

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

Н.И.Ханов



Спектрометры рентгенофлуоресцентные

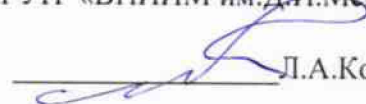
Zetium

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-1976-2015

н.р. 63216-16

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


Л.А.Конопелько

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


М.А.Мешалкин

Санкт-Петербург
2015

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные Zetium (далее по тексту спектрометры), изготавливаемые фирмой «PANalytical B.V.», Нидерланды и устанавливает методы и средства их первичной поверки до ввода в эксплуатацию и 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 поверка | первичная поверка |
| 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 стандартизованной (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 спектрометра (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 |
|-------|-----------------|---|--|
| 1 | 6.4 | Стандартный образец состава латуни оловянно-свинцовой ЛЦ25С2 | ГСО 6319-92/6323-92 (образец с индексом 1715) |
| 2 | 6.4. | Стандартный образец состава латуни ЛКАН80 | ГСО 4454/4458 -88 (образец с индексом 1424). |
| 3 | 4.1 | Термогигрометр электронный CENTRUM или аналогичный | Диапазон измерений температуры от -20 до + 60 °С; абс. погрешность ±0,8°С. Диапазон измерений относительной влажности от 10 до 100 %, абс. погрешность ±3,0 %. |
| 4 | 4.1 | Барометр-анероид М-110 | ТУ 25.04-1799-75 (Пер.№3745-73) |

Для поверки используется один из указанных СО латуни (по выбору владельца прибора).
Допускается использование других средств поверки, допущенных к применению в РФ в установленном порядке, с метрологическими характеристиками не хуже указанных и других стандартных образцов, аналогичных по составу и метрологическим характеристикам.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

2.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в руководстве по эксплуатации спектрометров.

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

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

| | |
|---------------------------------------|-------------------------------|
| диапазон температуры окружающей среды | $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$; |
| диапазон атмосферного давления | от 84 до 106,7 кПа; |
| относительная влажность воздуха | не более 80 %; |
| напряжение питания | $(220^{+22}_{-33})\text{В}$; |
| частота питания переменного тока | $(50 \pm 1) \text{ Гц}$. |

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 корпуса и видимых узлов спектрометра;
- четкость надписей и обозначений;
- целостность защитного кожуха.

6.2. Опробование

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. Спектрометр считается прошедшим опробование, если результаты автоматического тестирования положительные.

6.3. Проверка соответствия программного обеспечения

6.3.1 Определение номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Определение осуществляется следующим образом:

- щёлкнуть мышью по иконке установленного в управляющий компьютер спектрометра Zetium программного обеспечения SuperQ 6. Копия появившегося на экране окна приведена на рисунке 1.

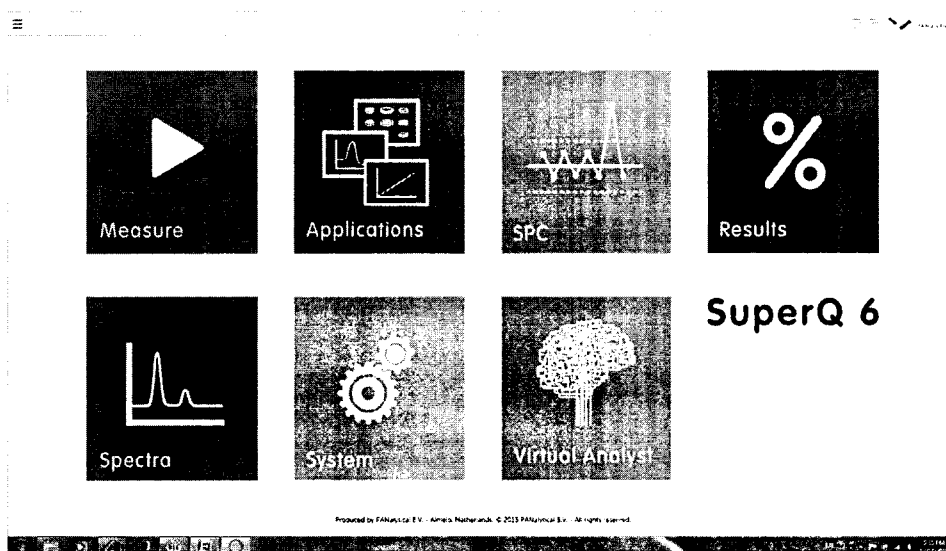


Рис.1 Главное окно управляющей программы ПО SuperQ 6

После появления главного управляющего окна щёлкнуть мышью по малому экрану System и после этого на экране появится окно с указанием версии программного обеспечения SuperQ 6.

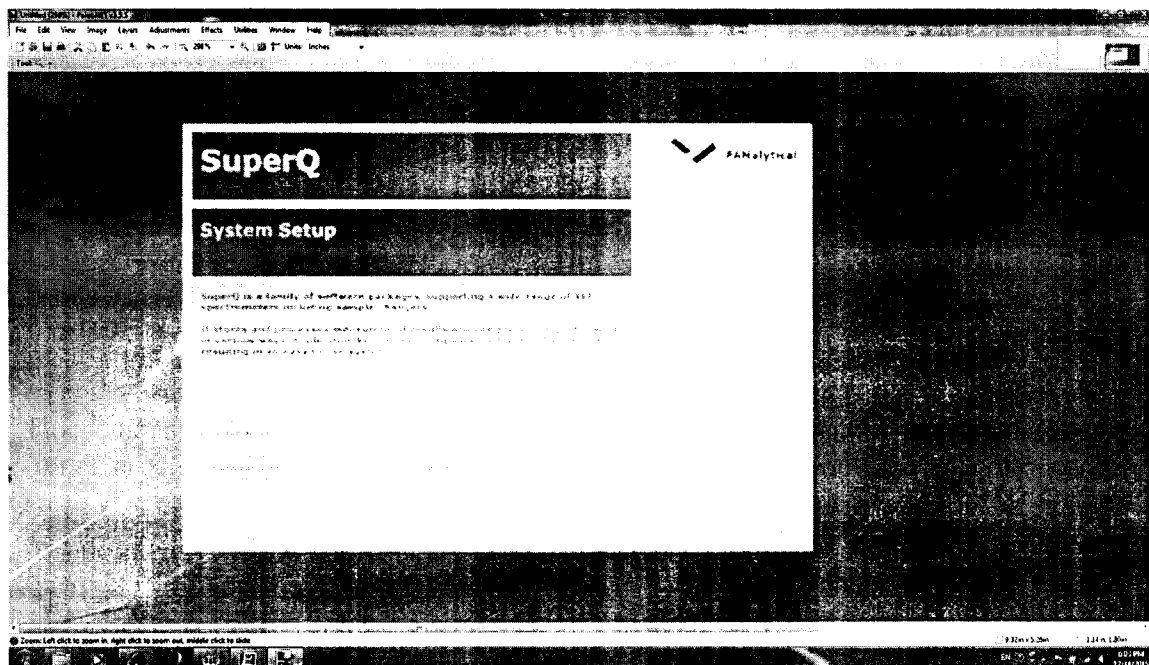


Рис.2 Окно с названием и номером версии ПО

Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.3, если номер версии ПО не ниже 6.0. 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 Zetium могут комплектоваться на заводе изготовителе различными рентгеновскими трубками, 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 Zetium, укомплектованного рентгеновской трубкой с максимальной мощностью 1 кВт, всегда применяются условия поверки:

Аналитическая линия - Ca, Меди- Канал Cu
Кристалл-монохроматор – PX10 (возможно LiF 200)
Коллиматор: 150 мкм (возможно 300 мкм)
Детектор: проточный (Flow)
Напряжение на трубке : 60 кВ
Анодный ток: 16 мА
Время измерения в максимуме пика: 10 секунд

Аналитическая линия - La, Ni - Канал Ni
Кристалл-монохроматор – PX10 (возможно LiF 200)
Коллиматор: 300 мкм (возможно 500 мкм)
Детектор проточный (Flow)
Напряжение на трубке : 60 кВ
Анодный ток: 16 мА
Время измерения в максимуме пика: 10 секунд

- 2) Для спектрометра Zetium, укомплектованного рентгеновской трубкой с максимальной мощностью от 2,4 до 4,0 кВт, всегда применяются условия поверки:

Аналитическая линия - Ca, Меди- Канал Cu
Кристалл-монохроматор – PX10 (возможно LiF 200)
Коллиматор: 150 мкм (возможно 300 мкм)
Детектор: сцинтилляционный (Scint)
Напряжение на трубке : 60 кВ
Величина анодного тока: 40 мА
Время измерения в максимуме пика: 10 секунд

Аналитическая линия - Ca, Никель - Канал Ni
Кристалл-монохроматор – PX10 (возможно LiF 200),
Коллиматор: 300 мкм (возможно 500 мкм)
Детектор: проточный (Flow)
Напряжение на трубке : 60 кВ
Величина анодного тока: 40 мА
Время измерения в максимуме пика: 10 секунд

- 3) При наличии в комплекте спектрометра Zetium, укомплектованного рентгеновской трубкой с максимальной мощностью от 2,4 до 4,0 кВт, энергодисперсионного канала дополнительно применяются условия поверки:

Аналитическая линия - Ca, Меди- Канал Cu1
Детектор: энергодисперсионный

Напряжение на трубке : 60 кВ
Величина анодного тока: 40 кВ
Время измерения в максимуме пика: 20 секунд

Аналитическая линия - Ка, Никель - Канал Ni1

Детектор: энергодисперсионный
Напряжение на трубке : 60 кВ
Величина анодного тока: 40 мА
Время измерения в максимуме пика: 20 секунд

6.4.1.2. Провести 5 измерений скоростей счёта в одном или нескольких применяемых каналах (Cu, Ni, Cu1, Ni1). 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 Спектрометр Zetium, укомплектованный рентгеновской трубкой максимальной мощности 1 кВт, считается выдержавшим поверку по п.6.4.1, если ни одно из полученных 5-и измерений скорости счёта в каналах не ниже следующих значений (кимп/с):

Канал Cu - 850 кимп/с

Канал Ni - 30 кимп/с

6.4.1.4. Спектрометр Zetium, укомплектованный рентгеновской трубкой с максимальной мощностью от 2,4 до 4,0 кВт, считается выдержавшим поверку по п.6.4.1, если ни одно из полученных 5-и измерений скорости счёта в каналах не ниже следующих значений (кимп/с):

Канал Cu - 1000 кимп/с

Канал Ni - 80 кимп/с

Канал Cu 1 - 200 кимп/с

Канал Ni 1 - 4,0 кимп/с

6.4.2. Определение относительного СКО выходного сигнала.

Относительное СКО выходного сигнала, выраженное в процентах, определяется на основе данных, полученных в п.6.4.1.2 для интенсивности линии в каналах меди по формуле:

$$S_r = \frac{\sqrt{[\sum_1^n (N_i - N_{cp})^2]/(n-1)}}{N_{cp}} \times 100 \quad (1)$$

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

Спектрометр, укомплектованный рентгеновской трубкой с максимальной мощности 1 кВт, считается выдержавшим поверку по п.6.4.2, если значение относительного СКО в канале Cu не превышает 0,5 %.

Спектрометр, укомплектованный рентгеновской трубкой с максимальной мощностью от 2,4 до 4,0 кВА, считается выдержавшим поверку по п.6.4.2, если значение относительного СКО не превышает 0,2 %.

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. Знак поверки наносится на лицевую панель спектрометра.

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

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

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

спектрометр рентгенофлуоресцентный Zetium

Зав.№ _____

Принадлежит _____

ИНН владельца _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Поверка проведена по :

Методике поверки

Сведения о методике измерений¹

**Средства
поверки**

Условия поверки

Температура окружающего воздуха, °С

Относительная влажность окружающего воздуха

Атмосферное давление, кПа

Внешний осмотр

Опробование

Проверка соответствия ПО

Определение метрологических характеристик

1. Результаты определения чувствительности

¹ Если поверка проводится согласно МИ 2531-99

2. Результаты определения относительного СКО выходного сигнала _____

Заключение _____

Поверитель _____
(подпись)