, нажать «Select» (рисунок А.16).

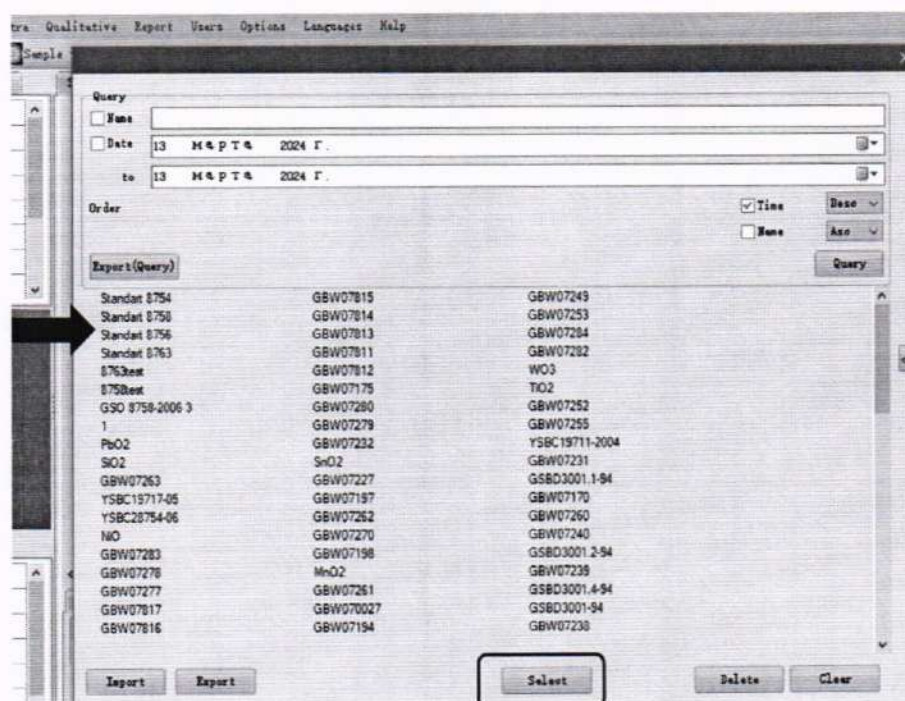


Рисунок А.16 – Визуализация п. А.16

А.17 Результаты измерений будут отображены в нижней части экрана ПО спектрометра во вкладке «Results» (рисунок А.17). Записать полученные результаты измерений в протокол. Результаты измерений можно сохранить в формате Excel, для чего в меню ПО спектрометра нажать «Report» → «Save».

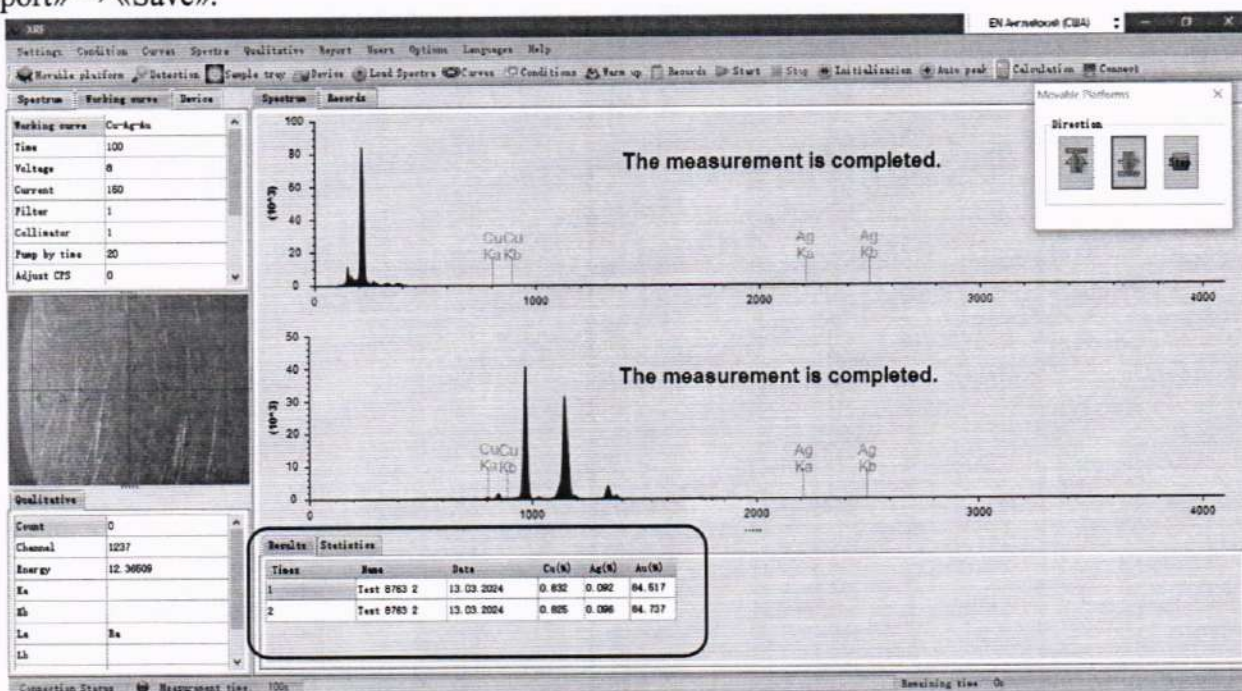


Рисунок А.17 – Визуализация п. А.17

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(рекомендуемое)
к Методике поверки МП 017.Д4-24
«ГСИ. Спектрометр рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный
EDX 6000В»

ПРОТОКОЛ **ПЕРВИЧНОЙ**
ПЕРИОДИЧЕСКОЙ **ПОВЕРКИ**

Спектрометр рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный EDX 6000В

(наименование, тип СИ и модификации в соответствии с описанием типа, в
единственном числе, регистрационный №)

Серийный номер:

Год выпуска:

Изготовитель:

Владелец СИ:

Применяемые средства поверки:

Применяемая методика поверки: МП 017.Д4-24 «ГСИ. Спектрометр
рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный EDX
6000В. Методика поверки», согласованная
ФГБУ «ВНИИОФИ» «15» мая 2024 г.

Условия поверки:

- температура окружающей среды:
- относительная влажность воздуха:
- атмосферное давление:

Место проведения поверки:

Проведение поверки:

1. Внешний осмотр:
2. Опробование:
3. Идентификация программного обеспечения:
4. Определение метрологических характеристик:

Полученные результаты определения метрологических характеристик:

Таблица Б.1 – Таблица измерений

№ образца								
Элемент								
1								
2								
3								
4								
5								
$\bar{C}$								
C_3								
$\Delta_{\bar{C}}^{\text{отн}}$								

Таблица Б.2 – Определение метрологических характеристик

Метрологическая характеристика	Требования описания типа	Результат (соответствие)
Диапазон измерений массовой доли элементов, %	от 0,1 до 100	
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли элементов, %	± 15	

Заключение по результатам поверки:

По результатам поверки средство измерений Спектрометр рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный EDX 6000B серийный номер 100600001-00029A соответствует (не соответствует) метрологическим характеристикам, указанным в описании типа средства измерений, и признается пригодным (не пригодным) к применению

Поверитель:

подпись

Фамилия И.О.

Дата поверки:

Руководитель подразделения:

подпись

Фамилия И.О.