

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ГЦИ СИ ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

Н.И.Ханов



2015 г.

СПЕКТРОМЕТРЫ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ

Axios 1 kW

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

н.р. 61361-15

Руководитель отдела
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»


Л.А.Конопелько

Старший научный сотрудник
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



М.А.Мешалкин

Санкт-Петербург
2015

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные Axios 1 kW, изготавливаемые фирмой «PANalytical B.V.», Нидерланды и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввода в эксплуатацию после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			периодическая проверка	первичная проверка
1.	Внешний осмотр. Проверка комплектности.	6.1	да	да
2.	Опробование.	6.2	да	да
3.	Проверка соответствия ПО	6.3	да	да
4.	Определение метрологических характеристик.	6.4	да	да
5.	Определение метрологических характеристик по НД на МВИ	-	да ¹⁾	нет

¹⁾Проводится по заявке владельца спектрометра при наличии стандартизированной (аттестованной) методики/методик выполнения измерений с использованием поверяемого спектрометра. В этом случае п.4 операций поверки не выполняется.

Примечание: Согласно МИ 2531-99 «ГСИ. Анализаторы состава веществ и материалов универсальные. Общие требования к методикам поверки в условиях эксплуатации», допускается проводить периодическую поверку в соответствии с разделами «Контроль точности» аттестованных государственными научными метрологическими центрами методик выполнения измерений (далее – МВИ) или разделов «Контроль точности (погрешности, прецизионности, неопределенности)» или «Обработка результатов измерений» стандартизованных МВИ, реализованных на поверяемом спектрометре (см. примечания к табл.1).

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

№ п/п	Номер пункта МП	Наименование, тип, марка эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки.	Номер ГСО, ГОСТ, ТУ или основные технические и (или) метрологические характеристики
	6.4.	Стандартный образец состава латуни оловянно-свинцовой ЛЦ25С2	ГСО 6319-92/6323-92 (комплект М171), образец с индексом 1715
	4.1	Термометр лабораторный ТЛ4-Б2	ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (0 - 50)° С, цена деления 0,1° С
	4.1	Барометр-анероид М-110	ТУ 25.04-1799-75 (№3745-73 по Госреестру СИ РФ)
	4.1	Психрометр аспирационный МВ-4-М или МВ-4-2М	ТУ 25-1607.054-85 (№10069-01 по Госреестру СИ РФ)

Допускается использование других средств поверки, допущенных к применению в РФ в установленном порядке, с метрологическими характеристиками не хуже указанных.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в техническом описании на приборы.

3.2. К проведению измерений при поверке допускаются лица изучившие методику поверки прибора и руководство по эксплуатации прибора. Для получения данных по поверке допускается участие операторов, обслуживающих прибор (под контролем поверителя)

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

диапазон температуры окружающей среды	(20 ± 5) °C;
диапазон атмосферного давления	от 84 до 106,7 кПа;
относительная влажность воздуха	не более 80 %;
напряжение питания	(220 ⁺²² ₋₃₃)В;
частота питания переменного тока	(50 ± 1) Гц.

Напряжение линии должно быть устойчивым и свободным от скачков.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Прогреть спектрометр не менее двух часов.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра проверяют:

- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности прибора технической документации;
- надежность крепления соединительных элементов.

6.2. Опробование

6.4.1. Опробование прибора происходит в автоматическом режиме.

Включить питание прибора. После включения питания происходит автоматическое тестирование прибора. В случае успешного прохождения тестирования на дисплее появляется стандартное окно программного обеспечения анализатора. В случае если прибор не прошел тестирование, на дисплее появляется сообщение об ошибке.

6.3. Проверка соответствия программного обеспечения

6.3.1 Определение номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Определение осуществляется следующим образом:

- в главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на команде Справка (Help). В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке О программе (About), в результате чего откроется окно, в котором приведены название ПО и номер версии. Копия экрана с окном приведена на рисунке 1.

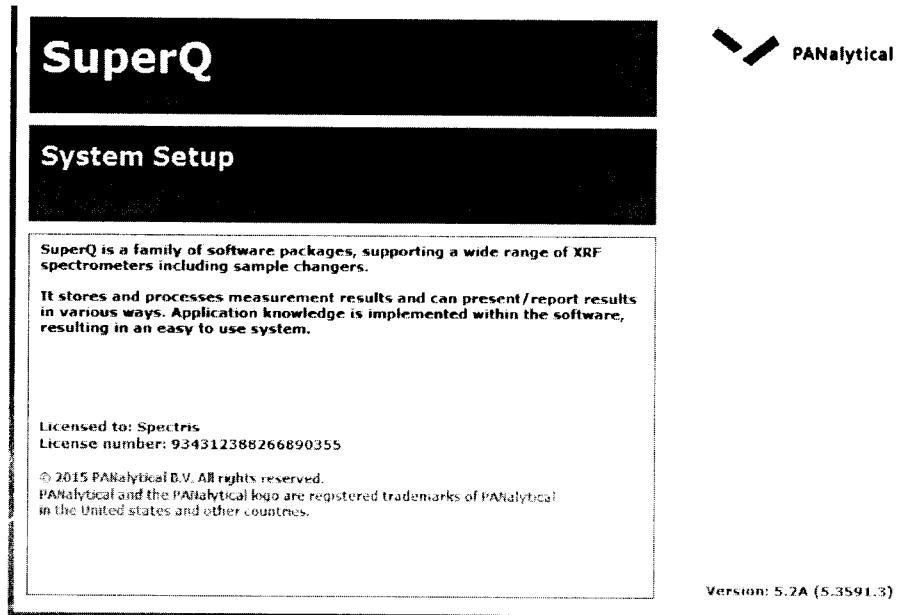


Рис.1 Окно с названием и номером версии ПО

Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.3, если номер версии ПО не ниже 3.0А. Версия ПО может иметь дополнительные цифровые или буквенные суффиксы

6.4. Определение метрологических характеристик.

6.4.1. Определение чувствительности.

6.4.1.1. Создать аналитическую программу измерений со следующими условиями (настройками) прибора для поверочных измерений:

Примечание: Спектрометры рентгенофлуоресцентные Axios 1 kW могут комплектоваться на заводе изготовителе различными компонентами рентгеновской оптики и детекторами. Ниже указаны возможные условия (настройки) для выполнения измерений, выполняемых при поверке. Их следует применять при наличии в поверяемом приборе соответствующих компонентов.

1) В базовой комплектации спектрометра всегда применяются условия поверки:

Аналитическая линия - Ка, Меди- Канал Cu

Кристалл-монохроматор – РХ10 (возможно LiF 200),

Коллиматор: 150 μm (возможно 300 μm)

Детектор: проточный (Flow)

Напряжение на трубке : 30 kV,

Величина анодного тока: 30 mA

Время измерения в максимуме пика: 4 секунды,

2) При наличии в комплекте спектрометра кристалла LiF 220 дополнительно применяются условия:

Аналитическая линия - Ка, Меди—Канал Cu1

Кристалл-монохроматор – LiF 220,

Коллиматор: 150 μm (возможно 300 μm)

Детектор: проточный (Flow)

Напряжение на трубке : 30 kV,

Величина анодного тока: 30 mA

Время измерения в максимуме пика: 4 секунды,

3) При наличии в комплекте спектрометра сцинтилляционного детектора дополнительно применяются условия:

Аналитическая линия - La, Свинец- Канал Pb

Кристалл-монохроматор – PX10 (возможно LiF 200),

Коллиматор: 150 μ m (возможно 300 μ m)

Детектор: сцинтилляционный (Scint)

Напряжение на трубке : 60 kV,

Величина анодного тока: 16 mA

Время измерения в максимуме пика: 10 секунд.

4) При наличии в комплекте спектрометра кристалла LiF 220 и сцинтилляционного детектора дополнительно применяются условия:

Аналитическая линия - La, Свинец- Канал Pb1

Кристалл-монохроматор – LiF 220,

Коллиматор: 150 μ m (возможно 300 μ m)

Детектор: сцинтилляционный

Напряжение на трубке : 60 kV,

Величина анодного тока: 16 mA

Время измерения в максимуме пика: 10 секунд.

6.4.1.2. Провести 10 измерений скоростей счёта в одном или нескольких применяемых каналах (Cu, Cu1, Pb, Pb1). Измерения следует проводить в режиме количественных измерений рядовых проб (пункт меню Measure sample раздела программного обеспечения SuperQ - Measure and Analyse) в соответствии с инструкцией пользователя пакета прикладного программного обеспечения SuperQ, по предварительно составленной программе измерений Application (пункт основного меню Application раздела программного обеспечения SuperQ - System Set-up).

6.4.1.3. Вычислить среднее арифметическое значение измеренных скоростей счёта.

6.4.1.4 Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.3.1, если среднее значение чувствительности, вычисленное в п. 6.4.1.3 не менее следующих значений:

Канал Cu - 450 кимп/с

Канал Cu1 - 200 кимп/с

Канал Pb - 5,0 кимп/с

Канал Pb 1 - 1,5 кимп/с

6.4.2. Определение относительного СКО выходного сигнала.

Относительное СКО выходного сигнала, выраженное в процентах, определяется на основе данных, полученных в п.6.3.1.2 для интенсивности линии меди (в каналах Cu и Cu1) по формуле:

$$S_r = \frac{\sqrt{\left[\sum_{i=1}^n (N_i - N_{cp})^2 \right] / (n-1)}}{N_{cp}} \times 100 \quad (2)$$

где: N_{cp} - среднее значение интенсивности линии;
 N_i – интенсивность линии при i -ом измерении;
 $n = 10$ (число измерений).

Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.3.2, если значение относительного СКО в примененных каналах не превышает следующих значений:

Канал Cu - 1,5%

Канал Cu1 - 1,5 %

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений. Рекомендуемая форма протокола приведена в Приложении 1.

7.2. Спектрометры, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными.

7.3. При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке установленной формы.

7.4. Спектрометры, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на них выдается извещение о непригодности.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

спектрометр рентгенофлуоресцентный Axios 1 kW

Зав.№ _____

Принадлежит _____

ИНН владельца _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Поверка проведена по
методике _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °C;

атмосферное давление _____ кПа;

относительная влажность _____ %.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра _____

2. Результаты определения чувствительности _____

3. Результаты определения относительного СКО выходного сигнала _____

Заключение _____

Поверитель _____
(подпись)