Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева» ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева



Государственная система обеспечения единства измерений

Спектрометры рентгеновские энергодисперсионные

ARL Quant'X

Методика поверки МП 242-2067-2016

> Руководитель НИО Государственных эталонов в области физико-химических измерений ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

Л.А.Конопелько

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

М.А.Мешалкин

Санкт-Петербург 2016 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры рентгеновские энергодисперсионные ARL Quant'X и устанавливает методы и средства их первичной поверки до ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Действие данной методики распространяется на ранее изготовленные спектрометры. Интервал между поверками - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

		Номер	Обязатель	ность
N⁰	Наименование операций	пункта	проведе	ния
п/п		методи	периодическая	первичная
		ки	поверка	поверка
1.	Внешний осмотр	6.1	да	да
2.	Опробование	6.2	да	да
3.	Проверка соответствия ПО	6.3	да	да
4.	Определение метрологических характеристик	6.4	да	да

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

N₂	Номер	Наименование, тип, марка эталонного	Номер ГСО, ГОСТ, ТУ или основные
п/п	пункта	средства измерений или	технические и (или) метрологические
	MΠ	вспомогательного средства поверки.	характеристики
	6.4	Стандартный образец сталей углеродистых и легированных	ГСО 10504-2014 (индекс УГЗк)
	4.1	Термогигрометр электронный (любого типа, зарегистрированный в Федеральном информационном фонде по ОЕИ)	Диапазон измерений отн. влажности от 10 до 100 %; абс. погрешность не более 3,0 % Диапазон измерений температуры от +10 до +40 °C; абс. погрешность не более 0,5 °C.
	4.1	Барометр-анероид М-110	ТУ 25.04-1799-75 (зарегистрирован под №3745-73 в Федеральном информационном фонде по ОЕИ)

Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых спектрометров с требуемой точностью.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации на спектрометры.

3.2. К проведению измерений при поверке допускаются лица, изучившие методику поверки и руководство по эксплуатации спектрометра и имеющие удостоверение поверителя. Для получения данных по поверке допускается участие операторов, обслуживающих прибор (под контролем поверителя).

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

 4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

 диапазон температуры окружающей среды
 (20 ± 5) °C;

 диапазон атмосферного давления
 от 84 до 106,7 кПа;

 диапазон относительной влажности воздуха
 не более 80 %;

 напряжение питания
 (220⁺²²-33) B;

 частота питания переменного тока
 (50 ± 1) Гц.

 Напряжение линии должно быть устойчивым и свободным от скачков.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Прогреть спектрометр не менее двух часов.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра проверяют: - отсутствие механических повреждений корпуса; -четкость маркировки.

6.2. Опробование

6.2.1. Опробование прибора происходит в автоматическом режиме.

6.2.2. Включить питание прибора. После включения питания происходит автоматическое тестирование прибора. В случае успешного прохождения тестирования на дисплее появляется стандартное окно программного обеспечения спектрометра. В случае если прибор не прошел тестирование, на дисплее появляется сообщение об ошибке.

6.3. Проверка соответствия программного обеспечения

6.3.1. При проверке соответствия программного обеспечения проводится проверка номера версии. Для вывода номера версии на дисплей использовать команды Help⇒About.

Спектрометр считается выдержавшим поверку по п. 6.3, если версия ПО не ниже 4.1. Версия ПО может иметь дополнительные буквенные или цифровые суффиксы.

6.4. Определение метрологических характеристик

6.4.1. Определение чувствительности и относительного СКО выходного сигнала.

6.4.1.1. Установить стандартный образец в отделение для образцов (см. Рис. 1) на позицию 1 автоматического магазина пробоподачи (показан пример магазина на 10 образцов) и закрыть крышку измерительной камеры. В случае, если используется прибор без автоматического пробоподатчика, установить образец на единственную позицию.

Создать аналитическую программу измерений скорости счета на линии Cr Ka со следующими условиями измерений:

U, kV	12
I, mA	0,02 (Автоматический режим)
Фильтр	Al
Мертвое время, %	24 (Автоматический режим)
Время регистрации, с	100
Среда анализа	Вакуум (если прибор оборудован вакуумным насосом)



Рисунок 1 - Установка образца для измерений.

Для создания аналитической программы следует запустить модуль «Method Explorer»



(значок Explorer на рабочем столе). В открывшемся окне (Рис. 2)



Рисунок 2- Окно модуля «Method Explorer».

необходимо последовательно выполнить следующие действия:

6.4.1.1.1 Выбрать «File-Settings» в верхней части открывшегося окна выбрать «Intensities Only»

indifere i cominque					;	Stand	ards I	Librar	y								
ntensities Only		a di cat		Niewie	•	C:\U	sers/v	v.dya	chen	ko\q	uant	X\M	etodik	ki\Ch	ugu	George	North State
Report Generation		1915 N.C. 194													i faid d		
Analyte order As sel	ected		e satri	antika	<u> </u>	Co	ncen	tratio	ns								and and
	-				[De	ensity	1									
Peak Intensities Background Intensities	ties	C	ps/m4		-	Concentrations (Normalized) Uncertainty									Station of		
Output to file					Ī	Output to printer											
File name:			100 - 100 - 100 - 100 - 100 - 100 - 100 - 100 - 100 - 100 - 100 - 100 - 100 - 100 - 100 - 100 - 100 - 100 - 100							(9)	N						APPENDING THE
Enable Security						Autor	natic	ally s	ave A	analys	sis D	ata				-	
Password					Ji	Save spectra to disk											
Confirm Password					Allow drift correction entries									ALC: NO.			
Bun program after a	analusis –	_							11.5	1.1.1			28.030 n/2			-	Sile card
Method Explorer - Method I * File Edit View Condition Window 다 강 교 2 등 문 문 환자 등 55	Help 7 - R																
KO Method Contents													e Para		-		He
Method Contents O Elemental Post: Profiles Zi Analytes and Conditions Spectrum Processing	Н	A COMPANY OF THE OWNER OF										B	C	N	0	F	Ne
Hethod Contents Demonial Post Profiles Zi Analytes and Conditione Spectrum Rocessing Unknown Components Gill Calibration Sample Lists	H	Be										A RECORD AND A RECORD	1020 10100	and Distant	C	CI	٨٢
Heritod Contents Determinal Post-Protes Zavista and Contents Spectrum Pocessing Winnom Comparents Determinal Standa Luis Spects Spects Analysis Reports Analysis Reports	H Li Na K	Be Mg Ca S	Sc T	i V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	SI Ge	P As	S Se	CI Br	Ar Kr
Method Contents Elemonia Post Profiles ZAvides and Condition Secture Rocesting Winnom Consorteds Classication Sanda Lida Secta Sanda Lida	H Li Na K Rb	Be Mg Ca S Sr	Sc T Y Z	i V r Nb	<u>Cr</u> Mo	Mn Tc	Fe Ru	Co Rh	Ni Pd	Cu Ag	Zn Cd	Ga In	Ge Sn	P As Sb	S Se Te	CI Br I	Ar Kr Xe
Method Contents C Elemental Post Profes Secture And Conditions Secture Rocesting C Calculation Sector Sector Sector Sector Sector C Sector C Sector	H Li Na K Rb Cs	Be Mg Ca S Sr Ba	Sc T Y Z L H	i V r Nb f Ta	Cr Mo W	Mn Tc Re	Fe Ru Os	Co Rh Ir	Ni Pd Pt	Cu Ag Au	Zn Cd Hg	Ga In TI	Si Ge Sn Pb	P As Sb Bi	S Se Te Po	CI Br I At	Ar Kr Xe Rn
Minitod Contents C Eterrorid Pack Police Secture Rocksing C Calcular C Calcular Secture Rocksing C Calcular Sectors Sectors C Sectors C Sectors	H Li Na K Rb Cs Fr	Be Mg Ca S Sr S Ba Ra	Sc T Y Z L H A	i V r NE f Ta	Cr Mo W	Mn Tc Re	Fe Ru Os	Co Rh Ir	Ni Pd Pt	Cu Ag Au	Zn Cd Hg	AI Ga In TI	Si Ge Sn Pb	P As Sb Bi	S Se Te Po	CI Br I At	Ar Kr Xe Rn
 Method Contents Elemental Post-Prodes Spectrum Rocesting Unincom Consomerits Caluation Sande Litis Spectra Spectra Andysis Reports 	H Li Na K Rb Cs Fr	Be Mg Ca S Sr Ba Ra	Sc T Y Z L H A	í V r Nb f Ta	Cr Mo W	Mn Tc Re	Fe Ru Os Pm	Co Rh Ir Sm	Ni Pd Pt Eu	Cu Ag Au Gd	Zn Cd Hg Tb	AI Ga In TI Dy	SI Ge Sn Pb Ho	P As Sb Bi Er	S Se Te Po Tm	CI Br I At Yb	Ar Kr Xe Rn
 Method Contents Etomotal Posk-Police Specture Mocessing Unknown Components Calbration Specture Liss Spects Analysis Reports 	H Li Na K Rb Cs Fr	Be Mg Ca S Sr Ba Ra	Sc T Y Z L H A L L A A	i V r Nb f Ta a Ce c Th	Cr Mo W Pr	Mn Tc Re Nd	Fe Ru Os Pm Np	Co Rh Ir Sm Pu	Ni Pd Pt Eu Am	Cu Ag Au Gd Cm	Zn Cd Hg Tb	AI Ga In TI Dy Cf	SI Ge Sn Pb Ho Es	P As Sb Bi Er Fm	S Se Te Po Tm Md	CI Br I At Yb No	Ar Kr Xe Rn Lu
 Heritod Contents Elomania Post-Protes Spectrum Rocesting Univorm Components Calculation Sande Litis Spectra Analysis Reports 	H Li Na K Rb Cs Fr	Be Mg Ca S Sr Ba Ra	Sc T Y Z L H A L L A A	i V r Nh f Ta a Ce c Th	Cr Mo W Pr Pa	Mn Tc Re Nd U	Fe Ru Os Pm Np	Co Rh Ir Sm Pu	Ni Pd Pt Eu Am	Cu Ag Au Gd Cm	Zn Cd Hg Tb Bk	AI Ga In TI Dy Cf	SI Ge Sn Pb Ho Es	P As Sb Bi Er Fm	S Se Te Po Tm Md	CI Br I At Yb No	Ar Kr Xe Rn Lu
Method Contentia D Eterminal Pool Prodeco 2 Methods and Contentin 5 Spacture Processing 2 Unitrom Conconcents 9 Catched 5 Spectra Las 9 Spectra Las	H Li Na K Rb Cs Fr	Be Mg Ca S Sr Ba Ra Ra	Y Z L H A L L A A	í V r Nb f Ta a Ce c Th	Cr Mo W Pr Pa	Mn Tc Re Nd U	Fe Ru Os Pm Np	Co Rh Ir Sm Pu	Ni Pd Pt Eu Am	Cu Ag Au Gd Cm	Zn Cd Hg Tb Bk	AI Ga In TI Dy Cf	SI Ge Sn Pb Ho Es	P As Sb Bi Er Fm	S Se Po Tm Md	CI Br I At Yb No	Ar Kr Xe Rn Lu
Hethod Contants C Economic and Post Prodes Sector Rooking Universe Condenses C Calculation C Calculation C Specta Sopera Managive Reports Managive Reports	H Li Na K Rb Cs Fr	Be Mg Ca S Sr Ba Ra Ra	Sc T Y Z L H A L L A A	i V r Nb f Ta a Ce c Th sphere Co He Properties	Cr Mo W Pr Pa	Mn Tc Re Nd U	Fe Ru Os Pm Np alytes	Co Rh Ir Sm Pu	Ni Pd Pt Eu Am	Cu Ag Au Gd Cm	Zn Cd Hg Tb Bk	AI Ga In TI Dy Cf	SI Ge Sn Pb Ho Es	P As Sb Bi Er Fm	S Se Po Tm Md	CI Br I At Yb No	Ar Kr Xe Rn Lu Lr
 Method Contarna Elementad Post Proles Spectum Rocksing Universe Concentration Spectum Rocksing Universe Concentration Specta Specta Andyris Reports 	H Li Na K Rb Cs Fr	Be Mg Ca S Sr Ba Ra Ra	Sc T Y Z L H A A A A Solity Ar	i V r NE f Ta a Ce c Th sphere I Co He Co He Co He Co He Co He Co He Co He Co He Co He Co He Co He Co He Co He Co He Co He Co He Co He He Co Co He Co He Co He Co Co Co Co Co Co Co Co Co Co Co Co Co	Cr Mo W Pr Pa Pa	Mn Tc Re Nd U U	Fe Ru Os Pm Np Mp dytes	Co Rh Ir Sm Pu	Ni Pd Pt Eu Am	Cu Ag Au Gd Cm	Zn Cd Hg Tb Bk	AI Ga In TI Dy Cf	Si Ge Sn Pb Ho Es	P As Sb Bi Er Fm	S Se Te Po Tm Md	CI Br I At Yb No	Ar Kr Xe Rn Lu Lr
Method Contents C Elomatoria Posk-Police 2 Analysis and Conditions 3 Spectrum Rocessing 3 Univono Concomponents C Calculation C Specta 3 Spectra 3 Spectra 3 Analysis Reports 4	H Li Na K Rb Cs Fr	Be Mg Ca S Sr Ba Ra Ra	SC TY Z Y Z H H A A Char A A A A A A A A	i V r Nbb f Ta a Ce c Th Ma Properties C C Ma Properties C C Ma C Ma C C Ma C C C C C C C C C C	Cr Mo W V Pr Pa Pa II	Mn Tc Re Nd U	Fe Ru Os Pm Np alytes alytes alytes	Co Rh Ir Pu	Ni Pd Pt Eu Am	Cu Ag Au Gd Cm	Zn Cd Hg Tb Bk	AI Ga In TI Dy Cf	SI Ge Sn Pb Ho Es	P As Sb Bi Er Fm	S Se Te Po Tm Md	CI Br I At	A K X R

Рисунок 3 - Подраздел «Analytes and Conditions».

следует щелкнуть на белом поле аналитческих условий правой кнопкой мыши и выбрать в открывшемся меню (Рис. 3) пункт Add → Low Zc.

6.4.1.1.2. Два раза щелкнуть на добавившейся в поле аналитических условий строке (Low Zc Aluminium 12 kV Air...). В появившемся окне указать необходимые условия измерения (см. п. 6.4.1.1) Из периодической таблицы выбрать элемент Cr. Провести 10 измерений скоростей счёта в на линии Cr Ka.

Для проведения измерений следует запустить модуль «Aquisition Manager» (значок



Acquisition

Manager на рабочем столе).

Если открывшееся окно представляет собой пустой файл для качественных измерений («Qualitative Tray List», Рис. 4), то следует открыть новый пустой файл для количественных измерений («Quantitative Tray List», Рис. 5). Для этого необходимой выбрать в меню пункт File, затем New.



Рисунок 4 - вид окна с пустым файлом для качественных измерений («Quantitative Tray List»).



Рисунок 5- Вид окна с пустым файлом для количественных измерений («Quantitative Tray List»).

В появившемся окне следует указать имя образца (столбец «Sample», значение «UG_3k»), выбрать в столбце «Method file» файл с подготовленным в п. 6.4.1.1 методом (например, «Poverka.MTH»), указать в столбце «Position» (при необходимости) положение образца («1» при установке образца в позицию №1), номер лотка с образцами (столбец «Tray») оставить неизменным («1») и дополнительно указать в столбце «Reps» число повторов измерений – 10.

В конце необходимо перевести курсор на чистую вторую (нижнюю) строку для того, чтобы программа обработала введенные данные и активизировала возможность измерений. Когда измерения становятся возможными активируется зеленая кнопка «GO» (отмечена стрелкой на Рис. 6). Общий вид окна для готовой к измерениям программе показан на Рис. 6.

	Q	uanti	tative Tra	y List		
Sample	Method file		Position	Tray	Reps	
UG_3i	C: UQed/User/Methods/Poverka.MTH	0	1	1	10	
1			and the second	- States	THE N	
	Maria - Carlos Andrea					a state of the second
				Strayindrik State		And the second state of the second second second
	the set of the set of a set of					and the second
	a series and free the series					
and Training	and an are provide the second					entre para in region de
						a substantia a substa
						A CONTRACT OF A
						A state of the second stat

Рисунок 6- Готовая к измерениям программа.

Для запуска измерений нажмите 1 раз кнопку «GO» (см. Рис. 6). Окно изменит свой вид и после вакуумирования аналитического объема начнется регистрация спектров (Рис. 7).

2 Acqu	uisition Manager	MTL1 *	7.46日 日本学校的教育		a standard and a set		Contraction (1986)	AN AND SHOULD AND SHOULD BE	_101×1
Ele Ed	It yew Analyze	Spectrum Help		States and the second	and the second second				
		9888		• 1 net \$ 1	(+ + E Iss	8			
12 0.02 Filter:	kV mA (Auto) Aluminum	Cursor = 0 Counts = 0	01 ke¥	nt Ziran				- Alebia	dia nan () An, pas
-									
									 H
									等于 计分数程
1	n Faith an A		anti-ta da					and a constrainty	
								rinden albeida	west State
									1 Stand Strategy
0.00 ki	eV Count Count	s 197 s Limit O	242 Live Tim Live Tim	ie (s) 29 ie Limit 100	Dead Time	27%			40.96 keV Scale = 32K
Ready			Anti-Anti-Anti-Anti-Anti-Anti-Anti-Anti-	Acquisition started			The state of the second		

Рисунок 7- Окно со спектром образца (измерения выполняются).

В конце измерений программа автоматически выведет на экран полученные значения интенсивностей для всех 10 измерений («Peak, cps/mA», Puc. 8).

	9 6 19	m @ %			and the second
Conditions					
ow Ze					
Voltage	1:	2 kV	Current	Auto	
Livetime	10	0 seconds	Counts Limit	0	
Filter Maximum Er	Al Al	uminum	Atmosphere Court Pate	Vacuum	
Warmup tim	ie O	seconds	Count Nate	Low	
esults					
Element	Condition	Peak (cps/mA)	Background (cps/mA)		
Cr Ka	Low Zc	2765	384		
G 31 02					
Cr Ka	Low Zc	2701	371		
G_3i 03					
Cr Ka	Low Zc	2834	315		
G 3i 04					
Cr Ka	Low Zc	2734	336		
G_3i 05					
Cr Ka	Low Zc	2810	305		

Рисунок 8 - Результаты измерений интенсивностей.

Дополнительно эти же данные в более удобном формате могут быть получены из модуля «Method Explorer» для использованного метода, подраздел «Sample Lists» (Рис. 9, выбрана необходимая серия измерений за нужную дату). В этом же окне приводятся автоматически рассчитанные значения средней интенсивности (стрелка «1», Рис. 9) и относительного стандартного отклонения (стрелка «2», Рис. 9).

dit View Results Lists Wind	low Help	and the second second					
	6 ?	and the second second	and the second second second				
	Sample List 2010	06/19 01:40					
ethod Contents	Sample List. 2010.	100/101.40		a state of the second			12.12.23
Elemental Peak Profiles	I Can March March March	atter advision the hard and	Unite	lone/md	Condition	Leon Zo	A TOWNER OF
Analytes and Conditions		and the second second	Ulaca	Ichevine	Condition	JE0W2C	Service 1
Spectrum Processing		Cr Ka	ALCONTRACTOR OF				
Unknown Components	Average	2788					
Calibration	1-Sigma	50	A Star Dela				
Sample Lists	% RSD	1.8					
- 2010/05/19 01:44	Minimum	2701					
- 2010/05/19 01:46	Maximum	2874					
	Distant State	and the second	and the second				
Spectra	UG_3i 01	2765.21					
Analysis Reports	UG_3i 02	2701.49	國家國政保護部分	Station - Barrison /			
	UG_3i 03	2834.12					
	UG_3i 04	2734.43		and the state of the second second			
	UG_3i 05	2810.28					
	UG_31 06	2770.41	State and a state of				
199	UG_3i 07	2795.98					
	UG_3i 08	2823.72					
	UG_3i 09	2873.56	And the second states and the				
	UG_3i 10	2766.07					
	A REAL PROPERTY						
			Marrie Internet and a state of the state of				
18 M	1111111111111111111111	the second high	the second states				10月 10月
				the state of the			
198			and the second s	a the start house the			
	Charles and the second	a state of the state of the		and the second s		all of the second	医脾 語 流
And Ton	Peak Intensity	Background Inten	Concentrations Non	talized Conc Thickn	ess Uncertainties	Chi-Squared Analysi	Messades

Рисунок 9- Результаты измерений в модуле «Method Explorer» (1 – среднее значений интенсивностей, 2 – относительное СКО).

6.4.1.2. Вычислить среднее арифметическое значение измеренных скоростей счёта и относительное СКО выходного сигнала (по формуле 1), используя данные, полученные в окне программы Acqustition Manager (рис. 8) или записать автоматически вычисленные значения из модуля «Method Explorer» (рис 9).

6.4.1.3. Относительное СКО выходного сигнала, выраженное в процентах, определяется на основе данных, полученных в п.6.4.1.1 и 6.4.1.2 в электронных таблицах EXCEL или по формуле:

$$S_r = \frac{\sqrt{\left[\sum_{1}^{n} (N_i - N_{cp})^2\right]/(n-1)}}{N_{cp}} \times 100,\%$$
(1)

Где: N_{cp} - среднее значение скорости счета на аналитической линии (CrKa);

N_i – скорость счета при і^{-ом} измерении;

n = 10 (число измерений).

6.4.1.4. Рассчитать чувствительность (S) по формуле:

$$S=N_{cp}/C$$

(2)

Где: N_{cp} – скорость счета (имп/с)/мА;

С – массовая доля хрома в стандартом образце.

6.4.1.5. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п.6.4.1, если:

-чувствительность не менее 2000 (имп/с)/(мА×%) для детектора PCD и не менее 6000 (имп/с)/(мА×%) для детектора SDD;

- относительное СКО выходного сигнала не более 1,0 %.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в произвольной форме.

7.2. Спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годными и на него оформляется свидетельство о поверке по форме, установленной в ПР 50.2.006.

На оборотной стороне свидетельства приводится следующая информация:

-результаты опробования и внешнего осмотра;

-результат проверки соответствия ПО;

- результаты определения метрологических характеристик;

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

7.4. Знак поверки наносится на лицевую панель спектрометра и (или) на свидетельство о поверке.