



УТВЕРЖДАЮ
Директор ВНИИОФИ
 В.С. Иванов
" 28 " 02 2001 г.



АНАЛИЗАТОР МНОГОКАНАЛЬНЫЙ АТОМНО-ЭМИССИОННЫХ СПЕКТРОВ МАЭС

Методика поверки

Новосибирск
2001

Содержание

1 Общие указания.....	3
2 Операции поверки.....	3
3 Требования безопасности.....	3
4 Средства поверки	4
5 Условия поверки и подготовка к ней.....	4
6 Требования к квалификации поверителей.....	5
7 Проведение поверки	5
8 Оформление результатов поверки.....	8
Приложение А (справочное) Протокол поверки анализатора ногоканального атомно-эмиссионных спектров МАЭС.....	9

1 Общие указания

1.1 Настоящая методика устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок анализатора многоканального атомно-эмиссионных спектров МАЭС (далее - анализатор МАЭС), а также его поверки после ремонта.

1.2 Поверка анализатора МАЭС производится органами государственной службы не реже одного раза в двенадцать месяцев.

1.3 Перед проведением поверки необходимо ознакомиться с правилами работы анализатора МАЭС, описанными в ВМКО.157 РЭ, ВМКО.157 РП.

2 Операции поверки

2.1 При проведении поверки выполните операции, указанные в таблице 1.
Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики
1 Внешний осмотр	7.1
2 Опробование	7.2
3 Определение среднего квадратического отклонения выходного сигнала	7.3
4 Определение нестабильности выходного сигнала	7.4
5 Проверка рабочего спектрального диапазона анализатора МАЭС	7.5
6 Определение основной относительной погрешности измерения интенсивности спектральной линии	7.6

3 Требования безопасности

3.1 При работе с анализатором МАЭС опасным производственный фактором является напряжение 220 В, 50 Гц в силовой электрической цепи питания.

3.2 При эксплуатации анализатора МАЭС необходимо соблюдать "Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей", "Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей" и требования, установленные в ГОСТ 12.2.007.0-75.

3.3 Общие требования безопасности при проведении испытаний - по ГОСТ 12.3.019-80.

3.4 По способу защиты от поражения электрическим током блок питания анализатора МАЭС соответствует классу 1 ГОСТ 12.2.007.0-75.

4 Средства поверки

4.1 Спектрограф или квантометр (далее – спектрограф), например, ИСП-30 ГЗ4.11.050 ТУ, штатив и источник возбуждения спектров, входящие в состав физической установки атомно-эмиссионного анализа потребителя. Комплект образцов для градуировки в соответствии с ГОСТ 8.315.

4.2 Источник излучения линейчатого спектра, имеющий дрейф интенсивностей спектральных линий не более 2 % за 1 час (например, лампа полого катода ЛТ-2 Ag ОДО.337.132 ТУ, ЛСП-1 Ti ГС8.000 ТУ).

4.3 Часы.

Примечание - Допускается применять другие средства поверки с метрологическими характеристиками не хуже указанных выше.

5 Условия поверки и подготовка к ней

5.1 Поверку проводят при следующих значениях внешних воздействующих факторов:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха до 80 % при температуре 25 °С;
- атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа;
- напряжение питания 220(+22; -33) В;
- частота переменного тока (50 ± 1) Гц;
- вибрация и тряска, влияющие на работу анализатора МАЭС, отсутствуют;
- время установления рабочего режима - 30 мин;
- изменение температуры в течение поверки не должно превышать 2 °С.

5.2 Поверка проводится на месте эксплуатации анализатора МАЭС в составе физической установки атомно-эмиссионного анализа потребителя без снятия блока многоканального детектора с места его крепления к спектрографу.

5.3 Установка и подготовка анализатора МАЭС к поверке, подключение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с эксплуатационной документацией.

6 Требования к квалификации поверителей

6.1 К проведению измерений по поверке допускаются лица:

- знающие основы атомно-эмиссионного спектрального анализа;
- имеющие опыт работы со спектрографическими средствами измерений;
- изучившие Руководство по эксплуатации анализатора МАЭС и данную методику поверки;
- имеющие группу по электробезопасности не ниже II, удостоверение на право работы на электроустановках до 1000 В.

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр

7.1.1 Комплектность анализатора МАЭС должна соответствовать приведенной в эксплуатационной документации.

7.1.2 Корпуса составных частей анализатора МАЭС не должны иметь следов повреждений.

7.1.3 Соединительные элементы анализатора МАЭС должны быть надежно закреплены.

7.1.4 По результатам внешнего осмотра делается отметка в протоколе (приложение А).

7.2 Опробование

7.2.1 Перед началом поверки проводят опробование и проверяют работоспособность анализатора МАЭС.

Включить блок питания анализатора МАЭС. На передней панели блока питания должны загореться индикаторные светодиоды "+5В", "+15В" и "–15В". При включении на режим стабилизации термостата (примерно через 10 минут) загорится светодиод – индикатор подачи напряжения на термостат многоканального детектора.

Включить компьютер и запустить программу "АТОМ" в соответствии с п. 2.2.8 РЭ.

В окне **Режим измерения** установить **Экспозиция** - 250 мс, **Накоплений** - 1, **Коррекция** - выключить.

Нажатием **Зеленой стрелки** провести считывание сигнала. В окне спектров должно появиться изображение сигнала с линейки без коррекций, с амплитудой в пределах 50 %. Нажатием **Замкнутой зеленой стрелки** запустить циклическое считывание сигнала. В процессе охлаждения кристаллов фотоприемников

амплитуда сигналов с фотоячеек должна уменьшаться. Для остановки циклического считывания сигнала нажать на клавишу **Пробел** клавиатуры.

В окне **Режим измерения** установить **Коррекция \ Темновой сигнал** и **Авто Т.Т.** и запустить программу на циклическое считывание сигнала с анализатора МАЭС нажатием **Замкнутой зеленой стрелки**. Амплитуда сигнала будет несколько ниже нулевой линии. По мере выхода термостата в режим стабилизации величина сигнала со всех линеек должна иметь значение менее 1 %.

Анализатор МАЭС допускается к проведению поверки, если все результаты проверки положительны.

7.2.2 По результатам опробования делается отметка в протоколе (приложение А).

7.3 Определение среднего квадратического отклонения выходного сигнала

7.3.1 Проверка среднего квадратического отклонения выходного сигнала СКО проводится с помощью ПО "АТОМ", при закрытой входной щели спектрографа.

В окне **Режим Измерения** установить: **Экспозиция – 250 мс, Накопленный – 1**. В окне **Спектр/Калибровка/Измерение СКО** темнового сигнала установить **Допустимые пределы СКО: Макс – 0.1, Мин – 0.00001, Спектров – 20**.

Измерения проводить после одного часа прогрева путем выбора опции **Измерить СКО** в окне **Спектр/Калибровка/Измерение СКО** темнового сигнала.

В окне **График** появится график зависимости СКО от номера фотоячейки. Значения СКО, превышающее 0,1 %, закрасятся красным цветом и будут считаться программой дефектными. В окне **Информация** о спектре посмотреть количество дефектных фотоячеек в пункте **Выброшено**. Произвести расчет процентного содержания количества дефектных фотоячеек по формуле $N(\%) = ("Выброшено" / "Линейка") * 100$.

Анализатор МАЭС считается выдержавшим проверку, если количество дефектных фотоячеек $N(\%)$, не удовлетворяющих приведенному выше критерию, не превышает 5 %.

7.3.2 По результатам проверки среднего квадратического отклонения выходного сигнала делается запись в протоколе (Приложение А).

7.4 Определение нестабильности выходного сигнала

7.4.1 Для проверки нестабильности выходного сигнала анализатора МАЭС, необходимо в течение 1 часа сделать 20 измерений выходного сигнала при времени экспозиции 250 мс и записать их в таблицу ПО "АТОМ". Измерить значения сигналов S_i в районе 500, 1500, 2500 фотоячеек на каждой линейке в соответствии с п. 2.2.9 РЭ. Нестабильность определить по формуле $S_{\max} - S_{\min}$.

Анализатор МАЭС считается выдержавшим испытания, если нестабильность выходного сигнала не превышает 1 % в течение одного часа.

7.4.2 По результатам проверки нестабильности выходного сигнала делается запись в протоколе (Приложение А).

7.5 Проверка рабочего спектрального диапазона анализатора МАЭС

7.5.1 Рабочий спектральный диапазон анализатора МАЭС определяется в составе физической установки атомно-эмиссионного анализа и заносится в его паспорт при первичной поверке.

В соответствии с граничными условиями поверяемого рабочего спектрального диапазона, указанными в паспорте, проводится регистрация излучения лампы с полым катодом, имеющего в рабочем спектральном диапазоне, на каждой фотодиодной линейке, спектральные линии с интенсивностью более 1 %. В "окне спектра" вывести интенсивность спектральной линии соответствующего элемента из базы данных **atom.mnd**.

7.5.2 При поверке МАЭС в составе физических установок атомно-эмиссионного анализа, конструкция которых не позволяет производить поверку с помощью ламп полого катода, в том числе в спектральном диапазоне вакуумного УФ, проверка проводится с применением ГСО или проб известного состава.

7.5.3 Анализатор МАЭС считается выдержавшим поверку, если в указанном в паспорте поверяемом рабочем спектральном диапазоне измеренные интенсивности спектральных линий составляют не менее 1 % от максимального значения сигнала.

7.5.4 По результатам проверки рабочего спектрального диапазона делается запись в протоколе (Приложение А).

7.6 Проверка основной относительной погрешности измерения интенсивности спектральной линии

7.6.1 Для проверки основной относительной погрешности измеренной интенсивности спектральной линии в течение 1 часа сделать 20 измерений спектра лампы полого катода и записать в таблицу ПО "АТОМ". В записанных спектрах выбираются "незашкаленные" спектральные линии, имеющие интенсивность не менее 1 %. В выбранных спектральных линиях должно быть не менее одной линии на каждой линейке. Интенсивность линии считается путем суммирования выходных сигналов фотоячеек, на которые попадает данная спектральная линия (при включенной опции **интеграл** в ПО "АТОМ"). Перед началом измерений лампа полого катода и анализатор МАЭС должны быть прогреты в течение 1 часа.

Анализатор МАЭС считается выдержавшим испытания, если ОСКО для всех выбранных линий не превышает 3 %.

7.6.2 По результатам проверки основной относительной погрешности делается запись в протоколе (Приложение А).

8 Оформление результатов поверки

8.1 Результаты поверки анализатора МАЭС заносят в протокол (приложение А), который хранят в организации, проводившей поверку.

8.2 Анализатор МАЭС, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признают годным к применению и на него выдают свидетельство в соответствии с ПР 50.2.006.

8.3 Положительные результаты поверки анализатора МАЭС оформляются записью в паспорте.

8.4 При отрицательных результатах поверки аннулируют свидетельство о поверке, делают соответствующую запись в паспорт и выдают извещение о непригодности средства измерения к дальнейшей эксплуатации в соответствии с ПР 50.2.006. Анализатор МАЭС к применению не допускают.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)
Протокол поверки анализатора многоканального
атомно-эмиссионных спектров МАЭС

Наименование _____
Заводской номер _____
Год выпуска _____

Наименование операции	Номер пункта методики	Результаты поверки
1 Внешний осмотр	7.1	
2 Опробование	7.2	
3 Определение среднего квадратического отклонения выходного сигнала	7.3	
4 Определение нестабильности выходного сигнала	7.4	
5 Проверка рабочего спектрального диапазона анализатора МАЭС	7.5	
6 Определение основной относительной погрешности измерения интенсивности спектральной линии	7.6	

Дата _____

Подпись поверителя _____