

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




К. В. Тоголинский

30 августа 2016 г.

СПЕКТРОМЕТРЫ
РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННЫЕ
ПОРТАТИВНЫЕ
СПЕКТРОСКАН ГЕО

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП-242-2039-2016

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


Л.А. Конопелько

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


М.А. Мешалкин

2016

Содержание

Введение	3
1 Операции поверки	4
2 Средства поверки	5
3 Требования к квалификации поверителей	6
4 Требования безопасности	7
5 Условия поверки и подготовка к ней	8
6 Проведение поверки	9
6.1 Внешний осмотр.....	9
6.2 Подтверждение соответствия программного обеспечения	9
6.3 Проверка мощности эквивалентной (экспозиционной) дозы излучения в условиях нормальной эксплуатации	10
6.4 Опробование	11
6.5 Проверка энергетического разрешения спектрометра	12
6.6 Определение диапазона определяемых химических элементов, скорости счета и контрастности	13
6.7 Определение основной аппаратурной погрешности.....	14
6.8 Определение дрейфа показаний, проверка на продолжительность непрерывной работы спектрометра и времени установления рабочего режима	16
7 Оформление результатов поверки	18

Введение

Настоящая методика регламентирует процедуру выполнения поверки спектрометра рентгенофлуоресцентного энергодисперсионного портативного СПЕКТРОСКАН GEO, выпускаемого ООО «НПО «СПЕКТРОН» (Санкт-Петербург).

Первичная поверка выполняется до ввода спектрометра в эксплуатацию и после его ремонта. Периодическая поверка - в процессе его эксплуатации.

Интервал между поверками - 1 год.

1 Операции поверки

При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции при	
		первичной поверке	периодической поверки
1. Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2. Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.2	Да	Да
3. Проверка мощности эквивалентной (экспозиционной) дозы излучения (в нормальных условиях эксплуатации)	6.3	Да	Да
4. Опробование	6.4	Да	Да
5. Проверка энергетического разрешения	6.5	Да	Да
6. Определение скорости счета и контрастности	6.6	Да	Да
7. Определение основной аппаратурной погрешности	6.7	Да	Да
8. Проверка времени установления рабочего режима, и дрейфа показаний за 8 часов работы	6.8	Да	Нет

При получении отрицательного результата во время проведения той или иной операции дальнейшая поверка может быть прекращена.

2 Средства поверки

Для проведения поверки должны применяться образцовые и вспомогательные средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2.

Номер пункта инструкции	Наименование рабочего эталона, средства измерений, стандартного образца, вспомогательного средства поверки, обозначение документа, регламентирующего метрологические и технические требования к средствам поверки
6.3	Лист свинцовый по ГОСТ 9559-89 толщиной 1,0 мм или просвинцованной резины (марки Я1002, Я1002Т) толщиной 3,6÷4 мм (эквивалент 1,0 мм свинца)
6.3	Дозиметр ДКС-96 с блоком детектирования БДКС-96
6.6	Стандартный образец VSA3-К из комплекта ГСО 9083-2008)
6.4, 6.6	Стандартный образец VSAC11-4 из комплекта ГСО 10662-2015
6.5 ÷ 6.8	Стандартный образец VSAC2-5 из комплекта ГСО 9424-2009
5	Термометр ртутный ТЛ-4 ГОСТ 28498-90.
5	Барометр-анероид контрольный М67, или метеорологический типа БАММ-1.
5	Психрометр аспирационный М34 ТУ 25-1607.054-85.

Допускается применение других средств измерений и ГСО с аналогичными метрологическими характеристиками.

3 Требования к квалификации поверителей

3.1. К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие Руководство по эксплуатации спектрометра и методику поверки и имеющие удостоверение поверителя. Для снятия данных при поверке допускается участие операторов, обслуживающих -спектрометр (под контролем поверителя).

4 Требования безопасности

При проведении поверки должны соблюдаться следующие требования безопасности, изложенные в следующих нормативных документах:

- «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99)»;
- «Нормы радиационной безопасности (НРБ-99)»;
- СП 2.6.1.1282-03 «Гигиенические требования к устройству и эксплуатации источников, генерирующих рентгеновское излучение при ускоряющем напряжении от 10 до 100 кВ»;
- СанПиН 2.6.1.3289-15 «Гигиенические требования по обеспечению радиационной безопасности при обращении с источниками, генерирующими рентгеновское излучение при ускоряющем напряжении до 150 кВ»;
- инструкции по технике безопасности, действующих в месте проведения поверки;
- Руководство по эксплуатации спектрометра, РА 14.000.000 РЭ или РА 14.000.000-01 РЭ.

5 Условия поверки и подготовка к ней

Поверка спектрометров проводится при следующих условиях:

- температура окружающего воздуха $(20 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$;
- допускаемое колебание температуры за время испытаний $\pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$;
- атмосферное давление от 84 до 107 кПа;
- относительная влажность воздуха не более 80 %.

Подготовка спектрометра к поверке должна проводиться в соответствии с Руководством по эксплуатации спектрометра РА 14.000.000 РЭ или РА 14.000.000-01 РЭ;

6 Проведение поверки

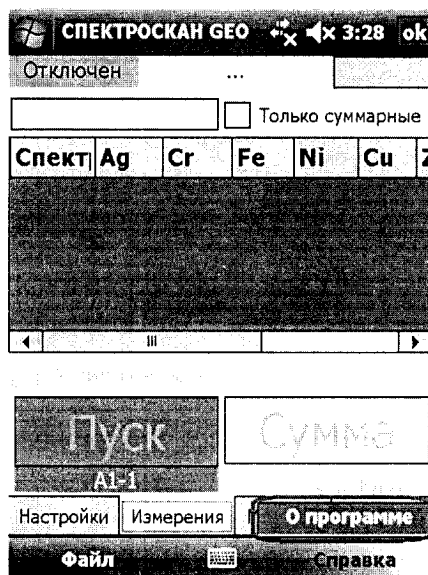
6.1 Внешний осмотр

Во время осмотра спектрометра должны быть проверены:

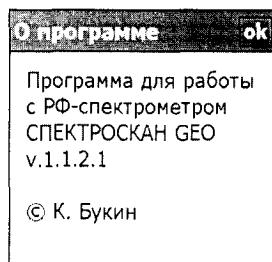
- комплектность спектрометра согласно паспорту;
- наличие и соответствие комплекта ЗИП ведомости;
- удобство размещения спектрометра и соблюдение требований безопасности;
- отсутствие повреждений соединительных кабелей, отсутствие загрязнения разъемов и надежность их присоединения;
- соответствие соединения блоков спектрометра инструкциям, указанным в Руководстве по эксплуатации РА 14.000.000 РЭ или РА 14.000.000-01 РЭ;
- целостность и чистоту рабочего окна и его защитной пленки;
- наличие знака утверждения типа.

6.2 Подтверждение соответствия программного обеспечения

Осуществить просмотр сведений о программе через пункт «О программе» меню «Справка»:



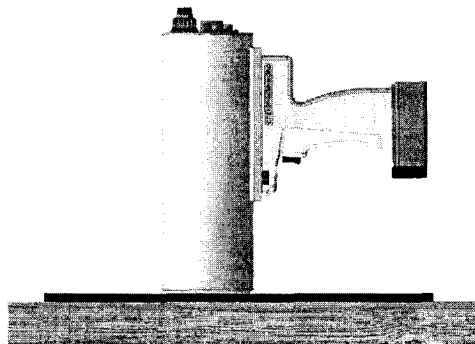
В появившемся окне будет указано название программы и ее версия:



Спектрометр считается выдержавшим поверку по п. 6.2, если номер версии ПО не ниже 1.1.2.1.

6.3 Проверка мощности эквивалентной (экспозиционной) дозы излучения в условиях нормальной эксплуатации

- Подготовить спектрометр к работе согласно Руководству по эксплуатации РА 14.000.000(-01) РЭ , включить его и загрузить для выполнения на карманном персональном компьютере (КПК) программное обеспечение спектрометра «СПЕКТРОСКАН GEO» согласно Руководству пользователя.
- Установить датчик спектрометра модификации GEO (с рукояткой) на плоскую свинцовую пластину толщиной не менее 1,0 мм или лист просвинцованной резины эквивалентной толщины (марки Я1002, Я1002Т – 3,6÷4 мм) так, чтобы поверхность пластины (листа) плотно прилегала к рабочему окну датчика.



Для модификации GEO D установить датчик в стенд-столик.

- Проверку мощности экспозиционной дозы следует проводить с помощью дозиметра рентгеновского излучения через 5 мин после включения спектрометра.

- Установить с помощью программного обеспечения КПК максимально допустимые значения высокого напряжения (49 кВ) и анодного тока (99 мкА) рентгеновской трубки.
- Установить неограниченное время измерения и подать на трубку высокое напряжение, запустив измерение.
- С помощью дозиметра измерить мощность экспозиционной дозы. Измерения выполнить согласно руководству по эксплуатации дозиметра на расстоянии 0,1 м от прибора во всех доступных точках.
- Выключить рентгеновскую трубку, остановив замер.
- Спектрометр считается прошедшим проверку, если результаты измерений мощности экспозиционной дозы не превышают 1,0 мкЗв/ч.

6.4 Опробование

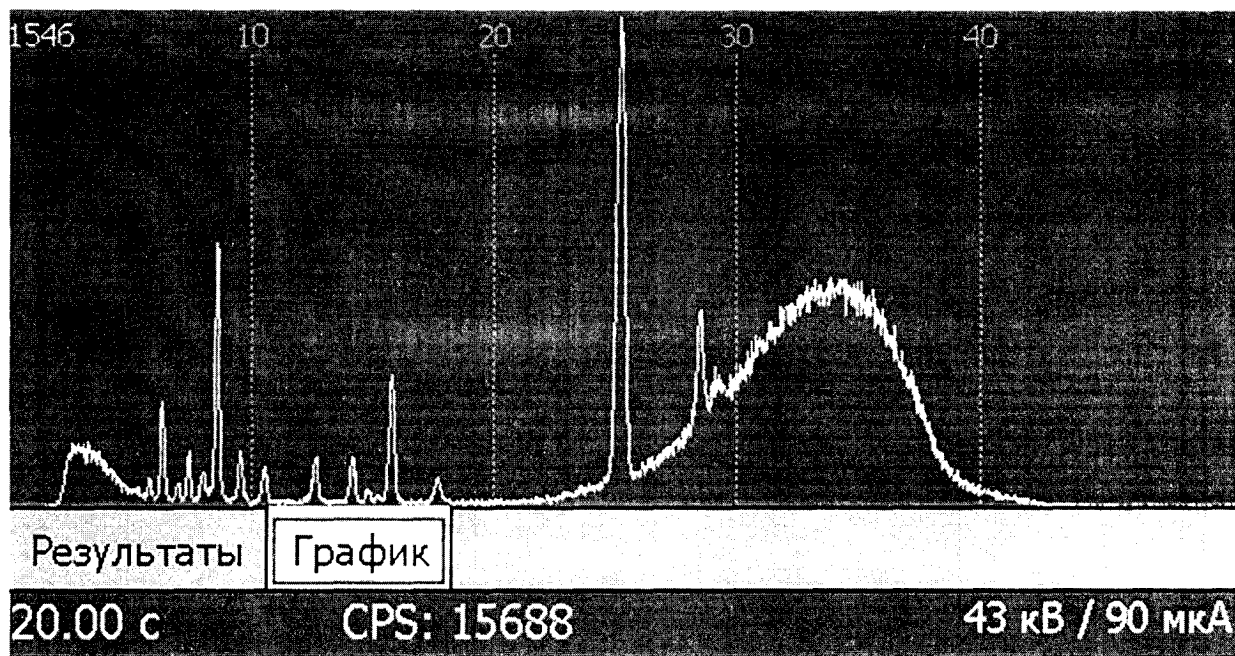
6.4.1 Подготовить спектрометр к работе согласно Руководству по эксплуатации РА 14.000.000(-01) РЭ, включить его и загрузить для выполнения на карманном персональном компьютере (КПК) программное обеспечение спектрометра «СПЕКТРОСКАН GEO» согласно Руководству пользователя.

6.4.2 Установить датчик спектрометра на стандартный образец (СО) VSAC11-4 (из комплекта ГСО 10662-2015) так, чтобы рабочая поверхность СО плотно прилегала к рабочему окну и были обеспечены все меры радиационной безопасности, указанные в Руководстве по эксплуатации 14.000.000 РЭ. Для модификации GEO D образец помещают на рабочее окно датчика, открыв крышку измерительной камеры, согласно 14.000.000-01 РЭ.

6.4.3 Загрузить метод «Test» и убедиться, что установлены значения напряжения и тока рентгеновской трубки 43 кВ и 90 мкА, соответственно.

6.4.4 Произвести регистрацию спектра в соответствии с Руководством по эксплуатации 14.000.000(-01) РЭ и Руководством пользователя к программе в течении 20 с.

6.4.5 Измеренный спектр должен характеризоваться четко (контрастно) выраженными пиками, соответствующими характеристическим линиям химических элементов в СО. Пример измеренного аппаратурного спектра приведен ниже:



6.5 Проверка энергетического разрешения спектрометра

6.5.1 Повторить при необходимости пп. 6.3.1 ÷ 6.3.3.

6.5.2 Оставить спектрометр после включения и выхода в рабочий режим на 30 мин для стабилизации показаний.

6.5.3 Произвести регистрацию спектра излучения от стандартного образца VSAC2-5 в течении 100 с «живого» времени при токе рентгеновской трубки 90 мкА и ускоряющем напряжении – 43 кВ.

6.5.4 В соответствии с п. 3.3.4 ГОСТ 26874-86 определить ширину пика полного поглощения линий $\text{CuK}\alpha$ на его полувысоте в каналах $D_{1/2}$ и

определить энергетическое разрешение в электронвольтах произведением $D_{1/2} \times K \times 1000$. Энергетическая ширина одного спектрометрического канала K устанавливается при настройке спектрометра на предприятии-изготовителе в диапазоне 25 ± 1 эВ/канал. Точное значение указано в паспорте на спектрометр. Для определения фона под пиком линии $CuK\alpha$ слева и справа от них выбирают участки (интервалы) спектра шириной в 9 каналов. При этом центральные (5-е) каналы этих интервалов должны соответствовать значениям энергий: 6,8 кэВ (слева) и 9,3 кэВ (справа).

6.5.5 Результат поверки считается положительным, если полученные значения энергетического разрешения по линии $CuK\alpha$ соответствует требованиям п. 2 таблицы 1 приложения А.

6.6 Проверка скорости счета и контрастности

6.6.1 Повторить при необходимости пп. 6.4.1 ÷ 6.4.3.

6.6.2 Оставить спектрометр после включения и выхода в рабочий режим на 30 мин для стабилизации показаний.

6.6.3 Произвести регистрацию спектра излучения от стандартных образцов VSAC11-4, VSAC2-5 и VSA3-K, трижды от каждого образца, с экспозицией 100 с «живого времени». При этом напряжение и ток трубки должны составлять 43 кВ и 90 мкА, соответственно.

6.6.4 Провести расчет значений скорости счета для всех аналитических линий в соответствующих энергетических интервалах, указанных в таблице 2 приложения А. Границы интервалов допустимо задавать с точностью до цены деления одного спектрометрического канала.

Средние значения скорости счета (по трем спектрам) для всех линий фиксируют в таблице 1 протоколе поверки (см. приложение Б).

6.6.5 Аналогично рассчитать среднее (из трех спектров) значение скорости счета для каждой линии, полученных на «фоновом» образце VSA3-K. Определить контрастность пиков K от линий по формуле:

$$K = \frac{(\bar{N}_i - \bar{N}_{\phi_i})}{\bar{N}_{\phi_i}},$$

где \bar{N}_i – средняя скорость счета в энергетическом интервале пика от i -линии на соответствующем СО, содержащем интересующий элемент; \bar{N}_{ϕ_i} – средняя «фоновая» скорость счета, полученная на СО VSA3-K в тех же энергетических интервалах.

Значения контрастности линий также фиксируют в таблице 1 протокола поверки (приложение Б).

6.6.6 Результат поверки признаются положительными, если полученные значения скорости счета и контрастности для всех аналитических линий не ниже величин, указанных в таблице 2 приложения А.

6.7 Определение основной аппаратурной погрешности

6.7.1 Повторить при необходимости пп. 6.4.1 ÷ 6.4.3.

6.7.2 Оставить спектрометр после включения и выхода в рабочий режим на 30 мин для стабилизации показаний.

6.7.3 Провести три серии последовательных измерений аппаратурного спектра излучения от стандартного образца VSAC2-5 при «живом» времени экспозиции 100 с, токе трубки 90 мкА и напряжении – 43 кВ. При этом образец между измерениями не переустанавливают. Каждая серия должна содержать не менее 11 измерений.

6.7.4 Для каждой l -серии измерений рассчитывают дисперсию величины счета N в энергетическом интервале, соответствующем пику полного поглощения от линии $\text{CuK}\alpha$:

$$S_l^2 = \frac{\sum(N_i - \bar{N}_l)^2}{n-1},$$

где N_i – набор импульсов (счет) в пике $\text{CuK}\alpha$ для i -го измерения в каждой серии l (1, 2, 3), \bar{N}_l – среднее значение набора импульсов в серии, n – число измерений в серии.

6.7.5 Найденные значения дисперсии счета внутри каждой серии проверяют на однородность (по критерию Кохрена) сравнением G -отношения максимальной дисперсии S_{max}^2 к сумме всех трех дисперсий с табличным значением этого параметра

$$G = \frac{S_{max}^2}{\sum S_l^2}$$

6.7.6 Если G больше 0,674, то после выяснения и устранения причин неоднородности дисперсий измерения повторяют.

6.7.7 Если G меньше или равен 0,674, то дисперсию усредняют и определяют основную аппаратурную погрешность A_0 [%]:

$$A_0 = \frac{100}{\bar{N}} \times \sqrt{(\bar{S}^2 - \bar{N})},$$

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

Примечания:

1. Если $\bar{S}^2 < \bar{N}$, значение A_0 принимают равным нулю.
2. Если в каждой серии измерений рассчитанная основная аппаратурная погрешность A_0 меньше требуемого значения, то проверку по критерию Кохрена допускается не проводить. При

этом аппаратурной погрешностью считают максимальное из полученных A_0 .

6.7.8 Спектрометр считается выдержавшим испытания, если полученное значение основной аппаратурной погрешности не превышает величины, указанной в п. 4 таблицы 1 приложения А.

6.8 Определение дрейфа показаний

6.8.1 Последовательность операций при определении дрейфа показаний аналогична таковой при определении основной аппаратурной погрешности с той разницей, что серии измерений проводят с периодичностью один час в течении 8 ч после 30-ти минутного прогрева. Таким образом получают 8 серий по 11 измерений (спектров) в каждой.

6.8.2 Для каждой серии l рассчитывают среднее значение набора импульсов в пике $CuK\alpha$:

$$\bar{N}_l = \frac{\sum_{i=1}^n N_{il}}{n},$$

где N_{il} – набор импульсов в i -ом измерении l -серии;

n – число измерений в серии.

6.8.3 Рассчитывают среднее значение набора импульсов $\bar{\bar{N}}$ и среднее квадратическое отклонение между сериями σ_l :

$$\bar{\bar{N}} = \frac{\sum_{l=1}^8 \bar{N}_l}{8},$$

$$\sigma_l = \sqrt{\frac{\sum_{l=1}^8 (\bar{N}_l - \bar{\bar{N}})^2}{7}}.$$

6.8.4 За дрейф показания спектрометра A принимают относительное значение среднеквадратичного отклонения:

$$A = \frac{100 \% \times \sigma_t}{\bar{N}}$$

6.8.5 Результаты поверки считаются положительными, если за 8 ч непрерывной работы дрейф не превышает значения, указанного в п. 5 таблицы 1 приложения А.

7 Оформление результатов поверки

При проведении поверки составляется протокол поверки. Рекомендуемая форма протокола приведена в приложении Б.

Спектрометр, удовлетворяющий требованиям, указанным в таблицах 1 и 2 приложения А, признается пригодным. Положительные результаты оформляются свидетельством о его поверке.

На спектрометр, не удовлетворяющий требованиям, выписывается свидетельство о непригодности с указанием причин.

Основные метрологические характеристики спектрометра
рентгенофлуоресцентного энергодисперсионного портативного
«СПЕКТРОСКАН GEO»

Таблица 1

Наименование характеристик спектрометра	Значения характеристик
1 Энергетическое разрешение на линии $\text{CuK}\alpha$ (8,04 кэВ), эВ, не более:	190
2 Значения скорости счета и контрастности, не менее	См. таблицу 2
3 Основная аппаратная погрешность A_0 , %, не более	$\pm 0,5$
4 Дрейф показаний спектрометра за 8 ч непрерывной работы, %, не более	± 1

Таблица 2

Элемент	Аналитическая линия	Энергия линии, кэВ	Границы интервала, кэВ		Стандартный образец	Скорость счета, не менее, с^{-1}	Контрастность, не менее
			Левая	Правая			
Mn	$\text{K}\alpha$	5,90	5,79	6,01	ГСО 10662-2015 VSAC11-4	25	0,6
Fe	$\text{K}\alpha$	6,40	6,19	6,60	ГСО 10662-2015 VSAC11-4	100	2,8
Cu	$\text{K}\alpha$	8,04	7,86	8,21	ГСО 9424-2009 VSAC2-5	710	21
Zn	$\text{K}\alpha$	8,63	8,48	8,78	ГСО 9424-2009 VSAC2-5	610	30
Pb	$\text{L}\alpha$	10,54	10,35	10,75	ГСО 10662-2015 VSAC11-4	40	2,8
Zr	$\text{K}\alpha$	15,75	15,53	16,00	ГСО 10662-2015 VSAC11-4	175	6,0
Sn	$\text{K}\alpha$	25,19	24,81	25,58	ГСО 10662-2015 VSAC11-4	1050	4,8

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Спектрометр рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный
портативный
«СПЕКТРОСКАН GEO»

Заводской номер _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Поверка проведена по методике РА14.000.000 Д1

УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

температура окружающего воздуха, °С _____

колебания температуры за время поверки, °С _____

относительная влажность окружающего воздуха, % _____

Результаты внешнего осмотра:

- комплектность спектрометра согласно паспорту;
- наличие комплекта ЗИП согласно ведомости;
- удобство размещения спектрометра и соблюдение требований безопасности;
- отсутствие повреждений соединительных кабелей, отсутствие загрязнения разъемов и надежность их присоединения;
- соответствие соединения блоков спектрометра инструкциям, указанным в Руководстве по эксплуатации РА 14.000.000 РЭ;
- целостность и чистота рабочего окна и его защитной пленки.

Максимальная мощность эквивалентной дозы в любой доступной точке на расстоянии 0,1 м от внешней поверхности спектрометра вне прямого пучка, мкЗв/ч _____

Результат опробования _____

РЕЗУЛЬТАТ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК

Таблица 1

Элемент	Аналитическая линия	Стандартный образец	Скорость счета, с ⁻¹		Контрастность	
			Измерено	Допустимо по ту	Измерено	Допустимо по ту
Mn	Kα	ГСО 10662-2015 VSAC11-4		25		0,6
Fe	Kα	ГСО 10662-2015 VSAC11-4		100		2,8
Cu	Kα	ГСО 9424-2009 VSAC2-5		710		21
Zn	Kα	ГСО 9424-2009 VSAC2-5		610		30
Pb	Lα	ГСО 10662-2015 VSAC11-4		40		2,8
Zr	Kα	ГСО 10662-2015 VSAC11-4		175		6,0
Sn	Kα	ГСО 10662-2015 VSAC11-4		1050		4,8

Наименование характеристики	По ТУ	Факт.
Энергетическое разрешение на линии CuKα, эВ:	190	
Основная аппаратурная погрешность A ₀ измерения скорости счета, %, не более	± 0,5	
Дрейф показаний спектрометра за 8 часов непрерывной работы, %	± 1,0	

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПОВЕРКИ

Спектрометр СПЕКТРОСКАН GEO зав. номер _____ признан годным и допущен к эксплуатации.

Поверку произвёл _____

" ____ " _____ 20 ____ г.