

УТВЕРЖДАЮ

Зам. директора ВНИИОФИ

Н.П.Муравская

2008 г.



**АНАЛИЗАТОР МНОГОКАНАЛЬНЫЙ
АТОМНО-ЭМИССИОННЫХ СПЕКТРОВ МАЭС**

Методика поверки

Содержание

1	Общие указания	3
2	Операции поверки	3
3	Требования безопасности	4
4	Средства поверки.....	4
5	Условия поверки и подготовка к ней	4
6	Требования к квалификации поверителей.....	5
7	Проведение поверки.....	5
8	Оформление результатов поверки.....	8
	ПРИЛОЖЕНИЕ А (справочное) Протокол поверки анализатора МАЭС.....	9
	ПРИЛОЖЕНИЕ Б (справочное) Режим измерения	11
	ПРИЛОЖЕНИЕ В (справочное) Проведение поверки с помощью программного модуля «Поверка МАЭС» ПО «Атом 3.1»	12

1 Общие указания

1.1 Настоящая методика устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок анализатора многоканальных атомно-эмиссионных спектров МАЭС (далее - анализатор МАЭС), а также его поверки после ремонта.

1.2 Поверка анализатора МАЭС производится органами государственной службы не реже одного раза в двенадцать месяцев.

1.3 Перед проведением поверки необходимо ознакомиться с правилами работы анализатора МАЭС, описанными в ВМКО.157 РЭ, ВМКО.157 РП.

1.4. Допускается одновременное проведение поверки нескольких анализаторов МАЭС, использующихся в составе одного спектрального прибора, для регистрации разных спектральных диапазонов.

2 Операции поверки

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики
1 Внешний осмотр	7.1
2 Опробование	7.2
3 Проверка среднего квадратического отклонения выходного сигнала	7.3
4 Проверка нестабильности выходного сигнала	7.4
5 Проверка значения СКО интенсивности спектральной линии при интенсивности линии менее 1 % и относительного значения СКО интенсивности спектральной линии при интенсивности линии более 1 %	7.5
6 Проверка диапазона измерения интенсивности спектральных линий	7.6
7 Проверка рабочего спектрального диапазона анализатора МАЭС	7.7

3 Требования безопасности

3.1 При работе с анализатором МАЭС опасным производственный фактором является напряжение 220 В, 50 Гц в силовой электрической цепи питания.

3.2 При эксплуатации анализатора МАЭС необходимо соблюдать "Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей", "Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей" и требования, установленные в ГОСТ 12.2.007.0-75.

3.3 Общие требования безопасности при проведении испытаний - по ГОСТ 12.3.019-80.

3.4 По способу защиты от поражения электрическим током блок питания анализатора МАЭС соответствует классу 1 ГОСТ 12.2.007.0-75.

4 Средства поверки

	Средство поверки	Характеристики
1	Спектрограф ИСП-30 Г34.11.050 ТУ	Спектральный диапазон 190-500 нм, разрешение 0,02-1 нм
2	Лампа эталонная спектральная с полым катодом ЛСПб-Э	Спектральный диапазон 190-800 нм, диапазон энергетической освещённости 10^{-5} - $7 \cdot 10^{-3}$ Вт/м ² , нестабильность не более 1% в минуту
3	Часы	Погрешность не более 0,1 с

Примечание - Допускается применять другие средства поверки с метрологическими характеристиками не хуже указанных выше.

5 Условия поверки и подготовка к ней

5.1 Поверку проводят при следующих значениях внешних воздействующих факторов:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха до 80 % при температуре 25 °С;
- атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа;
- напряжение питания 220(+22; -33) В;
- частота переменного тока (50 ± 1) Гц;
- вибрация и тряска, влияющие на работу анализатора МАЭС, отсутствуют;
- время установления рабочего режима - 30 мин;
- изменение температуры в течение поверки не должно превышать 2 °С.

5.2 Поверка, в том числе первичная, проводится на месте эксплуатации анализатора МАЭС в составе физической установки атомно-эмиссионного анали-

за потребителя без снятия блока многоканального детектора с места его крепления к спектрографу.

5.3 Установка и подготовка анализатора МАЭС к поверке, подключение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с эксплуатационной документацией.

6 Требования к квалификации поверителей

6.1 К проведению измерений по поверке допускаются лица:

- знающие основы атомно-эмиссионного спектрального анализа;
- имеющие опыт работы со спектрографическими средствами измерений;
- изучившие Руководство по эксплуатации анализатора МАЭС и данную методику поверки;
- имеющие группу по электробезопасности не ниже II, удостоверение на право работы на электроустановках до 1000 В.

7 Проведение поверки

Допускается проведение поверки с использованием программного модуля «Поверка МАЭС» ПО «Атом 3.1» (Приложение В).

7.1 Внешний осмотр

7.1.1 Комплектность анализатора МАЭС должна соответствовать приведенной в эксплуатационной документации.

7.1.2 Корпуса составных частей анализатора МАЭС не должны иметь следов повреждений.

7.1.3 Соединительные элементы анализатора МАЭС должны быть надежно закреплены.

7.1.4 По результатам внешнего осмотра делается отметка в протоколе (приложение А).

7.2 Опробование

7.2.1 Перед началом поверки проводят опробование и проверяют работоспособность анализатора МАЭС.

Включить блок питания анализатора МАЭС. На передней панели блока питания должны загореться индикаторные светодиоды "+5В", "+15В" и "-15В". При включении на режим стабилизации термостата (примерно через 10 минут) загорится светодиод – индикатор подачи напряжения на термостат многоканального детектора.

Включить компьютер и запустить программу "АТОМ" в соответствии с п. 2.2.8 РЭ.

В окне **Режим измерения** установить **Экспозиция - 250 мс, Накоплений - 1, Коррекция** - выключить.

Нажатием **Зеленой стрелки** провести считывание сигнала. В окне спектров должно появиться изображение сигнала с линейки без коррекций, с амплитудой в пределах 50 %. Нажатием **Замкнутой зеленой стрелки** запустить циклическое считывание сигнала. В процессе охлаждения кристаллов фотоприемников амплитуда сигналов с фотоячеек должна уменьшаться. Для остановки циклического считывания сигнала нажать на клавишу **Пробел** клавиатуры.

В окне **Режим измерения** установить **Коррекция \ Темновой сигнал и Авто Т.Т.** и запустить программу на циклическое считывание сигнала с анализатора МАЭС нажатием **Замкнутой зеленой стрелки**. Амплитуда сигнала будет несколько ниже нулевой линии. По мере выхода термостата в режим стабилизации величина сигнала со всех линеек должна иметь значение менее 1 %.

Анализатор МАЭС допускается к проведению поверки, если все результаты проверки положительны.

7.2.2 По результатам опробования делается отметка в протоколе (приложение А).

7.3 Проверка среднего квадратического отклонения выходного сигнала

7.3.1 Проверка среднего квадратического отклонения выходного сигнала (СКО) проводится с помощью ПО "АТОМ", при закрытой входной щели спектрографа.

В окне **Режим Измерения** установить: **Экспозиция – 250 мс, Накоплений – 1. В окне Спектр/Калибровка/Измерение СКО** темнового сигнала установить **Допустимые пределы СКО: Макс – 0.1, Мин – 0.00001, Спектров – 20.**

Измерения проводить после одного часа прогрева путем выбора опции **Измерить СКО** в окне **Спектр/Калибровка/Измерение СКО** темнового сигнала.

В окне **Спектра** появится график зависимости СКО от номера фотоячейки. Значения СКО, превышающие 0,1 %, закрасятся красным цветом и будут считаться программой дефектными. В окне **Информация** о спектре посмотреть количество дефектных фотоячеек в пункте **Выброшено**. Произвести расчет процентного содержания количества дефектных фотоячеек по формуле $N(\%) = \frac{\text{"Выброшено"}}{\text{"Линейка"}} \times 100$ $N(\%) = \frac{\text{"Количество дефектных фотоячеек"}}{\text{"Общее количество фотоячеек"}} \times 100\%$.

Анализатор МАЭС считается выдержавшим проверку, если количество дефектных фотоячеек $N(\%)$, не удовлетворяющих приведенному выше критерию, не превышает 5 %.

7.3.2 По результатам проверки среднего квадратического отклонения выходного сигнала делается запись в протоколе (Приложение А).

7.4 Проверка нестабильности выходного сигнала

7.4.1 Для проверки нестабильности выходного сигнала анализатора МАЭС, необходимо в течение 1 часа сделать 20 измерений выходного сигнала при времени экспозиции 250 мс и записать их в таблицу ПО "АТОМ" (Приложение Б). Измерить значения сигналов S_i в районе 500, 1500, 2500 фотоячеек на каждой линейке в соответствии с п. 2.2.9 РЭ. Нестабильность определить по формуле $S_{\max} - S_{\min}$.

Анализатор МАЭС считается выдержавшим испытания, если нестабильность выходного сигнала не превышает 1 % в течение одного часа.

7.4.2 По результатам проверки нестабильности выходного сигнала делается запись в протоколе (Приложение А).

7.5 Проверка значения СКО интенсивности спектральной линии при интенсивности линии менее 1 % и относительного значения СКО интенсивности спектральной линии при интенсивности линии более 1 %

7.5.1 Для проверки значения СКО интенсивности спектральной линии при интенсивности линии менее 1 % и относительного значения СКО интенсивности спектральной линии при интенсивности линии более 1 % в течение 1 часа сделать 20 измерений спектра лампы полого катода и записать в таблицу ПО "АТОМ" (Приложение Б). В записанных спектрах выбираются "незашкаленные" спектральные линии. В выбранных спектральных линиях должно быть не менее одной линии на каждой линейке. Интенсивность линии считается путем суммирования выходных сигналов фотоячеек, на которые попадает данная спектральная линия (при включенной опции **интеграл** в ПО "АТОМ"). Перед началом измерений лампа с полым катодом и анализатор МАЭС должны быть прогреты в течение 1 часа.

Анализатор МАЭС считается выдержавшим испытания, если для линий, имеющих интенсивность больше 1 %, относительное значение СКО не превышает 3 %, а для линий, имеющих интенсивность менее 1 %, СКО не превышает 0,03 %.

7.5.2 По результатам проверки значения СКО интенсивности спектральной линии при интенсивности линии менее 1 % и относительного значения СКО интенсивности спектральной линии при интенсивности линии более 1 % делается запись в протоколе (Приложение А).

7.6 Проверка диапазона измерения интенсивности спектральных линий

Для определения верхней границы диапазона измерения интенсивности спектральных линий в таблице выбирается спектральная линия с максимальной интенсивностью. Нижняя граница диапазона определяется значением, в 3 раза превышающим СКО выбранной спектральной линии, измеренной при закрытой входной щели спектрометра.

Анализатор МАЭС считается выдержавшим испытания, если значение нижней границы диапазона измерения интенсивности спектральных линий меньше 0,1 %, значение верхней – больше 100 %. Нажать кнопку «Далее».

7.7 Проверка рабочего спектрального диапазона анализатора МАЭС

7.7.1 Рабочий спектральный диапазон анализатора МАЭС определяется в составе физической установки атомно-эмиссионного анализа и заносится в его паспорт при первичной поверке.

В соответствии с граничными условиями поверяемого рабочего спектрального диапазона, указанными в паспорте, проводится регистрация излучения лампы с полым катодом, имеющего в рабочем спектральном диапазоне, на каждой фотодиодной линейке, спектральные линии с интенсивностью более 1 %. В "окне спектра" вывести интенсивность спектральной линии соответствующего элемента из базы данных **atom.mnd**.

7.7.2 При поверке МАЭС в составе физических установок атомно-эмиссионного анализа, конструкция которых не позволяет производить поверку с помощью ламп полого катода, в том числе в спектральном диапазоне вакуумного УФ, проверка проводится с применением ГСО или проб известного состава.

7.7.3 Анализатор МАЭС считается выдержавшим поверку, если в указанном в паспорте рабочем спектральном диапазоне измеренные интенсивности спектральных линий составляют не менее 1 % от максимального значения сигнала.

7.7.4 По результатам проверки рабочего спектрального диапазона делается запись в протоколе (Приложение А).

8 Оформление результатов поверки

8.1 Результаты поверки анализатора МАЭС заносят в протокол (приложение А), который хранят в организации, проводившей поверку.

8.2 Анализатор МАЭС, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признают годным к применению и на него выдают свидетельство в соответствии с ПР 50.2.006.

8.3 Положительные результаты поверки анализатора МАЭС оформляются записью в паспорте «Таблица 8.2».

8.4 При отрицательных результатах поверки аннулируют свидетельство о поверке, делают соответствующую запись в паспорт и выдают извещение о непригодности средства измерения к дальнейшей эксплуатации в соответствии с ПР 50.2.006. Анализатор МАЭС к применению не допускают.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)
Протокол поверки анализатора многоканального
атомно-эмиссионных спектров МАЭС

Наименование _____
 Заводской номер _____
 Год выпуска _____

Наименование операции	Номер пункта методики	Результаты поверки
1 Внешний осмотр	7.1	
2 Опробование	7.2	
3 Проверка среднего квадратического отклонения выходного сигнала	7.3	
4 Проверка нестабильности выходного сигнала	7.4	
5 Проверка значения СКО интенсивности спектральной линии при интенсивности линии менее 1 %	7.5	
6 Проверка относительного значения СКО интенсивности спектральной линии при интенсивности линии более 1 %	7.5	
7 Проверка диапазона измерения интенсивности спектральных линий	7.6	
8 Проверка рабочего спектрального диапазона анализатора МАЭС	7.7	

Дата _____

Подпись поверителя _____

Значение внешних воздействующих факторов при проведении поверки:

Наименование операции	Требования методики	Фактическое значение параметра
1. Температура окружающего воздуха.	$20 \pm 5 \text{ } ^\circ\text{C}$	
2. Относительная влажность воздуха.	до 80 % при температуре 25°C	
3. Атмосферное давление.	от 84 до 106,7 кПа	
4. Напряжение питания.	220(+22; -33) В	
5. Частота переменного тока	$50 \pm 1 \text{ Гц}$	
6. Вибрация и тряска, влияющие на работу анализатора МАЭС, отсутствуют.	Соответствует	
7. Время установления рабочего режима.	Не более 30 мин	
8. Изменение температуры в течение поверки.	не превышать $2 \text{ } ^\circ\text{C}$	

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

Режим измерения при определении нестабильности выходного сигнала и проверке значения СКО интенсивности спектральной линии при интенсивности линии менее 1 % и относительного значения СКО интенсивности спектральной линии при интенсивности линии более 1 %

Номер измерения	Время в минутах с начала измерения
1	0
2	3
3	6
4	9
5	12
6	15
7	18
8	21
9	24
10	27
11	30
12	33
13	36
14	39
15	42
16	45
17	48
18	51
19	54
20	57

Режим измерения x

Обжиг: с


Экспозиция: мс

Накоплений в цикле:

Длительность цикла: 180 s

Количество циклов:

Полная экспозиция: 3600 s

OK


Окно настройки режима измерения в программе АТОМ 2.05 или 2.10

ПРИЛОЖЕНИЕ В

(справочное)

Проведение поверки с помощью программного модуля «Поверка МАЭС» ПО «Атом 3.1»

7 Проведение поверки

Перед началом поверки проводят внешний осмотр и опробование (проверку работоспособности анализатора МАЭС). Включить компьютер и запустить программу "АТОМ". Нажать на пункт меню "Режим \ Поверка МАЭС". В появившемся окне заполнить поля в разделах «Анализатор МАЭС», «Спектральный прибор», «Свидетельство о поверке», а также «Условия поверки». После заполнения всех полей окна нажать на кнопку "Начать поверку". На экране монитора визуализируется окно «Список выполняемых этапов поверки». Нажать кнопку «Далее».

7.1 Внешний осмотр

В появившемся окне сделать отметки о проведении внешнего осмотра и нажать кнопку «Далее».

7.2 Опробование

7.2.1 Опробование проводится при закрытой входной щели спектрографа.

7.2.3 Появится окно "Включить блок питания анализатора МАЭС. Проверить светятся ли индикаторные светодиоды "+5В", "+15В" и "-15В"?" Если индикаторные светодиоды светятся, нажмите кнопку "Да". В ином случае нажмите кнопку "Нет". При этом программа выйдет из режима **поверки**, так как прибор считается не работающим. (Примерно через 5-10 минут засветится светодиод – индикатор подачи напряжения на термостат многоканального детектора, свидетельствующий о выходе на стабилизацию температуры линеек фотодиодов.)

7.2.4 Появившееся окно состоит из трёх частей. В верхней части будет отображаться график зависимости разности темновых сигналов, считанных с интервалом 10 секунд, от номера фотоячейки. В левой нижней части экрана отображается график выхода термостата на рабочий режим (зависимость среднего значения разности темновых сигналов от времени). По мере выхода термостата в режим стабилизации величина разности темновых сигналов со всех линеек должна иметь значение менее 0.01 %. В правой нижней части окна отображается график зависимости температуры линеек фотодиодов от времени. (Все измерения проводятся при **экспозиции – 250 мс, накоплении – 1**).

По окончании выполнения этапа «Опробование», выводится сообщение о завершении этапа опробования с результатом времени выхода на рабочий режим. Анализатор МАЭС допускается к проведению поверки, если время выхода на ра-

бочий режим не превышает 30 минут. Нажать кнопку «ОК». Нажать кнопку «Далее».

7.3 Проверка СКО выходного сигнала

7.3.1 Проверка СКО выходного сигнала проводится при закрытой входной щели спектрографа. Программа выводит сообщение «Закройте входную щель спектрометра». Закройте входную щель спектрометра. Нажать кнопку «ОК».

В окне появится график зависимости СКО от номера фотоячейки (программа автоматически измерит СКО при **Экспозиция** - 250 мс, **Накоплений** -1), **Допустимые пределы СКО: Макс** – 0.1, **Мин** – 0.00001, **Спектров** – 20).

Значения СКО, превышающие 0,1 %, закрашиваются красным цветом и считаются дефектными. Расчет процентного содержания количества дефектных фотоячеек проводится по формуле $N(\%) = \frac{\text{"Количество дефектных фотоячеек"}}{\text{"Общее количество фотоячеек"}} \times 100\%$.

По окончании выполнения этапа «Проверка СКО выходного сигнала» выводится сообщение о завершении этапа с результатами СКО выходного сигнала и количество дефектных фотоячеек.

Анализатор МАЭС считается выдержавшим проверку, если количество дефектных фотоячеек $N(\%)$, не удовлетворяющих приведенному выше критерию, не превышает 5 %.

Нажать кнопку «ОК». Нажать кнопку «Далее». Появится сообщение «Включить лампу эталонную спектральную с полым катодом ЛСП6-Э для прогрева». Включить лампу. Нажать кнопку «ОК».

7.4 Проверка нестабильности выходного сигнала

7.4.1 Появившееся окно состоит из двух частей. В верхней части будет отображаться график зависимости темнового сигнала от номера фотоячейки. В нижней части экрана отображается график нестабильности выходного сигнала.

Для проверки нестабильности выходного сигнала анализатора МАЭС в течение 1 часа проводятся 20 измерений всех выходных сигналов фотоячеек S_i при времени экспозиции 250 мс. Нестабильность выходного сигнала для каждой фотоячейки определяется по формуле $(S_{i \max} - S_{i \min})$. Если значение нестабильности превышает 1 %, то данная фотоячейка добавляется в список дефектных.

По окончании выполнения этапа «Проверка нестабильности выходного сигнала» выводится сообщение о завершении этапа с результатами нестабильности выходного сигнала и количество дефектных фотоячеек.

Анализатор МАЭС считается выдержавшим испытания, если количество дефектных фотоячеек не превышает 5 %.

Нажать кнопку «ОК». Нажать кнопку «Далее». Проводится считывание темнового сигнала при закрытой щели спектрографа и выводится окно «открыть входную щель спектрографа». Открыть входную щель спектрографа. Нажать кнопку «ОК».

7.5 Проверка значения СКО интенсивности спектральной линии при интенсивности линии менее 1 % и относительного значения СКО интенсивности спектральной линии при интенсивности линии более 1 %

Производятся 20 измерений лампы эталонной спектральной с полым катодом в течение 1 часа через каждые 3 минуты. В записанных спектрах программа выбирает "незашкаленные" спектральные линии. Интенсивность линии считается путем суммирования выходных сигналов фотоячеек, на которые попадает данная спектральная линия (интенсивность считается суммированием выходных сигналов трёх фотоячеек от центра спектральной линии).

В верхней части окна выводится спектр регистрации излучения лампы с полым катодом, в нижней части окна находится таблица с интенсивностями выбранных спектральных линий, а также с абсолютными и относительными значениями СКО для выбранных спектральных линий.

По окончании выполнения этапа «Проверка значения СКО интенсивности спектральной линии при интенсивности линии менее 1 % и относительного значения СКО интенсивности спектральной линии при интенсивности линии более 1 %» выводится сообщение о завершении этапа с результатами СКО интенсивности спектральных линий при интенсивности линии менее 1 % и относительного значения СКО интенсивности спектральной линии при интенсивности линии более 1 %.

Анализатор МАЭС считается выдержавшим испытания, если для линий, имеющих интенсивность больше 1 %, ОСКО не превышает 3 %, а для линий, имеющих интенсивность менее 1 %, СКО не превышает 0.03 %. Нажать кнопку «ОК».

7.6 Проверка диапазона измерения интенсивности спектральных линий

Диапазон измерения интенсивности спектральных линий определяется программой автоматически (для определения верхней границы диапазона измерения интенсивности спектральных линий в таблице выбирается спектральная линия с максимальной интенсивностью. Нижняя граница диапазона определяется значением, в 3 раза превышающим СКО выбранной спектральной линии, измеренной при закрытой входной щели спектрометра).

По окончании выполнения этапа «Проверка диапазона измерения интенсивности спектральных линий» выводится сообщение о завершении этапа с результатом диапазона измерения интенсивности спектральных линий.

Анализатор МАЭС считается выдержавшим испытания, если значение нижней границы диапазона измерения интенсивности спектральных линий меньше 0,1 %, значение верхней – больше 100 %. Нажать кнопку «ОК». Нажать кнопку «Далее».

7.7 Проверка рабочего спектрального диапазона анализатора МАЭС

В окне "спектр" выводится спектр лампы с полым катодом (перед началом измерений лампа и анализатор МАЭС должны быть прогреты в течение 1 часа). Программа находит все линии с интенсивностью более 1 % (на каждой линейке фотодиодов должна быть хотя бы одна линия).

По окончании выполнения этапа «Проверка рабочего спектрального диапазона анализатора МАЭС» выводится сообщение о завершении этапа с результатом спектрального диапазона анализатора МАЭС.

При поверке МАЭС в составе физических установок атомно-эмиссионного анализа, конструкция которых не позволяет производить поверку с помощью ламп с полым катодом, например, в спектральном диапазоне вакуумного УФ, проверка проводится с применением ГСО или проб известного состава.

Анализатор МАЭС считается выдержавшим испытания, если значения нижней и верхней границ спектра при первичной поверке соответствовали требованиям МВИ, а при периодической поверке изменились не более чем на 5 % относительно значений, полученных при первичной поверке.

Нажать кнопку «Далее».

Выводится сообщение «Закрывать входную щель спектрографа». Закрывать входную щель спектрографа и нажать «ОК» (происходит считывание темного сигнала). «Открыть входную щель спектрографа» и нажать «ОК».

Появляется окно с таблицей, содержащей результаты поверки, условиями проведения поверки и данными о приборе. Под таблицей находится окно, позволяющее скорректировать данные о приборе. Внизу окна находится кнопка «Сохранить в файл», при нажатии на которую сохраняются все сигналы, считанные во время проведения поверки, (файл «*.spd») и результаты поверки (файл «*.minispd»). Нажать кнопку «Перенос результатов поверки в Excel». Результаты поверки (свидетельство и протокол) открываются в программе Excel. Распечатка результатов осуществляется средствами программы Excel. Нажать кнопку «Печать».