

ПРИЛОЖЕНИЕ А

ОТСКАНИРОВАНО  
ГОСРЕЕСТР СИ  
2012

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



Н.И. Ханов  
2012

« 15 »

УТВЕРЖДАЮ  
Генеральный директор  
ООО «НПО «СПЕКТРОН»



К.Ю. Яшин  
2012

«


АППАРАТЫ РЕНТГЕНОВСКИЕ ДЛЯ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА  
СПЕКТРОСКАН МАКС

Методика поверки  
РА1.000.000. Д22

С изменениями №1

4P 22525-07

Руководитель отдела испытаний

 О.В. Тудоровская

« 15 » 03 2012 г.

2012 г.

## Содержание

Лист

## Введение

1. Операции поверки	3
2. Средства поверки	3
3. Требования безопасности	4
4. Условия поверки и подготовка к ней	4
5. Проведение поверки	5
5.1. Внешний осмотр	5
5.2. Проверка функционирования	5
5.3. Определение метрологических характеристик	6
6. Оформление результатов поверки	9
Приложение:	
Форма протокола поверки.	10

					РА1.000.000 Д22			
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата				
Разраб. Проверил Нач.отд. Н.контр. Утвердил	Прусова Литинский Руднев				Аппараты рентгеновские для спектрального анализа СПЕКТРОСКАН МАКС Методика поверки	Лит.	Л	Л-в
						О <sub>1</sub>	2	10
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.		Подп. и дата

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 выполнения измерений, аттестованными в установленном порядке.

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

Настоящая методика устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки в процессе выпуска из производства и в процессе эксплуатации.

Межповерочный интервал - два года.

## 1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

внешний осмотр	п. 5.1
проверка функционирования	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 таблице 1.

Таблица 1

Номер пункта МП	Наименование и тип основного средства поверки, обозначение НД, регламентирующего технические требования и (или) МХ
5.1	Термометр типа ТЛ-4 по ТУ 25-1819.0021-90, диапазон температур от 0 до 50 °С
5.12	Психрометр аспирационный типа М34 по ТУ 25-1607.054-85, диапазон измерений относительной влажности от 0 до 100 %
5.2, 5.3	ГСО приведены в таблице А.2

Примечание. Допускается применение при поверке других средств измерений с аналогичными метрологическими характеристиками.

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

					РА1.000.000 Д22	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		3
Инв.№ подл.	Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата	

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
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
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
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
СО массовой доли борной кислоты в твердой основе (163)	КО- 163	ГСО 10022-2011	-GV -GF, -F
СО массовой доли серы в минеральном масле	СН-0,100-НС	ГСО 9410-2009	-GF, -F

### 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 и периодическую (после ремонта) поверку предоставляются протоколы приемо-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

					РА1.000.000 Д22	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		4
Инв.№ подл.	Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата	

4.2 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

температура окружающего воздуха	(20 ± 5) °С;
относительная влажность	до 80 % ;
напряжение питания переменного тока для спектрометрического блока	(220 ± 22) В;
фон внешнего гамма-излучения в помещении не более	0,25 мкЗв/ч;
время прогрева спектрометров	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;
- отсутствие механических повреждений корпуса;
- крепление органов управления и четкости фиксации;
- состояние лакокрасочных покрытий.

### 5.2. Проверка функционирования (опробование)

5.2.1. Установить в пробозагрузочное устройство стандартный образец кобальта.

5.2.2. Для спектрометра СПЕКТРОСКАН МАКС–GV включить ЭВМ и запустить программу «ГРАДУИРОВАНИЕ» в соответствии с указаниями "Руководства пользователя". Установить на рентгеновской трубке режим: 40 кВ, 0,5 мА и дважды измерить скорость счета на линии Co KA на кристалле LiF(200), установив время измерения 20 с.

5.2.3. Для спектрометров остальных модификаций включить ЭВМ и запустить рабочую программу. Войти в режим «КАЛИБРОВКА», установить рабочее напряжение на рентгеновской трубке 40 кВ , 100 мкА и дважды измерить скорость счета на линии Co KA , установив время измерения 20 с.

5.2.4. Убедитесь, что спектрометр функционирует в режиме измерения скорости счета.

					РА1.000.000 Д22	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		5
Инв.№ подл.	Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата	

### 5.3 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК

5.3.1. Поверку скоростей счета, соответствующих определяемым химическим элементам, и контрастностей проводят с использованием стандартных образцов согласно таблицам 3 и 4 на соответствующих аналитических линиях.

Проверка диапазона определяемых химических элементов проводится при определении скоростей счета и контрастностей на линиях  $\text{NaK}\alpha$  и  $\text{SrK}\alpha$  для СПЕКТРОСКАН МАКС -GV, для СПЕКТРОСКАН МАКС-F на линиях элементов, указанных в паспорте на данный спектрометр, на линиях  $\text{CaK}\beta$  и  $\text{SrK}\alpha$  - для остальных модификаций.

5.3.2. Для определения значения скорости счета на соответствующем стандартном образце проводят не менее трех измерений длительностью 10 с для P, Cl, Ti, Co, Sr, Pb и 100 с для Ca, Na, Mg, Si, Al, S.

Для СПЕКТРОСКАН МАКС-GV установить напряжение на рентгеновской трубке 40 кВ, ток и используемые кристалл-анализаторы согласно таблице А.3; для СПЕКТРОСКАН МАКС-G, -GF, -F ток и напряжение согласно таблице А.4

Таблица 3

Элемент, аналитическая линия	Регистрационный номер стандартного образца	Кристалл-анализатор	Ток трубки, мА, не более	Скорость счета не менее, с1	Контрастность, не менее
Na K $\alpha$	ГСО 10021-2011 (КО-107)	ML(KAP)	4	5	2
Ca K $\alpha$	ГСО 10015-2011 (КО-79)	C002(PET)	0,5	5000	400
Co K $\alpha$	ГСО 10017-2011 (КО-83)	LiF(200)	0,5	30000	40
Sr K $\alpha$	ГСО 10019-2011 (КО-98)	LiF(200) LiF(220)	0,5	30000	10
Pb L $\alpha$	ГСО 10018-2011 (КО-91)	LiF(200)	0,5	15000	5
НЗВОЗ	ГСО 10022-2011 (КО-163)				

Примечание. При измерении на стандартном фоновом образце КО-163 ток рентгеновской трубки устанавливается в соответствии с током аналитической линии.

					РА1.000.000 Д22		Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата			6
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.	
		Подп. и дата				Подп. и дата	

Таблица 4

Элемент, аналитическая линия	Регистрационный номер стандартного образца	Ток трубки, мА,	Напряж ение на трубке кВ,	Скорость счета, с-1	Контрас тность	Модель: СПЕКТРОСКАН МАКС-
Ti K $\alpha$	ГСО 10020-2011 (КО-100)	0,1	40	70	5	-G, -GF
Co K $\alpha$	ГСО 10017-2011 (КО-83)	0,1	40	10000	30	-G, -GF
Sr K $\alpha$	ГСО 10019-2011 (КО-98)	0,1	40	10000	7	-G, -GF
Ca K $\beta$	ГСО 10015-2011 (КО-79)	0,1	40	20	1,02	для кд канала
Ca K	ГСО 10015-2011 (КО-79)	0,15	5-5,5	1000	10	для эд канала
HЗВОЗ	ГСО 10022-2011 (КО-163)					-G, -GF, F
Al K	ГСО 10014-2011 (КО-4)	0,15	3-4,5	1000	20	-GF и F
P K $\alpha$	ГСО 10015-2011 (КО-79)	0,15	4-5	50	2	GF и -F
S K $\alpha$	ГСО 9410-2009	0,15	4,5-5,5	200	3	-GF и -F
Cl K	ГСО 10021-2011 (КО-107)	0,15	5-5,5	3000	2	GF и -F
Mg K	ГСО 10013-2011 (КО-3)	0,15	3-4,5	300	20	GF и F
Si K	ГСО 10016-2011 (КО-81)	0,15	3-4,5	200	10	GF и F

Примечание. Для спектрометров СПЕКТРОСКАН МАКС-GF и СПЕКТРОСКАН МАКС-F скорости счета и контрастности для ЭД каналов определяются на линиях, указанных в паспорте на данный спектрометр. При измерении на стандартном фоновом образце КО-163 ток рентгеновской трубки устанавливается в соответствии с током аналитической линии.

Установите в рабочее положение стандартный образец и проведите три измерения числа импульсов на соответствующей аналитической линии за время экспозиции согласно таблицам 3 и 4.

Вычислите значения скоростей счета  $V$ , используя усредненные результаты трех измерений, по формуле :

$$V = \bar{N}_k / T \quad (1)$$

где  $\bar{N}_k$  - средний набор импульсов на стандартном образце.;

					РА1.000.000 Д22		Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата			7
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.	Подп. и дата

T - время экспозиции, с.

5.3.3. Установите фоновый образец борной кислоты (КО -163) в рабочее положение и проведите на нем три измерения скорости счета за 100 с при настройке на те же аналитические линии.

Для расчета контрастности используйте усредненные результаты трех измерений. Значения контрастности K для каждой аналитической линии вычислите по формуле:

$$K = \bar{V} \times 100 / N_{\text{кф}} \quad (2)$$

где  $\bar{V}$  - аналогично формуле (1)

$N_{\text{кф}}$  - средний набор импульсов на стандартном фоновом образце.

Полученные значения скорости счета и контрастности для всех элементов должны быть не менее указанных в таблице 3 для СПЕКТРОСКАМ МАКС -GV и не менее указанных в таблице 4 для спектрометров остальных модификаций.

5.3.4. Определение основной аппаратурной погрешности проводят с использованием стандартного образца кобальта (КО-83) (для модификации СПЕКТРОСКАН МАКС F -стандартного образца КО-87).

Условия испытаний аналогичны, указанным в п. 5.3.2 для соответствующих линий, время экспозиции увеличивают до 40 с.

Проведите 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 рассчитайте дисперсию по формуле

$$S^2_{\ell} = \sum (N_i - \bar{N})^2 \cdot \frac{1}{n-1} \quad (3)$$

где  $N_i$  - набор импульсов в i-ом измерении в каждой серии;

$\bar{N}$  - номер серии (= 1,2,3);

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

n - число измерений в серии.

Найденные дисперсии проверьте на однородность (по критерию Кохрена) сравнением G -отношения максимальной дисперсии  $S^2_{\text{max}}$  к сумме всех дисперсий - с табличным значением равным 0,674 при l = 3, n =11.

$$G = \frac{S^2_{\text{max}}}{\sum S^2} \quad (4)$$

					РА1.000.000 Д22	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		8
Инв.№ подл.	Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата	



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 аппаратную погрешность  $A_0$ , в процентах, по формуле

$$A_0 = \frac{100}{\bar{N}} * \sqrt{(\bar{S}^2 - \bar{N})} \quad (5)$$

где

$$\bar{S}^2 = \sum_{l=1}^3 S^2 l / 3 \quad , \quad \bar{N} = \sum_{l=1}^3 \bar{N}_l / 3$$

Примечания. 1. Если  $\bar{S}^2 < \bar{N}$ , значение  $A_0$  принимают равным нулю.

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

Полученное значение  $A_0$  основной аппаратной погрешности не должно превышать 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.

					РА1.000.000 Д22	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		9
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

**ПРИЛОЖЕНИЕ А**

**ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ**

Аппарат рентгеновский для спектрального анализа СПЕКТРОСКАН МАКС

Заводской номер \_\_\_\_\_

Дата выпуска \_\_\_\_\_

Дата поверки \_\_\_\_\_

**1. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ**

температура окружающего воздуха, С \_\_\_\_\_

колебания температуры за время поверки. С \_\_\_\_\_

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

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

**2. РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ**

2.1. Мощность экспозиционной дозы \_\_\_\_\_

2.2. Проверка диапазона определяемых элементов

Таблица 1

Длина волны, А			
МАХ		MIN	
по паспорту	фактически	по паспорту	фактически

2.3. Определение скорости счета и контрастности.

Таблица 2

Элемент (аналитическая линия)	Номер стандартного образца	Скорость счета		Контрастность	
		по паспорту	фактически	по паспорту	фактически

2.4. Определение основной аппаратурной погрешности.

Таблица 3

Элемент	Ао, %	
	по паспорту	фактически

**4 ЗАКЛЮЧЕНИЕ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПОВЕРКИ**

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

Поверку произвел \_\_\_\_\_

" " \_\_\_\_\_ 201\_\_ г.

					РА1.000.000 Д22	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		10
Инв.№ подл.	Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата	

