

Настоящая методика, поверки распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные **M1 MISTRAL** и **M1 ORA Tornado**, изготавливаемые фирмой "Bruker Nano GmbH", Германия и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввоза в РФ и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Межповерочный интервал -1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

Наименование операций	Номер пункта методики
1. Внешний осмотр. Проверка комплектности	6.1
2. Проверка сопротивления изоляции	6.2
3. Испытание изоляции на прочность	6.3
4. Опробование	6.4
5. Проверка мощности эквивалентной дозы	6.5
6. Определение метрологических характеристик	6.6
7. Подтверждение соответствия ПО	7

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 Стандартные образцы: ГСО 8754-2006 ... 8763-2006 (лигатурное золото).

2.2 Мегомметр, номинальное напряжение 500 В, класс точности 1, типа М1101.

2.3 Установка для проверки электрической прочности изоляции, мощность 0,25 кВА, выходное напряжение 1500 В, частота 50 Гц, типа УПО-3000 или аналогичная.

2.4 Дозиметр ДКС-АТ1123.

Допускается использование других средств поверки, в том числе стандартных образцов, допущенных к применению в РФ в установленном порядке, с метрологическими характеристиками не хуже указанных, поверенных в установленном порядке. Стандартные образцы должны иметь действующие паспорта.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

3.2 Должны соблюдаться: Межотраслевые правила по охране труда (правила

безопасности) при эксплуатации электроустановок ПОТ Р М-016-2001 РД 153-34.0-03. 150-00 Санкт-Петербург. Гидрометеиздат.2001 г.

3.3 Требования к квалификации поверителей:

К проведению измерений при поверке допускаются лица:

- знающие основы рентгенофлуоресцентного спектрального анализа;
- имеющие опыт работы с рентгенофлуоресцентными средствами измерений;
- изучившие руководство по эксплуатации и методику поверки прибора.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от 17 до 33
- атмосферное давление, кПа от 90,6 до 104,8
- относительная влажность воздуха, % от 20 до 80
- питание - сеть переменного тока
 - а) напряжением, В от 187 до 232
 - б) частотой, Гц от 49 до 51

Установка и подготовка спектрометра к поверке, включение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с эксплуатационной документацией.

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Перед проведением поверки спектрометр следует прогреть в течение не менее двух часов.

5.2 Установка и подготовка спектрометра к поверке, включение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с эксплуатационной документацией.

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 Проверка сопротивления изоляции

Проверка сопротивления изоляции первичных электрических цепей проводится с помощью мегомметра типа M1101 на 500 В, подключенного между контактом заземления и каждым контактом вилки. Кнопка Сеть должна находиться в выключенном состоянии, сетевые предохранители должны быть вынуты.

Прибор считается выдержавшим испытания, если его сопротивление изоляции не менее 30 МОм.

6.3 Испытание изоляции на электрическую прочность

Испытание изоляции на электрическую прочность проводят с использованием установки типа УПО-3000. Между закороченными контактами сетевой вилки и контактом заземления прикладывают испытательное напряжение 1,5 кВ в течение 1 минуты. Кнопка Сеть должна находиться в выключенном состоянии, сетевые предохранители должны быть вынуты.

Прибор считается выдержавшим испытание, если не произошло электрического пробоя поверхностного перекрытия.

6.4 Опробование

6.4.1 Опробование прибора происходит в автоматическом режиме.

6.4.2 Включить питание прибора. После включения питания происходит автоматическое тестирование прибора. В случае успешного прохождения тестирования на дисплее появляется стандартное окно программного обеспечения спектрометра.

6.5 Проверка мощности эквивалентной дозы излучения

Проверка мощности экспозиционной дозы излучения осуществляется с помощью дозиметра при следующих условиях: ток трубки - максимальный, напряжение на трубке 40 кВ для модификации M1 ORA, 40 кВ для модификации M1 MISTRAL с пропорциональным счетчиком, 50 кВ для модификации M1 MISTRAL с SDD детектором. Прибор находится в закрытом состоянии. Прибор считается выдержавшим испытание, если мощность эквивалентной дозы излучения на расстоянии 1 м и на расстоянии 0,1 м зади от измерительной головки не превышает 1 мкЗв/ч.

6.6 Определение метрологических характеристики спектрометра

Для определения метрологических характеристик прибора сначала нужно вывести прибор на оптимальный режим работы. Для этого нужно настроить режим работы трубки и провести калибровку по энергиям.

6.6.1 Настройка трубки спектрометра и проверка максимальной скорости счета. Используйте программу **SVE_Check**. Откройте вкладку **Main** и установите

следующие параметры трубки: напряжение на трубке 40 кВ для модификации M1 ORA, 40 кВ для модификации M1 MISTRAL с пропорциональным счетчиком, 50 кВ для модификации M1 MISTRAL с SDD детектором, 1 мА. Установите образец меди (Cu). Откройте вкладку **XRF Spectrum**, начните измерения. Скорость входящего сигнала должна быть – не менее чем:

- Пропорциональный счетчик: 20 000 отсч./с,
- Кремниевый-дрейфовый детектор: 200 000 отсч./с

6.6.2 Калибровка по энергиям

Для калибровки прибора по энергиям включите программу **SVE_Check**

Установите в окне **Main** параметры трубки (максимальное значение напряжения – разное для разных моделей и мощности) и позиционируйте образец (контроль позиционирования во вкладке **Video**)

Ниже приведены параметры которые следует устанавливать для различных типов трубок

Трубка	XTH40W (M1 ORA, M1 MISTRAL с пропорциональным счетчиком)	XTH50W (M1 MISTRAL с SDD детектором)
Напряжение, кВ	40	50
Ток, мкА	800	1000

Поместите образец с высокой массовой долей серебра, например ГСО 8758-2006 (массовая доля серебра 79,87 %) и позиционируйте его с помощью вкладки **Video**

Откройте вкладку **XRF Spectrum**. Начните измерения нажав кнопку **Start** в окне спектров будет отображен пик серебра и нулевой пик. Нажмите кнопку калибровки энергии – будет отображено окно **Spectrum calibration**. Величина в верхнем правом углу должна быть примерно равной 0.020 и величина abs примерно равна -0.960. Если данные величины далеки от указанных выше – установить эти значения вручную и затем нажать **accept edit value**. Далее нажать кнопку **Calculate** чтобы скорректировать позицию пика относительно маркера. Провести эту операцию несколько раз.

Примите результаты калибровки нажатием кнопки **Accept** и закройте окно.

6.6.3 Проверка энергетического разрешения (в эВ)

Поместите образец с высокой массовой долей серебра, например ГСО 8758-2006 (массовая доля серебра 79,87 %). Управляя параметрами трубки установите значения напряжение на трубке 40 кВ для модификации M1 ORA, 40 кВ для модификации M1 MISTRAL с пропорциональным счетчиком, 50 кВ для модификации M1 MISTRAL

с SDD детектором, 1 мА. Энергетическое разрешение должно быть не хуже чем указанное в таблице.

Детектор	Пропорциональный счетчик	Кремниевый-дрейфовый (SDD)
Разрешение на линии Mn Ka, кэВ	940	140

6.6.4 Проверка относительной погрешности

Поместите образец с высокой массовой долей драгоценных металлов, например ГСО 8758-2006 (массовая доля серебра 79,87 %, массовая доля золота 10,05 %), или ГСО 8762-2006 (массовая доля серебра 5,07 %, массовая доля золота 89,91%) . Запустите программу XSpec. Подождите когда температурный режим прибора стабилизируется (15 минут). Поместите образец. Позиционируйте его с помощью вкладки Video. Выберите соответствующую «задачу». Начните измерения.

погрешность σ можно определить самостоятельно по формуле:

$$\sigma = (x_{\text{ср}} - x_{\text{ат}}) * 100\% / x_{\text{ат}}, \quad (1)$$

где: $x_{\text{ср}}$ - среднее значение измеренной концентрации определяемого элемента, вычисляется по формуле:

$$x_{\text{ср}} = (\sum x_i) / i; \quad (2)$$

$x_{\text{ат}}$ - аттестованное значение концентрации определяемого элемента.

Для определения относительной погрешности проводите по 3 измерения для каждого образца.

Используйте следующие образцы:

- для элементов с содержанием менее 2% используйте стандартные образцы ГСО 8754-2006или 8755-2006;
- для элементов с содержанием от 2 до 40 % используйте стандартные образцы ГСО 8756-2006, 8757-2006;
- для элементов с содержанием от 40 до 100% используйте стандартные любой из нижеперечисленных образцов ГСО 8759-2006, 8760-2006, 8761-2006, 8762-2006, 8763-2006.

Относительная погрешность определения должна быть не хуже чем:

- для элементов с содержанием менее 2% погрешность - 10%;

- для элементов с содержанием от 2 до 40 % - 0,5%;
- для элементов с содержанием от 40 до 100% - 0,2%;

7 ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

Запустите программу Xspect.

Во вкладке «Свидетельство» проверьте соответствие программного обеспечения тому, что было зафиксировано при испытаниях в целях утверждения типа и приведено в эксплуатационной документации.

8 РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

8.1 При проведении поверки составляется протокол результатов измерений. Форма протокола приведена в Приложении А.

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

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

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

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

Протокол № _____ поверки спектрометра микрорентгенофлуоресцентного

Тип спектрометра М1 MISTRAL

Изготовитель Bruker Nano GmbH, Германия

Год изготовления _____

Порядков номер по системе нумерации предприятия
изготовителя _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °С;

атмосферное давление _____ кПа;

относительная влажность _____ %.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1 Результаты внешнего осмотра _____

2 Результаты проверки сопротивления изоляции _____

3 Результаты проверки эл. прочности изоляции _____

4 Результаты проверки мощности эквивалентной дозы излучения _____

5 Определение метрологических характеристик.

5.1 Результаты определения энергетического разрешения

Метрологическая характеристика	Значение характеристики, эВ	
	По техническим характеристикам	Измеренное
Энергетическое разрешение		

5.2 Результаты проверки относительной погрешности измерений

Содержание элементов в стандартном образце	Относительная погрешность, % отн.	
	По техническим характеристикам	Измеренное
Менее 2%		
От 2 до 40 %		
От 40 до 100 %		

Спектрометр микрорентгенофлуоресцентный **М1 MISTRAL** по результатам поверки признан годным к эксплуатации.

Поверитель _____

И.О. Фамилия