

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), изготавляемые 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-Г, 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 °C
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 СПЕКТРОСКАН 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 приёмо-сдаточных 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 ± 5) °C;
Относительная влажность	от 45 % до 80 %;
Напряжение питания переменного тока для спектрометрического блока	(220 ⁺²² ₋₃₃) В; (50±1) 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.

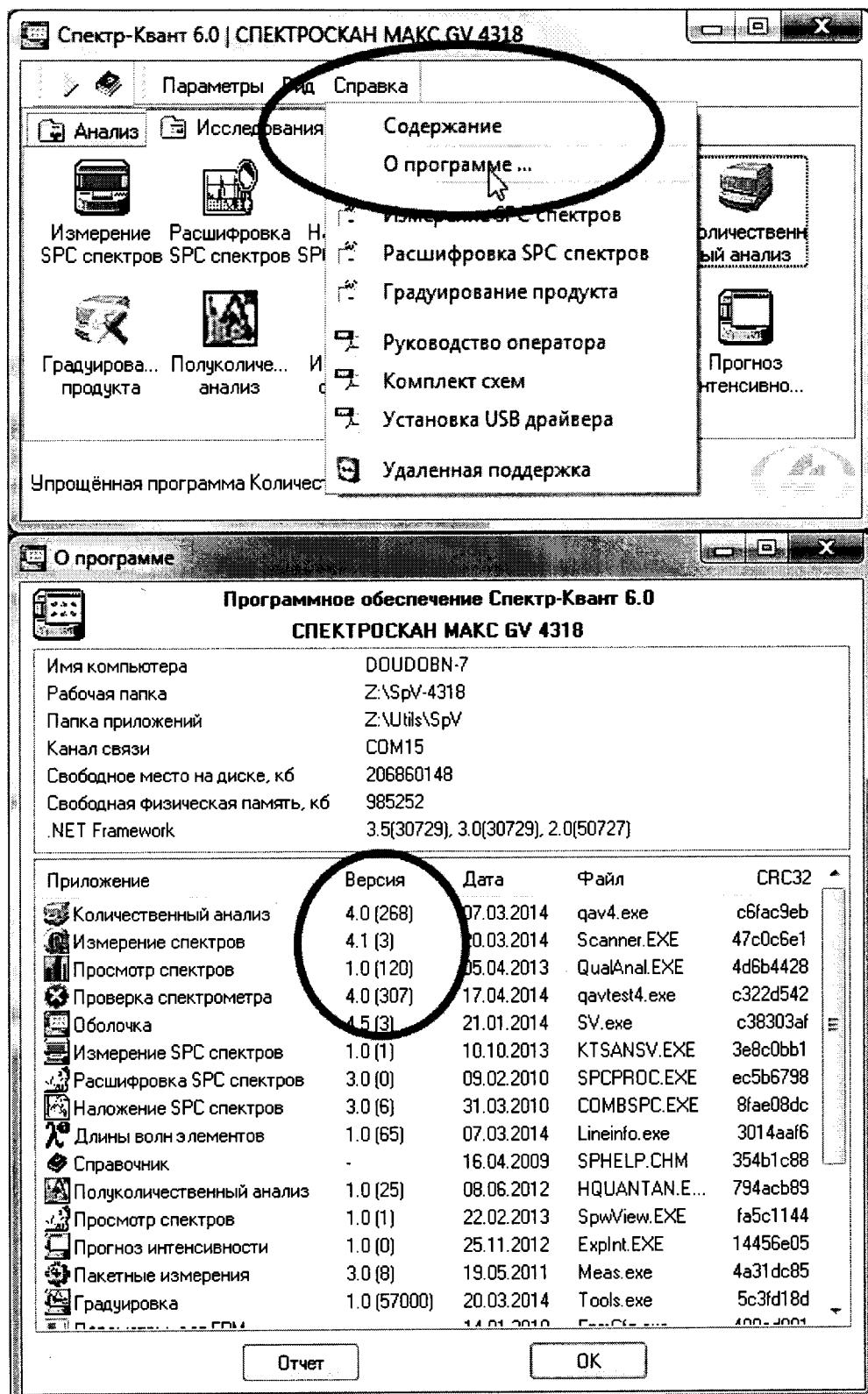
5.2 Проверка функционирования (опробование) и подтверждение соответствия ПО.

5.2.1 Проверка функционирования проводится путем измерения скорости счета и контрастности Ка 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 Ка 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 счета проводятся три раза. Значения скоростей счета – 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 счета 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 счета проводятся три раза. Значения скоростей счета – $I_{\phi i}$ (имп/с), вычисляются как среднее арифметическое по результатам трех измерений.

Значение контрастности K_i вычисляется по формуле (1):

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

Таблица 5

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

Примечания

1. Вместо кристалла-анализатора KAP могут быть установлены другие кристаллы-анализаторы (RbAP, TiAP) или многослойные интерференционные структуры (МИС, МЛ).
2. Измерения проводятся при напряжении на трубке 40 кВ.

Таблица 6

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

ℓ - 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:

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

где

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

$$\bar{\bar{N}} = \sum_{l=1}^3 \bar{N}_l / 3 \quad (6)$$

Примечания

- 1 Если \bar{S}^2 меньше $\bar{\bar{N}}$, значение Ao принимают равным нулю.
- 2 Если в каждой серии измерений основная аппаратурная погрешность Ao, рассчитанная по формуле (4) меньше 0,5 %, то проверку по критерию Кохрена допускается не проводить; при этом аппаратурной погрешностью считают максимальное из полученных Ao.
Результаты определения основной аппаратурной погрешности признают положительными, если полученное значение Ao 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, Å			
МАХ		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 ₀ , %	
	по ТУ	фактически

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПОВЕРКИ

Аппарат зав. номер _____ признан годным и допущен к эксплуатации.

Поверитель _____

" ____ " 20 ____ г.

Лист регистрации изменений