

УТВЕРЖДАЮ  
Директор ГЦИ СИ ФГУП  
«ВНИИМ имени Д.И. Менделеева»

  
\_\_\_\_\_  
Н. И. Ханов  
« 15 » июля 2014 г.

УТВЕРЖДАЮ  
Генеральный директор  
ООО «НПО «СПЕКТРОН»

  
\_\_\_\_\_  
К.Ю. Яшин  
« 15 » июля 2014 г.

Аппараты рентгеновские для спектрального анализа  
СПЕКТРОСКАН МАКС

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ  
РА1.000.000 Д22  
с изменениями № 1, 2

Санкт-Петербург  
2014 г

## Содержание

Введение .....	3
1    Операции поверки .....	3
2    Средства поверки .....	3
3    Требования безопасности .....	4
4    Условия поверки и подготовка к ней .....	5
5    Проведение поверки .....	5
5.1   Внешний осмотр .....	5
5.2   Проверка функционирования (опробование) .....	5
5.3   Определение метрологических характеристик .....	7
6    Оформление результатов поверки. ....	10
ПРИЛОЖЕНИЕ А Протокол поверки .....	11
Лист регистрации изменений .....	12

## Введение

Настоящая методика поверки распространяется на аппараты рентгеновские для спектрального анализа СПЕКТРОСКАН МАКС (в дальнейшем - спектрометры), изготавливаемые ООО «НПО «СПЕКТРОН» и предназначенные для качественного и количественного рентгенофлуоресцентного анализа в соответствии с методиками измерений, аттестованными или стандартизованными в установленном порядке.

В зависимости от диапазона определения химических элементов и конструкции спектрометры имеют следующие модификации: СПЕКТРОСКАН МАКС-G, СПЕКТРОСКАН МАКС-GF, СПЕКТРОСКАН МАКС-GV, СПЕКТРОСКАН МАКС-GVM.

Настоящая методика устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки перед вводом в эксплуатацию и в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками – 2 года.

## 1 Операции поверки

1.1 При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

- внешний осмотр п. 5.1
- проверка функционирования, подтверждение соответствия ПО п. 5.2
- определение метрологических характеристик п. 5.3

1.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается и выдается извещение о непригодности.

## 2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки должны применяться средства поверки, указанные в таблицах 1, 2

Таблица 1

Номер пункта МП	Наименование и тип основного средства поверки, обозначение НД, регламентирующего технические требования и (или) МХ
4.2	Термометр типа ТЛ-4 по ТУ 25-1819.0021-90, диапазон температур от 0 до 50 °С
4.2	Психрометр аспирационный типа М34 по ТУ 25-1607.054-85, диапазон измерений относительной влажности от 0 до 100 %
4.2	Дозиметр рентгеновского излучения типа ДКР-АТ1103М
5.3	Перечень ГСО приведен в таблице 2
Примечание - Допускается применение при поверке других средств измерений с аналогичными метрологическими характеристиками.	

2.2 Средства измерений, приведенные в таблице 1, должны иметь действующие свидетельства о поверке, а стандартные образцы, приведенные в таблице 2 - действующие паспорта.

Таблица 2

ГСО	Обозначение	Регистрационный номер	Модель СПЕКТРОСКАНА МАКС
СО массовой доли магния в сплаве магниевом литейном	КО-3	ГСО 10013-2011	-GF
СО массовой доли алюминия в первичном алюминии	КО-4	ГСО 10014-2011	-GF
СО массовых долей кальция и фосфора в твердой основе	КО-79	ГСО 10015-2011	-G, -GV, -GF, -GVM
СО массовой доли кремния в кварцевом стекле	КО-81	ГСО 10016-2011	-GF
СО массовой доли кобальта в твердой основе	КО-83	ГСО 10017-2011	-G, -GV, -GF, -GVM
СО массовой доли свинца в твердой основе	КО-91	ГСО 10018-2011	-GV
СО массовой доли стронция в твердой основе	КО-98	ГСО 10019-2011	-G, -GV, -GF, -GVM
СО массовой доли титана в твердой основе	КО-100	ГСО 10020-2011	-GF, -G
СО массовых долей натрия и хлора в твердой основе	КО-107	ГСО 10021-2011	-GV, -GF, -GVM
СО массовой доли борной кислоты в твердой основе (163)	КО-163	ГСО 10022-2011	-GV, -GF, -GVM
СО массовой доли серы в минеральном масле	СН-1,000-НС	ГСО 9410-2009	-GF

### 3 Требования безопасности

3.1 При поверке спектрометров необходимо соблюдать правила безопасности в соответствии с требованиями эксплуатационной

документации на поверяемые спектрометры и применяемые средства поверки.

#### 4 Условия поверки и подготовка к ней

4.1 На первичную поверку предоставляются протоколы приёмосдаточных испытаний в части требований безопасности:

- проверка мощности эквивалентной (экспозиционной) дозы излучения и безопасности смены образцов;
- измерение сопротивления изоляции первичных цепей;
- испытание изоляции на электрическую прочность;
- измерение сопротивления заземления;

4.2 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

Таблица 3.

Температура окружающего воздуха	$(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ ;
Относительная влажность	от 45 % до 80 %;
Напряжение питания переменного тока для спектрометрического блока	$(220^{+22}_{-33}) \text{ В}$ ; $(50 \pm 1) \text{ Гц}$ ;
Фон внешнего гамма-излучения в помещении, не более	0,25 мкЗв/ч
Время прогрева спектрометра	1 ч

4.3 Спектрометры и средства поверки должны быть подготовлены к работе в соответствии с их эксплуатационной документацией.

#### 5 Проведение поверки

##### 5.1 Внешний осмотр

5.1.1 Внешний осмотр спектрометра предусматривает проверку:

- комплектности;
- отсутствия механических повреждений корпуса;
- крепления органов управления и чёткости фиксации;
- состояния лакокрасочных покрытий.

Результаты внешнего осмотра признают положительными, если комплектность и внешний вид спектрометра соответствуют требованиям эксплуатационной документации.

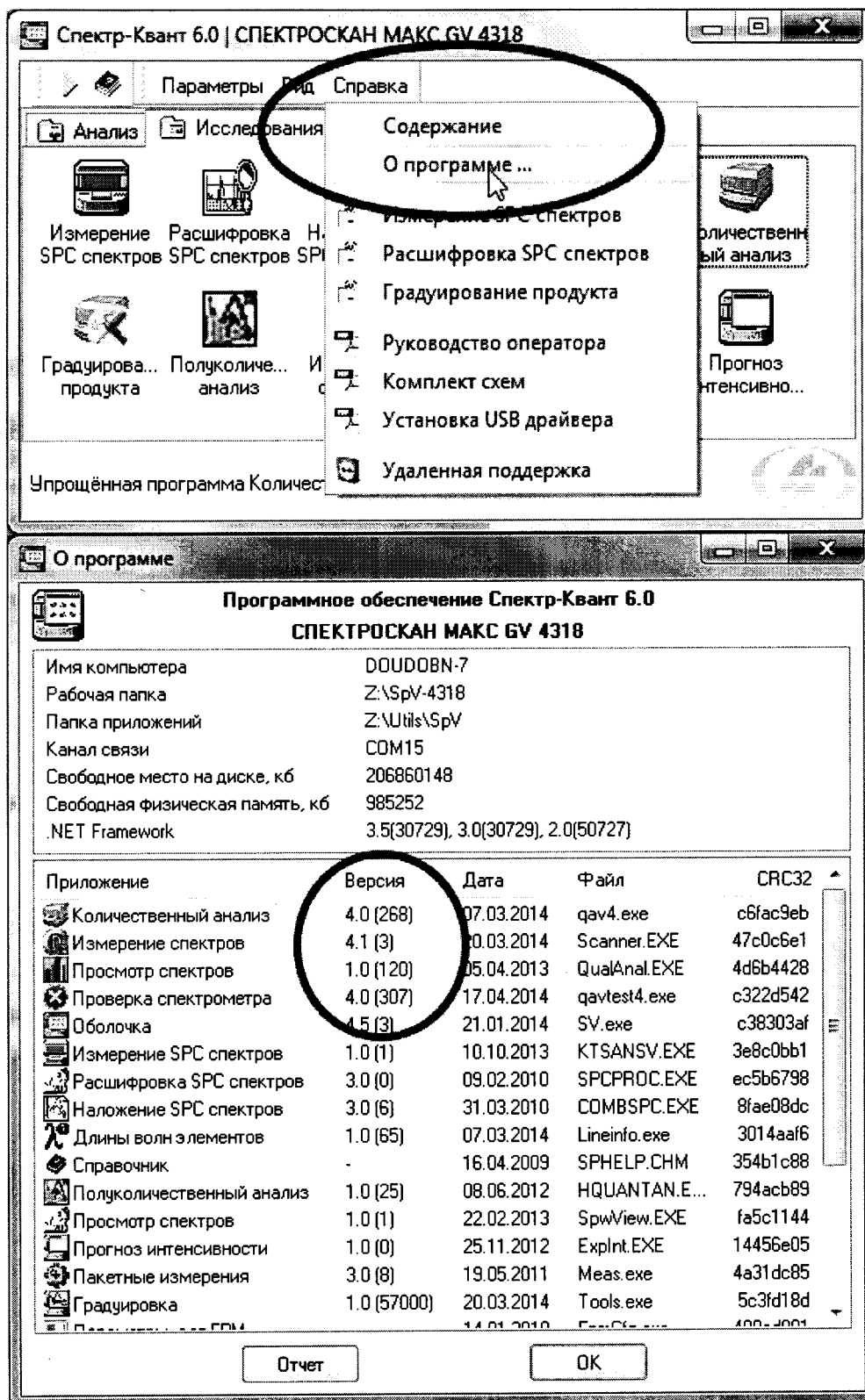
5.2 Проверка функционирования (опробование) и подтверждение соответствия ПО.

5.2.1 Проверка функционирования проводится путем измерения скорости счета и контрастности  $K_\alpha$  линии кобальта согласно условиям измерений, указанным в п. 5.3.1 и 5.3.2.

Результаты опробования признают положительными, если полученные значения скорости счета и контрастности для  $K_\alpha$  линии кобальта не менее указанных в таблицах 5, 6

5.2.2 Подтверждение соответствия ПО

Для того чтобы убедиться в соответствии ПО, необходимо запустить ПО и выбрать в меню из пункта «Справка» команду «О программе».



Результаты подтверждения соответствия ПО признают положительными, если идентификационные номера версий метрологически значимых модулей ПО соответствуют указанным в таблице 4.

Таблица 4.

Наименование компонента программного обеспечения	Идентификационное наименование программного обеспечения (имя файла компонента)	Номер версии (идентификационный номер) компонента программного обеспечения
«Количественный анализ»	qav4.exe	4.0.0.0 и выше
«Проверка спектрометра»	qavtest4.exe	4.0.0.0 и выше
«Измерение спектров»	scanner.exe	4.0.0.0 и выше
«Просмотр спектров»	qualanal.exe	1.0.0.0 и выше

### 5.3 Определение метрологических характеристик

5.3.1 Проверку скоростей счёта, соответствующих определяемым химическим элементам и их аналитическим линиям, проводят с использованием стандартных образцов, содержащих определяемый химический элемент. Условия измерения выбираются в соответствии с таблицей 5 для СПЕКТРОСКАН МАКС-GV и СПЕКТРОСКАН МАКС-GVM и с таблицей 6 для СПЕКТРОСКАН МАКС-G, СПЕКТРОСКАН МАКС-GF.

Измерения скоростей счёта проводятся три раза. Значения скоростей счёта –  $I_i$  (имп/с), вычисляются как среднее арифметическое по результатам трех измерений.

Результаты проверки признают положительными, если измеренные скорости счёта не менее указанных в таблице 5 для СПЕКТРОСКАН МАКС-GV и МАКС-GVM и не менее указанных в таблице 6 для остальных модификаций спектрометров.

5.3.2 Проверку контрастности проводят, измеряя скорость счёта на стандартном образце борной кислоты ГСО 10022-2011 (КО-163) для всех аналитических линий при условиях измерений согласно таблице 5 для СПЕКТРОСКАН МАКС-GV и МАКС-GVM и согласно таблице 6 для спектрометров остальных модификаций, кроме времени экспозиции, значение которого должно быть 100 с.

Измерения скоростей счёта проводятся три раза. Значения скоростей счёта –  $I_{\phi i}$  (имп/с), вычисляются как среднее арифметическое по результатам трех измерений.

Значение контрастности  $K_i$  вычисляется по формуле (1):

$$K_i = I_i / I_{\phi i} \quad (1)$$

Таблица 5

Элемент, аналитическая линия	Регистрационный номер стандартного образца	Кристалл- анализатор	Ток трубки, не более, мА	Экспозиция, с	Скорость счёта, имп/с	Контрастность
Na, K $\alpha$	GCO 10021-2011 (КО-107)	KAP	4	100	5	2
Ca, K $\alpha$	GCO 10015-2011 (КО-79)	C002	0,5	10	15000	250
Co, K $\alpha$	GCO 10017-2011 (КО-83)	LiF(200)	0,5	10	30000	40
Sr, K $\alpha$	GCO 10019-2011 (КО-98)	LiF(200)	0,5	10	30000	10
Pb, La	GCO 10018-2011 (КО-91)	LiF(200)	0,5	10	15000	5

## Примечания

1. Вместо кристалла-анализатора KAP могут быть установлены другие кристаллы-анализаторы (RbAP, TAP) или многослойные интерференционные структуры (МИС, ML).

2. Измерения проводятся при напряжении на трубке 40 кВ.

Таблица 6

Элемент, аналитическая линия	Регистрационный номер стандартного образца	Ток трубки, мА	Напряжение на трубке, кВ	Экспозиция, с	Скорость счёта, имп/с	Контрастность	Модель: СПЕКТРОСКАН МАКС
Ti, K $\alpha$	GCO 10020-2011 (КО-100)	0,1	40	10	70	5	-G, -GF
Co, K $\alpha$	GCO 10017-2011 (КО-83)	0,1	40	10	10000	30	-G, -GF
Sr, K $\alpha$	GCO 10019-2011 (КО-98)	0,1	40	10	10000	7	-G, -GF
Ca, K $\beta_{1,3}$	GCO 10015-2011 (КО-79)	0,1	40	10	20	1.2	-G, -GF*
Ca, K $\alpha$ +K $\beta$	GCO 10015-2011 (КО-79)	0,15	5-5,5	10	1000	10	-GF**
Al, K $\alpha$	GCO 10014-2011 (КО-4)	0,15	3-4,5	10	1000	20	-GF
P, K $\alpha$	GCO 10015-2011 (КО-79)	0,15	4-5	10	50	2	GF
S, K $\alpha$	GCO 9410-2009	0,15	4,5-5,5	10	200	3	-GF
Cl, K $\alpha$ +K $\beta$	GCO 10021-2011 (КО-107)	0,15	5-5,5	10	50	2	-GF
Mg, K $\alpha$ +K $\beta$	GCO 10013-2011 (КО-3)	0,15	3-4,5	10	300	10	-GF
Si, K $\alpha$	GCO 10016-2011 (КО-81)	0,15	3-4,5	10	20	1.3	-GF

## Примечания

\* Для кристалл-дифракционного канала

\*\* Для энергодисперсионного канала



5.3.3 Проверку диапазона определяемых химических элементов проводят определением рабочего диапазона длин волн на кристалле-анализаторе LiF(200) в первом порядке дифракции.

Результаты проверки признают положительными, если рабочий диапазон длин волн соответствует указанному в таблице 7.

Таблица 7

Модель: СПЕКТРОСКАН МАКС	Нижний предел, мÅ, не более	Верхний предел, мÅ, не менее
-GV, -GVM	820	3300
-G, -GF	820	3200

5.3.4 Определение основной аппаратурной погрешности проводят с использованием стандартного образца кобальта (КО-83), измеряя К $\alpha$  линию кобальта.

Условия измерений аналогичны, указанным в п. 5.3.2, время экспозиции увеличивают до 40 с.

Проводят последовательно три серии измерений по 11 измерений в каждой серии с повторной установкой образца при каждом измерении, при этом интервал между измерениями 5 мин.

Для каждой серии измерений рассчитывают дисперсию по формуле:

$$S_l^2 = \sum (N_{li} - \bar{N}_l)^2 \left( \frac{1}{n-1} \right) \quad (2)$$

где  $N_{li}$  - набор импульсов в i-ом измерении серии, имп;

$\ell$  - номер серии (= 1,2,3);

$\bar{N}_l$  - среднее значение набора импульсов в серии, имп;

$n$  - число измерений в серии.

Найденные дисперсии проверяют на однородность (по критерию Кохрена) сравнением  $G$  - отношения максимальной дисперсии  $S_{\max}^2$  к сумме всех дисперсий - с табличным значением равным 0,674.

$$G = \frac{S_{\max}^2}{\sum S^2} \quad (3)$$

Если  $G$  больше 0,674, то после выяснения и устранения причин неоднородности дисперсий измерения повторяют.

Если  $G$  меньше 0,674 то дисперсию усредняют и определяют основную аппаратурную погрешность  $A_0$ , %, по формуле:

$$A_0 = \frac{100}{\bar{N}} \times \sqrt{(\bar{S}^2 - \bar{N})} \quad (4)$$

где

$$\bar{S}^2 = \sum_{l=1}^3 S_l^2 / 3 \quad (5)$$

$$\overline{\overline{N}} = \sum_{i=1}^3 \overline{N}_i / 3 \quad (6)$$

#### Примечания

1 Если  $\overline{S}^2$  меньше  $\overline{\overline{N}}$ , значение  $A_0$  принимают равным нулю.

2 Если в каждой серии измерений основная аппаратурная погрешность  $A_0$ , рассчитанная по формуле (4) меньше 0,5 %, то проверку по критерию Кохрена допускается не проводить; при этом аппаратурной погрешностью считают максимальное из полученных  $A_0$ .

Результаты определения основной аппаратурной погрешности признают положительными, если полученное значение  $A_0$  не превышает 0,5 %.

6 Оформление результатов поверки.

6.1 Измерения, проводимые в процессе поверки, оформляются протоколом, форма которого приведена в приложении А.

6.2 Спектрометр, прошедший поверку с положительными результатами, допускается к применению.

6.3 При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

6.4 При отрицательных результатах поверки спектрометр не допускается к применению, в паспорте производится запись о его непригодности и на него выдается справка о непригодности.

Руководитель отдела

О.В. Тудоровская

## ПРИЛОЖЕНИЕ А

### Рекомендуемая форма протокола поверки

Протокол первичной (периодической) поверки № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_

Аппарат рентгеновский для спектрального анализа СПЕКТРОСКАН МАКС- \_\_\_\_\_

Заводской номер \_\_\_\_\_

Дата выпуска \_\_\_\_\_

Дата поверки \_\_\_\_\_

Поверка производится по документу РА1.000.000 Д22 с изменениями № 1, 2, утвержденному ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в июне 2014 г.

### УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

температура окружающего воздуха, °C \_\_\_\_\_

колебания температуры за время поверки, °C \_\_\_\_\_

относительная влажность окружающего воздуха, % \_\_\_\_\_

фон внешнего гамма-излучения, мкЗв/ч \_\_\_\_\_

### СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

Индекс ГСО	Срок годности ГСО

### РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

Мощность экспозиционной дозы \_\_\_\_\_

#### 1 Проверка диапазона определяемых элементов:

Длина волны, А			
MAX		MIN	
по ТУ	Фактически	по ТУ	фактически

#### 2 Определение скорости счёта и контрастности:

Элемент (аналитическая линия)	Номер стандартного образца	Скорость счёта		Контрастность	
		по ТУ	фактически	по ТУ	фактически

#### 3 Определение основной аппаратурной погрешности:

Элемент	A <sub>0</sub> , %	
	по ТУ	фактически

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПОВЕРКИ

Аппарат зав. номер \_\_\_\_\_ признан годным и допущен к эксплуатации.

Поверитель \_\_\_\_\_

" \_\_\_\_ " \_\_\_\_\_ 20 \_\_\_\_ г.

[illegible]