



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РЕГИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР СТАНДАРТИЗАЦИИ,
МЕТРОЛОГИИ И ИСПЫТАНИЙ В Г. МОСКВЕ И МОСКОВСКОЙ ОБЛАСТИ»
(ФБУ «РОСТЕСТ-МОСКВА»)**

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель генерального директора

ФБУ «Ростест-Москва»

А.Д. Меньшиков



«14» сентября 2020 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**СПЕКТРОМЕТРЫ РЕНТГЕНОВСКИЕ ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННЫЕ
ARL QUANT'X**

Методика поверки

РТ-МП-7547-448-2020

г. Москва
2020 г.

1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры рентгеновские энергодисперсионные ARL QUANT'X, (далее – спектрометры), изготовленные Thermo Fisher Scientific (Ecublens) S.A.R.L., производственная площадка:

- Thermo Fisher Scientific Brno s.r.o., Чешская Республика, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок. Интервал между поверками 1 год.

2 Операции поверки

2.1. При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	№ пункта документа по поверке	Обязательность проведения операции при поверке	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	6.1	да	Да
Опробование и проверка идентификационных данных ПО	6.2	да	Да
Определение чувствительности по линии хрома и относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала (ОСКО)	6.3	да	Да

2.2 При получении отрицательного результата в процессе выполнения любой из операций поверки спектрометр признают непригодным и его поверку прекращают.

3. Средства поверки

3.1. При проведении поверки спектрометров применяются следующие средства поверки:

- стандартные образцы сталей углеродистых и легированных типов 13X, 55C2, 05кп, 38X2MЮА, 60C2, 38X2H2МА, 36X2H2МФА, 30XH2МФА, Св-08ХГ2С, 30 и В2Ф (комплект ИСО УГ0к- ИСО УГ9к), (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде ГСО 10504-2014);

- прибор комбинированный Testo-622 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 44744-10).

3.2. Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого спектрометра с требуемой точностью.

4. Требования безопасности

При проведении поверки спектрометров должны соблюдаться требования безопасности согласно эксплуатационной документации, а также правила техники безопасности, принятые на предприятии, эксплуатирующем спектрометр.

Для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие операторов, обслуживающих спектрометры (под контролем поверителя).

5 Условия поверки

5.1 Поверка спектрометра должна производиться при следующих условиях:

- температура окружающей среды от +15 до +30 °С;
- относительная влажность, не более 80 %.

5.2 Не допускается попадание на спектрометр прямых солнечных лучей.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- комплектность прибора;
- отсутствие механических повреждений корпуса и органов управления;
- наличие маркировки (наименование или товарный знак завода-изготовителя, тип и заводской номер).

6.2 Опробование и проверка идентификационных данных ПО

6.2.1 Для опробования спектрометр включить и подготовить к работе в соответствии с указаниями Руководства по эксплуатации.

При опробовании должно быть установлено:

- работоспособность спектрометра;
- энергетическое разрешение прибора.

Для определения энергетического разрешения прибора провести измерение стандартного образца меди, идущего в комплекте с прибором.

Запустить модуль "Acquisition Manager"(Рис.1).



Рисунок 1 – Ярлык запуска модуля "Acquisition Manager".

В открывшемся окне нажать "File – New – Qualitative Tray List" (Рис. 2).

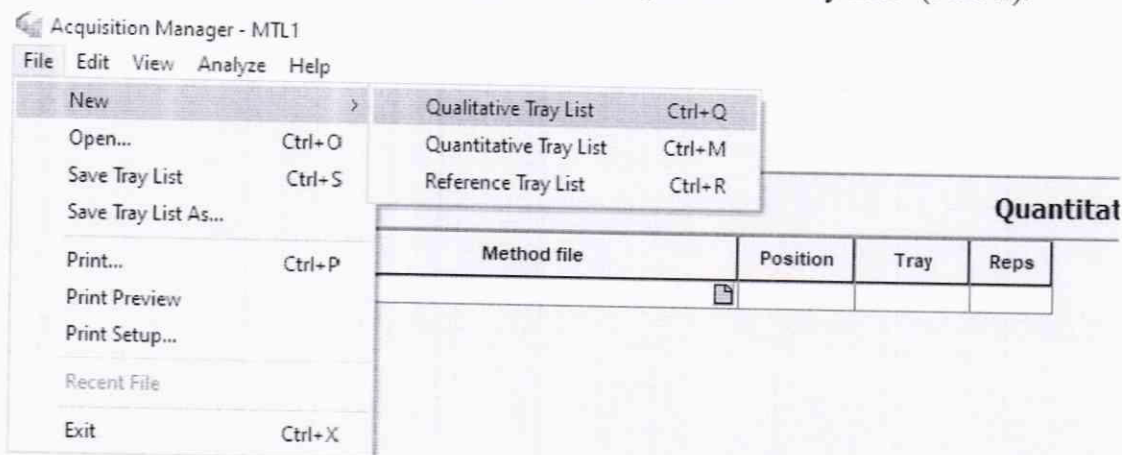


Рисунок 2 – Окно создания файла Qualitative Tray List.

На панели команд в верхней части окна нажать "Analyze – Energy adjustment" (Рис. 3), после чего запустить тест.

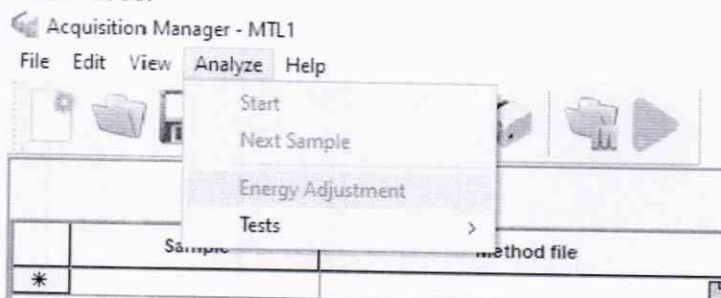


Рисунок 3 – Окно старта процедуры Energy Adjustment.

В отчете по завершению теста найти строку "Peak FWHM", значение напротив – энергетическое разрешение (Рис. 4).

Fine Gain Adjustment Report

Thermo Fisher Scientific, Inc.

WinTrace 10.3 (Build 159) Adjustment performed: 2/19/2020 9:41:55 AM

Conditions

Voltage (kV): 30
Filter: Pd Thick

Energy of Line (keV): 8.041

	Value	Value
Initial Fine Gain Setting:	28141	28139
Final Fine Gain Setting:	28141	28139
Time Constant (ns):	1000	600
Error (eV):	0.9	0.8
Uncertainty (eV):	1.48	0.94
Peak FWHM (eV):	157.6	158.0
Zero Peak FWHM (eV):	53.1	51.1
Peak Count Rate (cps/mA):	688597.37	523927.60
Live Time (s):	2.00	5.00
Tube Current (mA):	0.38	0.50

Рисунок 4 – Вид отчета по процедуре Energy Adjustment.

Результат опробования считается положительным, если измерения выполняются без сбоев, энергетическое разрешение по линии меди не превышает 170 эВ.

6.2.2 Проверить идентификационное наименование программного обеспечения и номер версии ПО при включении спектрометра.

Результат считается положительным, если наименование ПО и номер версии соответствуют данным, приведенным в описании типа средства измерений.

6.3 Определение чувствительности измерений по линии хрома и относительного среднеквадратического отклонения (ОСКО) выходного сигнала.

6.3.1 Установить в одну из ячеек податчика образцов спектрометра стандартный образец из комплекта ГСО (с содержанием массовой доли хрома от 0,7 до 4,0 %), указанных в таблице 1.

6.3.2 Создать аналитическую программу (метод) интенсивности на линиях Cr K α с условиями измерений, указанными в таблице 2.

Таблица 2- Условия измерений

Параметр	Значение параметра
U, кВ	12
I, mA	0,2
Фильтр	Al
Мертвое время, %	(Автоматический режим)
Время регистрации, с	100
Среда анализа	Воздух

6.3.3 Для создания аналитической программы следует запустить модуль "Method Explorer" (Рис. 5).



Рисунок 5 – Ярлык запуска "Method Explorer".

Выбрать команды "File – Settings"(Рис. 6).

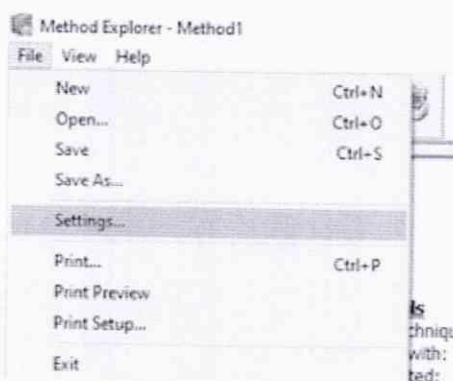


Рисунок 6 – Выбор установки параметров.

В открывшемся окне "Method Settings" на закладке "Analysis" в разделе "Technique" выбрать "Intensities Only" (Рис. 7).

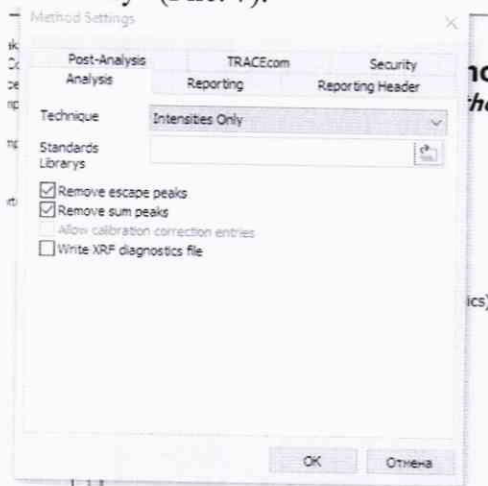


Рисунок 7 – Выбор установок для метода.

Нажать кнопку "ОК".

В разделе "Analytes and Conditions" в нижней части белого цвета нажать правой кнопкой мыши и выбрать "Add – Low Zc" (Рис. 8).

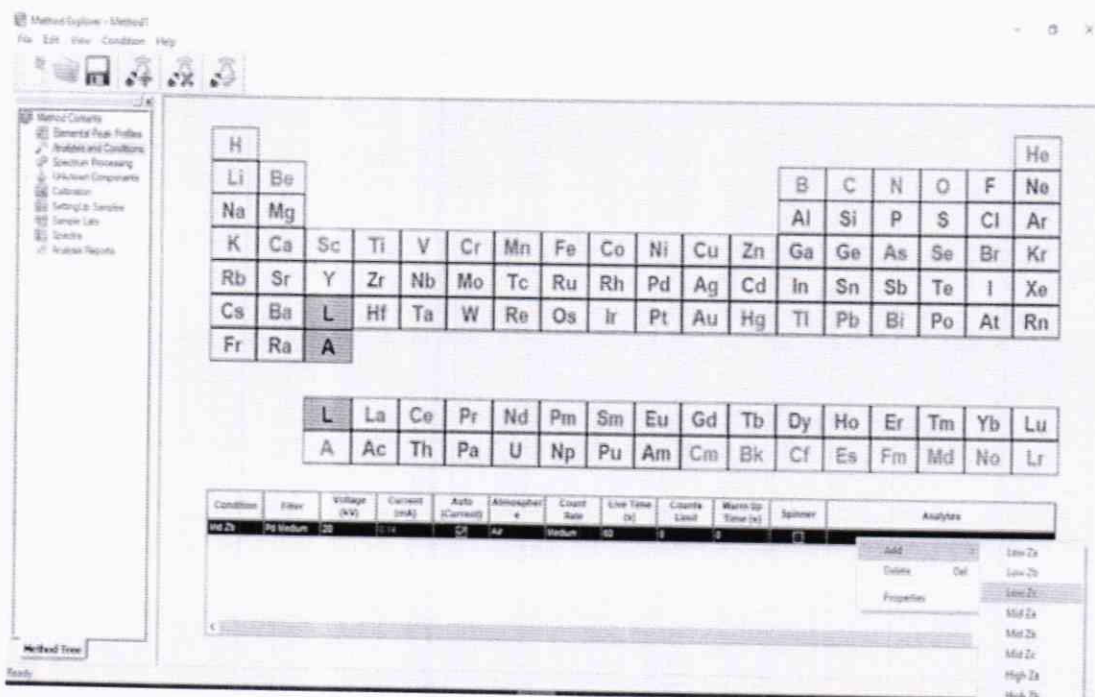


Рисунок 8 – Выбор условий измерения.

Два раза щелкнуть на добавившейся в нижней части строке "Low Zc Aluminium 12 kV Air" (Рис. 9).

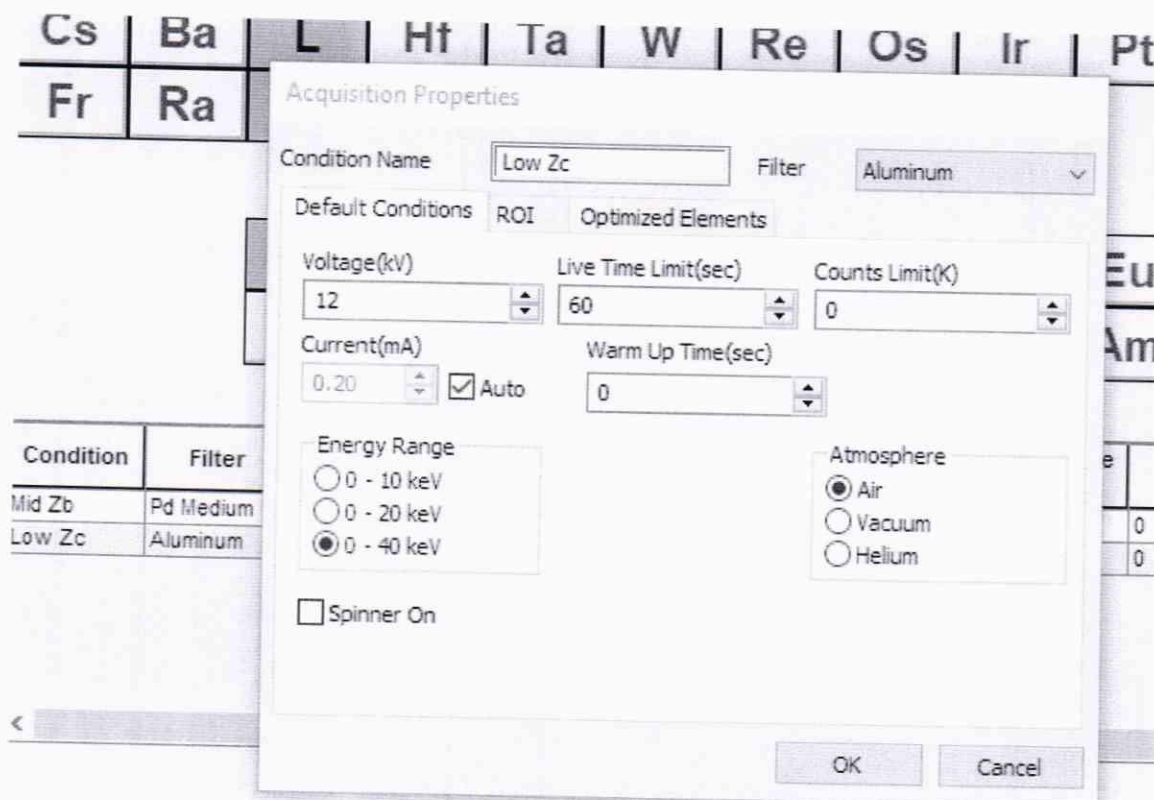


Рисунок 9 – Изменение условий измерения.

В появившемся окне указать необходимые условия измерения, нажать "ОК". Выбрать Cr в таблице элементов (верхняя часть окна) (Рис. 10).

Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni
Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd
L	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt
A							

Рисунок 10 – Выбор измеряемых элементов.

После этого все строки с условиями измерений, кроме созданной "Low Zc Aluminium 12 kV Air Low 100 sec Cr" удалить (щелчок правой кнопкой мыши – пункт "Delete" появляющегося меню) (Рис.11).

Condition	Filter	Voltage (kV)	Current (mA)	Auto (Current)	Atmosphere	Count Rate	Live Time (s)	Counts Limit	Warm Up Time (s)	Spinner	Analytes
Mid Zc	Pd Medium	20	0.14	<input checked="" type="checkbox"/>	Air	Medium	60	0	0		
Low Zc	Aluminum	12	0.20	<input checked="" type="checkbox"/>	Air	Medium	60	0	0		

Рисунок 11 – Удаление лишнего условия.

Сохранить файл метода, нажав "File → Save As...".

6.3.4 Провести 10 измерений скоростей счёта на линии Cr K α . Для этого запустить "Acquisition Manager" (Рис. 12)



Рисунок 12 – Ярлык запуска "Acquisition Manager".

Выбрать команды "File – New – Quantitative Tray List" (рис.13).

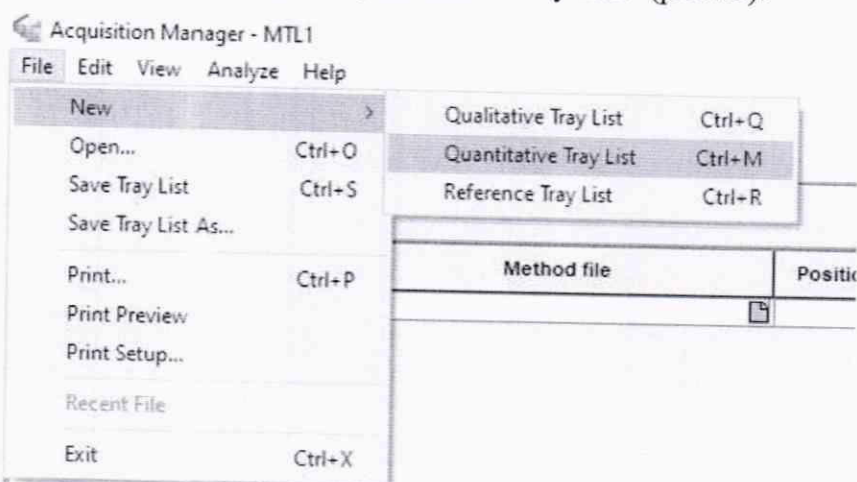


Рисунок 13 – Окно запуска измерений по методу для проверки.

В появившемся окне указать имя образца, выбрать в столбце "Method file" файл с подготовленным в п. 6.3.2 методом, указать в столбце "Position" (при необходимости) положение образца, номер лотка с образцами (столбец "Tray") оставить неизменным ("1") и дополнительно указать в столбце "Reps" число повторов измерений – 10.

Нажать "Enter" на клавиатуре или левой кнопкой мыши на серый фон окна ПО, нажать сверху зеленую кнопку "GO".

Дождаться окончания измерений, из окна результатов измерений снять среднее значение чувствительности $N_{\text{ср}}$ (имп/с·мА⁻¹) и ОСКО выходного сигнала.

6.3.5 Рассчитать чувствительность S ((имп/с·мА⁻¹)/%) по формуле

$$S = N_{\text{ср}}/C,$$

где $N_{\text{ср}}$ - среднее значение чувствительности на аналитической линии (Ст $K\alpha$), имп/с·мА⁻¹;
 C – содержание массовой доли хрома в стандартном образце, % м.д.

6.3.6 Спектрометр считается прошедшим поверку по п. 6.3, если значение чувствительности не менее 6000 (имп/с·мА⁻¹)/%, значение относительного среднеквадратического отклонения (ОСКО) выходного сигнала не превышает 1,0 %.

7 Оформление результатов поверки

7.1 Результаты поверки оформляются в соответствии с действующим законодательством.

Начальник лаборатории №448
ФБУ «Ростест – Москва»



А.Г. Дубинчик

Инженер по метрологии
II категории лаб. 448
ФБУ «Ростест – Москва»



М. С. Петрунин