

Настоящая методика, поверки распространяется на спектрометры рентгенофлуоресцентные М4 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 2947П ... 2951-90П, ГСО3038-93П ... 3046-93П, ГСО 9463-2009.

по Каталогу СО, ЗАО «Институт стандартных образцов», Екатеринбург, 2011

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, изло-

женным в руководстве по эксплуатации.

3.3 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. Гидрометеоиздат.2001 г.

3.2 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 М1101 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 50 кВ. Прибор находится в закрытом состоянии. Прибор считается выдержавшим испытание, если мощность эквивалентной дозы излучения на расстоянии 1 м и на расстоянии 0,1 м сзади 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.

Для настройки параметров трубки нажмите на «треугольник» рядом с надписью **XRay Tube 1** в области отображающей состояние прибора. Затем в новом окне **configuration XRay tube** установите необходимые параметры трубки: напряжение, ток, фильтр. Нажмите **Ok**.

Установите 50 кВ, 600 мкА, сравните максимальную скорость для данного режима работы – она должна составлять не менее 300 000 отч./с

6.6.2 Калибровка по энергиям

Для это нужно выполнить **System-Spectrometer**, затем позиционировать образец (т.е. найти его с помощью видеокамеры и установить перекрестье в центр), установить «галочки» для всех диапазонов энергий с которыми мы собираемся работать и всех скоростей счета с которыми мы собираемся работать. Далее выполнить **Start**. После окончания процедуры сохранить новые установки.

6.6.3 Проверка энергетического разрешения (в эВ)

Установите в качестве образца Mn. Управляя параметрами трубки добейтесь того, чтобы количество отсчетов составляло ~ 1000 отсч./с. В том же программном окне, что и в п.6.6.2. (**System-spectrometer**) выберите в качестве анализируемого элемента в таблице Менделеева Mn затем нажмите **Test**. Запишите результаты. Разрешение не должно превышать 145 (+/-5%) эВ.

6.6.4 Проверка относительной погрешности

Используйте образцы ГСО 2947-90П ... 2951-90П, ГСО 3038-93П ... 3046-93П, ГСО 9463-2009. Поместите образец в камеру образца. Позиционируйте образец по центру. Используйте метод **PB-ZAF** – для этого дважды кликните на название используемого метода под кнопкой **Quantify** в появившемся окне для загрузки методов загрузите метод (например **Automatic PB-ZAF**). Нажмите **Acquire** для накопления спектра, а затем, по окончании накопления нажмите **Quantify**. Полученные результаты можно увидеть, дважды кликнув на строчку соответствующую данному спектру, под окном спектров. В появившемся окне **Spectrum properties** выбрать вкладку **Results**. В данной вкладке будут приведены значения погрешности. Также погрешность σ можно определить самостоятельно по формуле:

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

где: x_{cp} - среднее значение измеренной концентрации определяемого элемента, вычисляется по формуле:

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

$x_{ат}$ - 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 2947-90П ... 2951-90П.
- для элементов с содержанием от 2 до 40 % используйте стандартные образцы ГСО3038-93П ... 3046-93П.
- для элементов с содержанием от 40 до 100% используйте стандартные образцы ГСО 9463-2009.

Относительная погрешность определения должна быть не хуже чем:

- для элементов с содержанием менее 2% погрешность - 30%;
- для элементов с содержанием от 2 до 40 % - 5%;
- для элементов с содержанием от 40 до 100% - 1%;

7 ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

Запустите программу M4 TORNADO.

Во вкладке «Свидетельство» проверьте соответствие программного обеспечения тому, что было зафиксировано при испытаниях в целях утверждения типа и 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 допускаются и на них выдается извещение о непригодности.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

Протокол № _____ поверки спектрометра микрорентгенофлуоресцентного

Тип спектрометра М4 Tornado

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 **М4 Tornado** по результатам поверки признан годным к эксплуатации.

Поверитель _____

И.О. Фамилия