



УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор
ООО «НПО «СПЕКТРОН»



К.Ю.Яшин

_____ 2012

АППАРАТ РЕНТГЕНОВСКИЙ
ДЛЯ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА
СПЕКТРОСКАН МАКС-GV

Паспорт
РА5.000.000 ПС

2012

ВВЕДЕНИЕ	3
1. Основные сведения об аппарате.....	5
2. Основные технические данные.....	6
3. Комплектность.....	8
4. Сроки службы, хранения и гарантии изготовителя	9
5. Свидетельство об упаковывании.....	9
6. Свидетельство о приемке	10
7. Описание и работа.....	11
7.1. Принцип работы аппарата.....	11
7.2. Состав аппарата.....	13
7.3. Устройство и работа составных частей.....	15
7.4. Эксплуатационные ограничения	20
7.5 Меры безопасности.....	21
7.7. Ограничения по транспортированию.....	27
ПРИЛОЖЕНИЕ А	29
ПРИЛОЖЕНИЕ Б.....	39
ПРИЛОЖЕНИЕ В	40

					РА5.000.000 ПС						
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата							
Разраб. Проверил Нач.отд. Н.контр. Утвердил	Жижин Пискун Руднев Графов				Аппарат рентгеновский для спектрального анализа СПЕКТРОСКАН МАКС -GV Паспорт			Лит.	Л	Л-в	
								01		2	58
								НПО «Спектрон»			
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.		Подп. и дата			

ВВЕДЕНИЕ

Паспорт включает в себя руководство по эксплуатации и содержит сведения об устройстве, принципе действия, технических характеристиках аппарата рентгеновского для спектрального анализа СПЕКТРОСКАН МАКС – GV (вакуумного). Предназначен для изучения условий и правил его эксплуатации, необходимых для обеспечения безопасного и полного использования технических возможностей прибора.

Перед началом работы необходимо внимательно ознакомиться с паспортом и следующей документацией:

Комплект описания работы программного комплекса.

Руководство пользователя. РА4.000.000 ИЗ

Трубки рентгеновские БХВ-17. Технический паспорт поставки

Насосы вакуумные пластинчато-роторные; Паспорт.

К работе со спектрометром допускаются лица не моложе 18 лет, прошедшие специальный инструктаж. Текущая работа со спектрометром (выполнение измерений) может выполняться лаборантом, имеющим навыки работы на персональном компьютере.

Для эксплуатации спектрометра персонал должен пройти технический минимум по навыкам работы на спектрометре. Обслуживающий персонал должен пройти обучение навыкам обслуживания спектрометра на территории НПО «СПЕКТРОН» в течение двух недель.

В состав обслуживающего персонала, работающего со спектрометром, должен входить квалифицированный техник или инженер, знакомый с аппаратурой подобного класса.

УКАЗАНИЕ МЕР БЕЗОПАСНОСТИ

Конструкция спектрометра обеспечивает защиту обслуживающего персонала при любых условиях работы на нем в соответствии с требованиями «Правил эксплуатации электроустановок потребителей», «Межотраслевых правил охраны труда», «Норм радиационной безопасности НРБ/99-2009», «Основных санитарных правил обеспечения радиационной безопасности ОСПОРБ-99» санитарных правил «Гигиенические требования к устройству и эксплуатации источников, генерирующих рентгеновское излучение при ускоряющем напряжении от 10 до 100 кв. СП 2.6.1.1282-03».

Система специальных блокировок обеспечивает полное отсутствие рентгеновского излучения вне спектрометра, что подтверждается санитарно – эпидемиологическим заключением.

На основании этого заключения приборы освобождаются от радиационного учета и контроля и не требуют получения специального разрешения (лицензии) на право работ с источниками ионизирующих излучений. Транспортировка, хранение, приобретение – без ограничений по радиационному фактору.

					РА5.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		3
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

Для обеспечения безопасных условий труда на спектрометре, эксплуатирующая организация должна внести в свою инструкцию по безопасности эксплуатации спектрометра необходимые меры защиты от воздействия нерадиационных факторов (аэрозоли и пыли от образцов металлов в виде порошков, статического электричества, озона, окислов азота) в зависимости от анализируемых объектов и особенностей использования спектрометра.

ВНИМАНИЕ! Категорически запрещается искусственно замыкать любые блокировочные контакты. Включение сетевого питания и высокого напряжения допускается только на полностью собранном спектрометре, на котором одеты все кожуха.

ЗАПРЕЩАЕТСЯ:

Проникать внутрь прибора с помощью каких-либо предметов.

Выполнять какие-либо доработки прибора.

Встраивать спектрометр в какие-либо установки, технологические линии и т.д. без письменного согласования с изготовителем.

ВНИМАНИЕ! При нарушении вышеперечисленных требований, пломб на корпусе спектрометра или его целостности изготовитель снимает с себя гарантийные обязательства в случае выхода прибора из строя. Кроме того, Вы рискуете пострадать от поражения электрическим током или рентгеновским излучением.

Сокращения, принятые в тексте:

ВИП - высоковольтный источник питания;

РТ - рентгеновская трубка;

ШД - шаговый двигатель;

ПУ - пробозагрузочное устройство;

ТУ - технические условия.

ВНИМАНИЕ! В процессе изготовления в конструкцию аппарата могут быть внесены изменения, не влияющие на его технические характеристики и поэтому не отраженные в эксплуатационной документации.

					РА5.000.000 ПС		Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата			4
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата	

1. Основные сведения об аппарате

1.1. Аппарат рентгеновский для спектрального анализа

СПЕКТРОСКАН МАКС-GV-_____ № _____ изготовлен « _____ » _____ 20 г.

Изготовитель ООО «НПО «СПЕКТРОН»

190103 г.С.-Петербург, Циолковского 10А

Факс: (812) 325-85-03, тел. 325-8183

E-mail : to@spectron.ru ,

1.2. Аппарат рентгеновский для спектрального анализа СПЕКТРОСКАН МАКС-GV представляет собой спектрометр рентгеновский сканирующий кристалл-дифракционный портативный вакуумный (в дальнейшем спектрометр). Предназначен для качественного и количественного рентгенофлуоресцентного анализа в соответствии с методиками выполнения измерений, аттестованными в установленном порядке, в диапазоне от натрия (11 Na) до урана (92 U). По интенсивностям аналитических линий может быть путем пересчета определено содержание химических элементов в образце. Диапазон определяемых содержаний от 0,0001 % до 100 % без концентрирования зависит от типа пробы, анализируемого элемента и матрицы, и от 10^{-6} - 10^{-7} % до долей процента - с концентрированием.

Управление спектрометром и обработку результатов измерений обеспечивает персональный компьютер, который подключается через USB или последовательный интерфейс RS 232C (по запросу).

1.3. Спектрометры выпускаются в соответствии с ТУ 4276-001-23124704–2001 с пробозагрузочным устройством на 10 образцов диаметром 40 мм, из них 2 образца с вращением.

1.4. Спектрометр может быть использован в различных областях:

в промышленности - для определения элементного состава различных продуктов производства, для управления технологическими процессами;

в черной и цветной металлургии - для контроля состава сплавов;

в горнодобывающей и горнообогатительной промышленности - для управления процессами добычи и обогащения руд;

в геологии и геохимии - при поиске и разведке полезных ископаемых;

в машиностроении и авиации - для контроля ресурсов двигателей;

в сельском хозяйстве - для определения содержания микроэлементов в кормах, продуктах животноводства и почвах;

в экологии - для определения содержания тяжелых металлов в атмосфере, воде, почвах;

в археологии и искусствоведении - для датировки и определения подлинности произведений искусства;

в прикладных научных исследованиях - для спектрального анализа.

					РА5.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		5
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

2. Основные технические данные

2.1. Питание спектрометра осуществляется от сети переменного тока напряжением 220 В с допусаемым отклонением $\pm 10\%$ от номинального значения и частотой (50 ± 1) Гц.

По согласованию с изготовителем возможно использование вакуумных насосов иных марок.

2.2. Мощность, потребляемая спектрометром, при номинальном напряжении питания, не более 1,0 кВт (без компьютера).

2.3. Габаритные размеры и масса составных частей спектрометра соответствуют указанным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование составных частей	Габаритные размеры, мм	Масса, кг
Блок спектрометрический вакуумный	460x620x415	60
Блок водяного охлаждения	300x220x470	8,5
Блок вакуумного насоса*	330x230x380	9
Фонарь	80xØ80	0,15

*) габаритные размеры и масса блока вакуумного насоса, как комплектующего изделия, могут быть изменены

2.4. Диапазон рабочих температур от + 10 до + 30 °С;

2.5. Анализируемые образцы могут быть твердые (диаметр - 20, 32 или 40 мм, толщина - до 22 мм), порошковые, жидкие и фильтры.

2.6. Диапазон определяемых химических элементов от натрия (11Na) до урана (92 U).

2.7. Скорости счета на стандартных образцах и контрастности (отношение скорости счета на стандартном образце, содержащем указанный элемент, к скорости счета на стандартном фоновом образце борной кислоты) соответствуют указанным в таблице 2.

Таблица 2

Элемент, аналитическая линия	Регистрационный номер стандартного образца	Кристалл-анализатор	Ток трубки, мА, не более	Скорость счета не менее, с ⁻¹	Контрастность, не менее
Na Kα	ГСО 10021-2011 (КО-107)	ML(КАР)	4	5	□□
Ca Kα	ГСО 10015-2011 (КО-79)	С002(РЕТ)	0,5	5000	40
Co Kα	ГСО 10017-2011 (КО-83)	LiF(200)	0,5	30000	40
Sr Kα	ГСО 10019-2011 (КО-98)	LiF(200)/LiF(220)	0,5	30000	10
Pb Lα	ГСО 10018-2011 (КО-91)	LiF(200)	0,5	15000	5

					РА5.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		
						6
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.
						Подп. и дата

2.8 Основная аппаратурная погрешность A_0 измерения скорости счета не превышает 0,5 % при следующих условиях:

температура окружающего воздуха $(20 \pm 5)^\circ \text{C}$;

атмосферное давление от 84 до 107 кПа (630 - 800 мм рт.ст.);

относительная влажность от 30 до 80 % при 25°C ;

отклонение напряжения питания не более 2 % от номинального значения;

2.9. Пределы допускаемой дополнительной аппаратурной погрешности при изменении температуры окружающего воздуха на каждые 10°C в рабочем диапазоне температур, %: $\pm 0,5$.

2.10. Изменение показаний спектрометра (по скорости счета импульсов) при изменении напряжения питающей сети на $\pm 10\%$ от номинального значения не превышает $\pm 0,5\%$.

2.11. Продолжительность непрерывной работы спектрометра не менее 6 ч, не считая времени прогрева. Время прогрева 1 ч.

2.12. Сходимость показаний спектрометра за 6 ч непрерывной работы не превышает $\pm 1\%$.

2.13. В блоке спектрометрическом в составе излучателя используется трубка рентгеновская БХВ17 (II) с боковым выходом рентгеновского излучения, с вынесенным анодом, с мишенями из палладия (преимущественно) и хрома (по отдельным заказам).

Основные технические характеристики трубки БХВ17 (II) по данным предприятия-изготовителя (ЗАО «СВЕТЛАНА-РЕНТГЕН») следующие:

Наименование параметров, единица измерения	Норма	
	номинал	не более
Номинальное напряжение трубки, кВ	60	
Ток накала, А	4,4	
Размер эффективного фокусного пятна, мм малая ось овала	1,4	1,96
Номинальная мощность трубки, кВт		
	0,15БХВ17-Cr	0,15
	0.24БХВ17-Pd	0,24
Напряжение смещения, отрицательное (абс.значение), В		400

Толщина бериллиевого окна, мкм - 150.

Геометрические размеры трубки рентгеновской БХ17 - диаметр колбы, мм - 65;
максимальная длина, мм - 270.

2.14. Мощность экспозиционной дозы рентгеновского излучения в любой точке на расстоянии 0,1 м от поверхности спектрометра не превышает 1 мкЗв/ч (0,1 мР/ч).

2.15. Полный средний срок службы спектрометра не менее 8 лет.

					РА5.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		7
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

3. Комплектность

Комплект поставки спектрометра соответствует указанному в таблице 3.

Таблица 3

Наименование	Обозначение	Кол-во	Примечание
Спектрометр в составе:			
блок спектрометрический вакуумный	РА5.100.000-01	1	
Устройство водяного охлаждения	РА5.200.000	1	
блок вакуумного насоса	GHD-030 (220V/50Hz)	1	Допускается замена на аналог
Комплект монтажных частей в составе:			
кабель сетевой		1	
кабель сетевой межблочный		1	из комплекта РА5.200.000
шланг водяной		2	из комплекта РА5.200.000
кабель интерфейсный	USB A - USB B	1	
фонарь	РА6.050.000	1	
шланг вакуумный	РА5.610.000	1	
Комплект запасных частей, инструментов и принадлежностей		1	в соответствии с ведомостью ЗИП
Комплект эксплуатационных документов			
Ведомость ЗИП	РА5.000.000 ЗИ	1	
Паспорт	РА5.000.000 ПС	1	
Руководство пользователя	РА4.000.000 ИЗ	1	
Методика поверки	РА1.000.000 Д22	1	Приложение А к паспорту
Упаковка (комплект)		1	

					РА5.000.000 ПС		Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата			8
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.	Подп. и дата

4. Сроки службы, хранения и гарантии изготовителя

4.1. Средняя наработка на отказ не менее 15000 ч

4.2. Срок службы 8 лет, в том числе срок хранения 6 месяцев

_____ по условиям хранения 1 ГОСТ 15150-69

В консервации (упаковке) изготовителя, в складских помещениях, на открытых площадках

Указанные сроки службы и хранения действительны при соблюдении потребителем требований действующей эксплуатационной документации.

Сроки службы и хранения на комплектующие изделия, входящие в состав спектрометра, определяются в соответствии со стандартами или ТУ на эти изделия.

4.3. Гарантии изготовителя

Предприятие-изготовитель гарантирует соответствие аппарата рентгеновского для спектрального анализа СПЕКТРОСКАН МАКС-GV – требованиям ТУ 4276-001- 23124704-2001 при соблюдении потребителем условий эксплуатации, транспортирования и хранения, установленных настоящим паспортом.

Гарантийный срок эксплуатации 12 месяцев со дня ввода спектрометра в эксплуатацию, но не более 18 месяцев со дня отгрузки.

При отказе в работе или неисправности спектрометра (блока) в период гарантийных обязательств потребителем должен быть составлен акт о необходимости замены блоков и обеспечена их отправка предприятию изготовителю или должен быть вызван его представитель.

Предприятие-изготовитель может заключить с потребителем договор на послегарантийное обслуживание спектрометра.

5. Свидетельство об упаковывании

Аппарат рентгеновский для спектрального анализа СПЕКТРОСКАН МАКС-GV- № _____
упакован _____

наименование или код предприятия, производившего упаковывание

согласно требованиям, предусмотренным в действующей конструкторской документации.

должность

личная подпись

расшифровка подписи

Год, месяц, число

					РА5.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		9
Инв.№ подл.		Подп. и дата	Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.		Подп. и дата

6. Свидетельство о приемке

Аппарат рентгеновский для спектрального анализа СПЕКТРОСКАН МАКС-GV-__ №____
изготовлен и принят в соответствии с обязательными требованиями государственных
стандартов, ТУ 4276-001- 23124704-2001 и признан годным для эксплуатации.

Аппарат рентгеновский для спектрального анализа СПЕКТРОСКАН МАКС-GV №____
прошел первичную поверку, на него выдано свидетельство о поверке № _____
от_____.

должность

МП _____

личная подпись

расшифровка подписи

Год, месяц, число

					РА5.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		10
Инв.№ подл.	Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата	

7. Описание и работа

7.1. Принцип работы аппарата

Исследуемый образец, установленный в пробозагрузочное устройство, в рабочем положении облучается рентгеновской трубкой. В результате взаимодействия рентгеновского излучения с веществом в исследуемом образце возникает вторичное флуоресцентное излучение, в спектре которого присутствуют характеристические линии тех элементов, которые входят в состав образца. Наличие в спектре линий данного элемента свидетельствует о присутствии его в образце, а интенсивность этих линий позволяет судить о содержании элементов.

Принцип действия спектрометра основан на последовательном выделении кристаллом характеристических линий флуоресцентного излучения исследуемого образца, возбуждаемого излучением острофокусной рентгеновской трубки, регистрации интенсивности этих линий и пересчета их в содержание соответствующих элементов.

Спектрометр построен по оригинальной рентгено-оптической схеме, обладающей высокой светосилой. Характеристическое рентгеновское излучение легких элементов ($Z < 20$) сильно поглощается воздухом, поэтому механизм гониометра вакуумирован. Входное окно вакуумной камеры максимально приближено к поверхности образца (расстояние 2 мм), что позволяет выделять аналитические линии легких элементов (от натрия) при расположении образца на воздухе.

Спектрометрическое устройство обеспечивает взаимное расположение входной щели, кристалл-анализатора и детектора, необходимое для получения спектра по методу Иоганссона (для кристаллов LiF200, LiF220, PET, KAP) или по методу Иоганна (для кристаллов C002, RbAP).

На рис.1 схематично изображена рентгенооптическая схема спектрометра, поясняющая его работу. Первичное излучение РТ 3 возбуждает в исследуемом образце 1 флуоресцентное излучение, которое через окно 2 вакуумной камеры и через входную щель 7 попадает на фокусирующий кристалл-анализатор 6, выделяющий из спектра образца характеристическую линию, соответствующую условиям отражения по закону Вульфа-Брэгга:

$$n\lambda = 2d \sin \Theta, \quad (1)$$

где n - порядок отражения ($n = 1, 2...$)

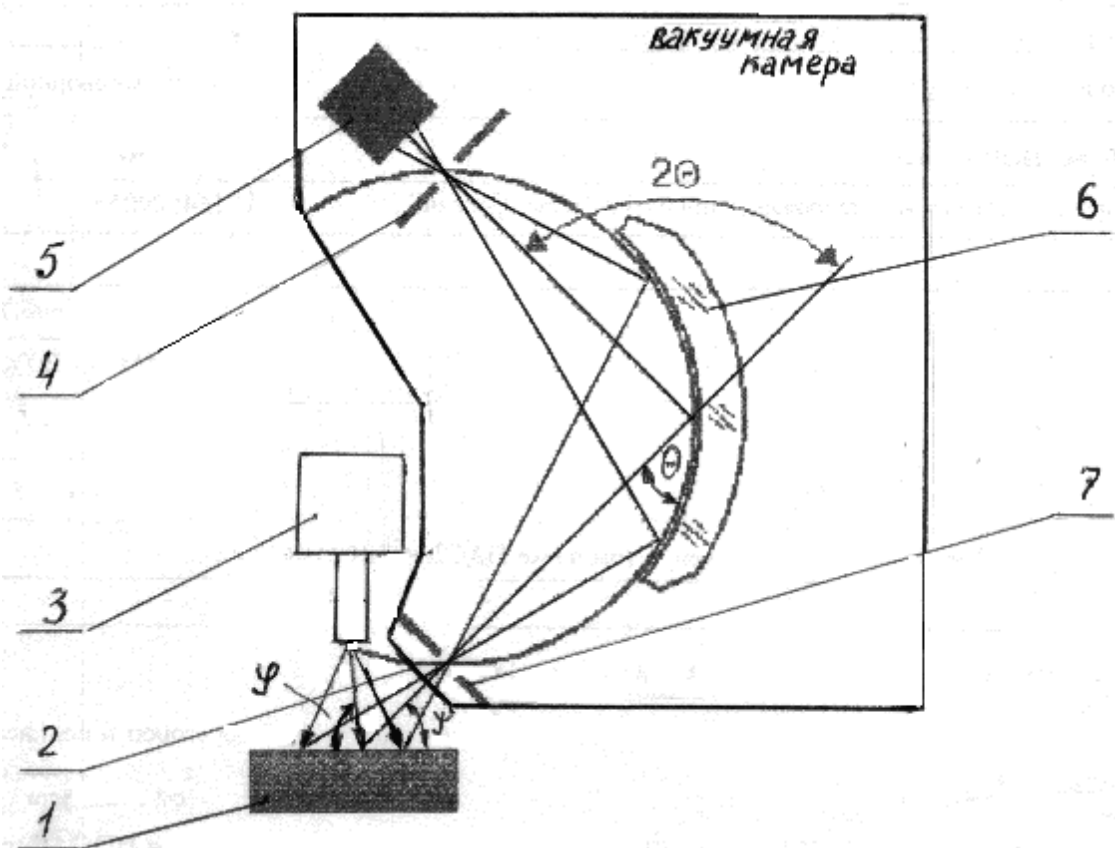
λ - длина волны падающего излучения, А

d - межплоскостное расстояние кристалл-анализатора, А

Θ - угол падения излучения на кристалл, град

Угол падения первичного излучения на образец $\varphi = 60^\circ$, угол отбора вторичного излучения $\Psi = 40^\circ$.

					РА5.000.000 ПС			Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата				11
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.	Подп. и дата	



- 1 – исследуемый образец;
- 2 - окно вакуумной камеры;
- 3 - рентгеновская трубка;
- 4 - приемная (выходная) щель;
- 5 - блок детектирования;
- 6 - кристалл-анализатор;
- 7 - входная щель

Рис.1 Рентгенооптическая схема

					РА5.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		12
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

Выделенное излучение кристалл-анализатор 6 фокусирует в приемную щель 4 блока детектирования 5, сигнал с которого поступает на вход усилителя-дискриминатора, затем на вход счетного устройства. Число импульсов, зарегистрированное за установленное время экспозиции пропорционально содержанию соответствующего химического элемента в образце, и, в зависимости от конкретной аналитической задачи, может быть пересчитано по различным методикам в процент концентрации или массовую долю элемента в образце.

7.2. Состав аппарата

Спектрометр, общий вид которого показан на рис.2, состоит из блока спектрометрического вакуумного 1, устройства водяного охлаждения 2, блока вакуумного насоса 3 и персонального компьютера 4.

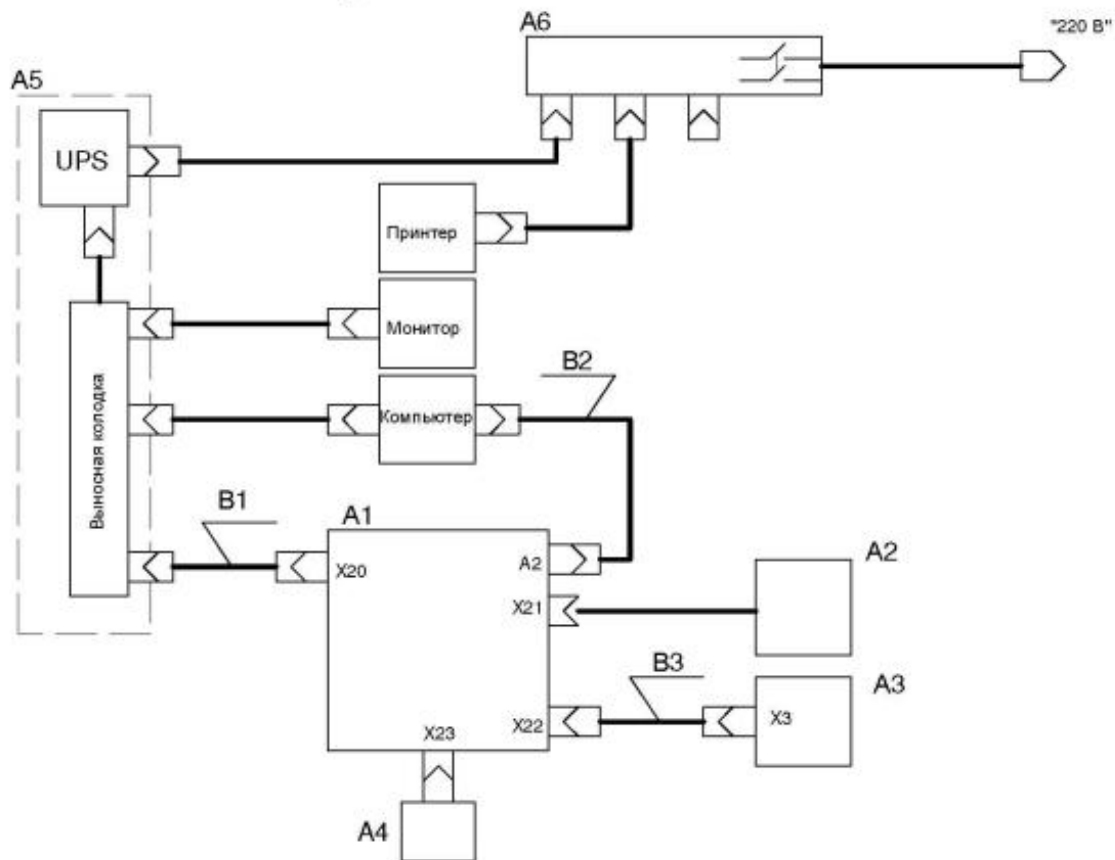
Схема электрических соединений спектрометра представлена на рис.3.



- 1 – блок спектрометрический вакуумный;
- 2– устройство водяного охлаждения;
- 3 - блок вакуумного насоса;
- 4 - персональный компьютер.

Рис.2 Общий вид комплекса на основе спектрометра

					РА5.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		13
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата



A1 – блок спектрометрический вакуумный
 A2 – блок вакуумного насоса
 A3 – устройство водяного охлаждения
 A4 – фонарь
 A5 – Устройство бесперебойного питания UPS
 A6 – Разветвитель с выключателем

B1 - Кабел сетевой
 B2 - Кабель интерфейсный
 B3 - Кабель сетевой межблочный

Рис.3 Схема подключения соединений

					РА5.000.000 ПС		Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата			14
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.	Подп. и дата

7.3. Устройство и работа составных частей

7.3.1. Блок спектрометрический вакуумный, общий вид которого показан на рис.4, собран в отдельном кожухе 4, состоящем из двух разъемных частей. В нижней части кожуха имеется откидывающаяся крышка 3 для доступа к пробозагрузочному устройству 2. На лицевой панели кожуха установлен световой индикатор включения сети 1 и ключ для включения высокого напряжения.



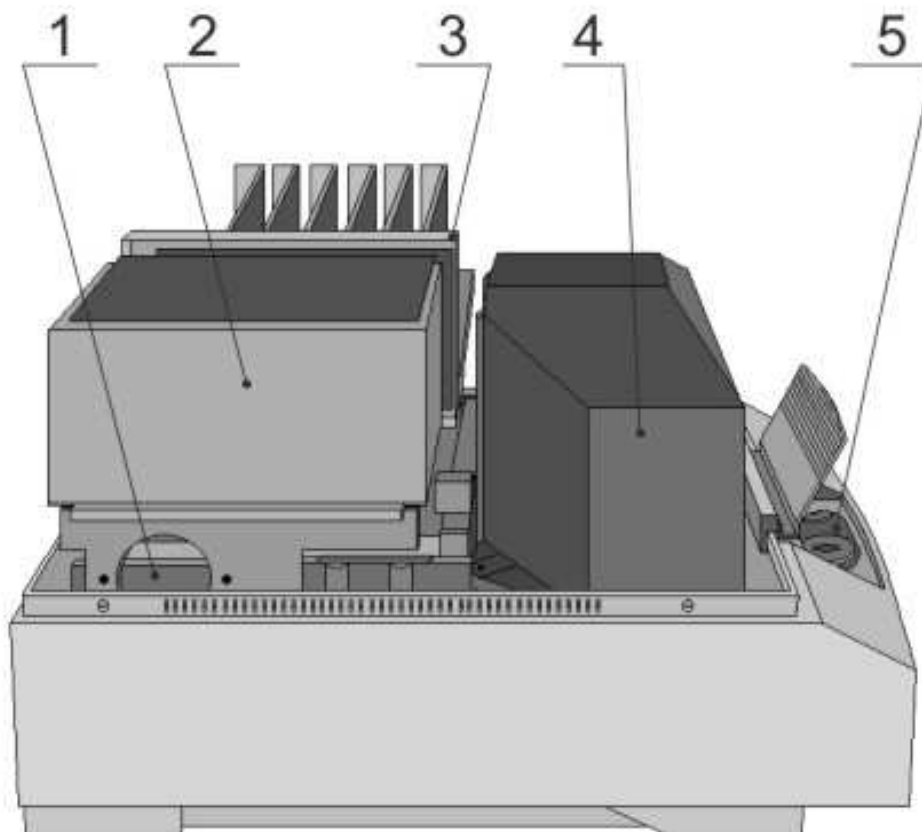
- 1 – световой индикатор включения сети;
- 2 – пробозагрузочное устройство;
- 3 – крышка;
- 4 – кожух;
- 5 - ключ для включения высокого напряжения

Рис.4 Блок спектрометрический вакуумный
(Общий вид)

					РА5.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		15
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

На задней стенке блока установлены соединители для подключения сетевого кабеля - "220V 50Hz", внешних устройств: связь с внешней ЭВМ - "RS-232", цепь питания устройства водяного охлаждения, управление вакуумным насосом - "Pump", подключение сигнального фонаря - "Lamp", вакуумных и водяных шлангов, а также тумблер "POWER" - для включения спектрометра и кнопка "RESET" - для сброса контроллера.

В блоке спектрометрическом вакуумном размещены следующие устройства (см.рис 5):
 излучатель 1; блок электроники 2, блок электроники 3, устройство спектрометрическое в вакуумном корпусе 4, пробозагрузочное устройство 5.



- 1 – излучатель;
- 2 – высоковольтный источник питания;
- 3 – блок электроники;
- 4 – вакуумный корпус;
- 5 – пробозагрузочное устройство

Рис.5. Блок спектрометрический вакуумный (Вид со снятым кожухом)

					РА5.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		16
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

Высоковольтный источник питания (ВИП) предназначен для питания рентгеновской трубки (РТ) типа БХВ-17 с заземленным анодом отрицательным напряжением до 40 кВ с током до 5 мА мощностью 220 Вт, а также для стабилизации заданных значений тока и напряжения на РТ.

В комплект ВИП входят источник питания и излучатель с РТ.

Источник питания расположен в экранном кожухе и содержит плату силового моста, плату стабилизатора, стабилизатор 380 В (КМС 600М) с фильтром и плату коммутации.

РТ охлаждается водой от устройства водяного охлаждения. Датчик протока воды, установленный на сливном штуцере излучателя, подключен к плате управления и защиты блока электроники. Датчик температуры анода РТ подключен через разъем к блоку электроники к плате управления и защиты.

Блок электроники 3 предназначен для управления спектрометром с помощью компьютера через последовательный интерфейс. Он обеспечивает формирование сигналов на электроприводы механизмов сканирования, смены кристаллов и ПУС, обработку сигналов с датчиков их положений, формирование сигналов управления ВИП-250 рентгеновской трубки и высоковольтным источником питания детектора, осуществляет преобразование и обработку сигналов детектора после их предварительного усиления, а также формирует сигналы аварийного отключения спектрометра.

В блоке электроники установлены следующие устройства:

- контроллер;
- формирователь импульсов;
- усилитель-дискриминатор на два канала;
- плата управления и защиты;
- ВИП-2 кВ
- устройство управления ШД
- блок питания.

Функциональную основу блока электроники составляет плата контроллера, которая обеспечивает прием внешних команд и выдачу управляющих сигналов на другие платы. Связь контроллера с внешней ЭВМ осуществляется посредством устройства сопряжения. Передача команд от платы контроллера к остальным узлам осуществляется с помощью кроссплаты. Кроме того, через кроссплату осуществляется подача питания от блока питания на остальные платы. Разъемы кроссплаты эквивалентны по распайке, что позволяет при необходимости (например, при ремонте) переставлять платы в удобном порядке.

После предварительного усилителя импульсы подвергаются дополнительной формировке на плате формирователя. Там же производится измерение интегральной загрузки измерительного тракта и вырабатывается сигнал корректировки напряжения детектора для снижения зависимости амплитуды импульсов от интенсивности при больших нагрузках.

					РА5.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		17
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

После формирователя импульсы поступают на вход усилителя-дискриминатора, который осуществляет их калибровку по амплитуде с помощью управляемого усилителя и последующее выделение тех импульсов, амплитуды которых попадают в окно между порогами дискриминации. На плате усилителя-дискриминатора размещены два равноценных канала дискриминации, пороги которых обычно настраиваются таким образом, чтобы первый канал выделял импульсы, соответствующие первому порядку отражения, а второй – второму. Выделенные импульсы через кроссплату поступают в соответствующие счетные каналы, размещенные на плате контроллера.

Плата управления и защиты А7 обеспечивает управление ВИП-250, а также измерения уровня вакуума и температуры кристаллов. Процессор, установленный на плате анализирует сигналы управления режимом ренгеновской трубки, контролирует состояние датчиков потока воды, температуры трубки и ВИП-250, неисправности фонаря, обрыва накала, определяет требуемый режим работы рентгеновской трубки, вырабатывает сигнал включения силовой части ВИП-250 и плавно изменяющиеся опорные напряжения для высокого напряжения и тока трубки. Фактические значения напряжения и тока трубки, а также разность между установленными и фактическими значениями измеряются с помощью установленного на плате АЦП. Когда разница между установленными и фактическими значениями становится меньше допустимой, процессор выдает сигнал готовности ВИП. Если один из контролируемых параметров выходит за допустимые пределы процессор переходит в режим «Авария». При этом снимаются опорные напряжения высокого напряжения и тока трубки, а также отключается силовая часть ВИП-250. Режим «Авария» сопровождается звуковым сигналом динамика Z1. Причина включения аварийного сигнала может быть установлена с помощью программных средств.

Высоковольтный источник питания ВИП-2кВ обеспечивает подачу напряжения (от 750 до 1750 В с дискретностью 3,5 В) на детектор.

Плата устройства управления ШД осуществляет управление шаговыми двигателями всех механизмов спектрометра. Положение устройства смены образцов контролируется с помощью фотодатчика, а гониометра – с помощью фотодатчиков и концевого выключателя. Контроль положения устройства смены кристаллов осуществляется также с помощью фотодатчика. Система управления приводами построена таким образом, что одновременно два привода работать не могут.

Блок электроники запитан от стабилизированного источника питания, находящегося вне кросс-платы в отдельном корпусе.

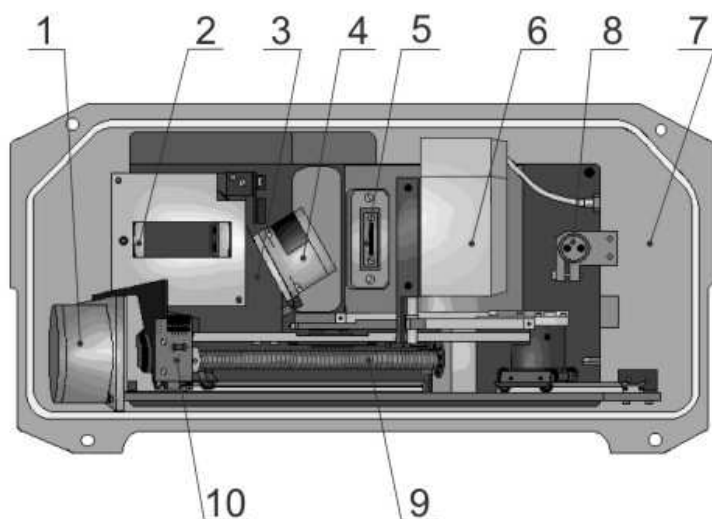
Устройство спектрометрическое (рис.6), состоящее из пробозагрузочного устройства, манометрической лампы и гониометра, расположенных в вакуумном корпусе 7 с входной щелью 5, обеспечивает выделение и регистрацию аналитических линий. Входная щель выполнена из бериллия толщиной 12 мкм. Установленная в корпусе манометрическая лампа 8 позволяет контролировать давление внутри вакуумной камеры.

					РА5.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		18
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

Гониометр (см.рис.6) включает блок детектирования 6, механизм сканирования и механизм смены кристаллов 3, где может быть установлено до пяти сменных кристаллов. Смена кристаллов производится автоматически. Кинематическая схема гониометра обеспечивает плавное и синхронное перемещение кристалл-анализатора 2 и детектора 6 таким образом, что при повороте кристалла на угол Θ , детектор поворачивается на угол 2Θ . При этом каждому фиксированному положению гониометра соответствует по формуле (1) определенная длина волны λ . Значение угла Θ (или соответствующей длины волны) отсчитываются от начального положения гониометра, определяемого датчиком 10, по числу шагов шагового двигателя 1 механизма сканирования.

Блок детектирования 6 представляет собой отпаянный двухкамерный пропорциональный детектор с Хе-наполнением и выходной щелью, установленной перед окном детектора. Детектор осуществляет преобразование квантов рентгеновского излучения в изменения заряда на электроде детектора, пропорциональные энергии поглощенных квантов. Эти изменения заряда с помощью предварительного усилителя преобразуются в импульсы напряжения с амплитудой, также пропорциональной энергии поглощенных квантов рентгеновского излучения.

Устройство детекторное, состоящее из цепей питания детектора и предварительного усилителя, обеспечивает усиление сигналов с детектора.



- | | |
|--|--|
| 1 – двигатель механизма сканирования | 6 – блок детектирования |
| 2 – кристалл-анализатор | 7 – вакуумный кожух |
| 3 – механизм смены кристаллов | 8 манометрическая лампа для измерения вакуума |
| 4 – двигатель механизма смены кристаллов | 9 – ходовой винт гониометра |
| 5 – входная щель | 10 – датчик исходного положения механизма сканирования |

Рис.6. Гониометр. Вид со снятым вакуумным кожухом

					РА5.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		19
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

7.3.2. Блок вакуумного насоса содержит форвакуумный насос, фильтр масляного тумана US-16, напускающий атмосферу в насос при отключении его питания и отсекающий вакуумный объем. Форвакуумный насос обеспечивает в вакуумной камере спектрометрического устройства вакуум не хуже 10^{-1} мм рт.ст. (или 1,5 В по шкале) за 30 мин работы насоса.

7.3.3. Персональный компьютер обеспечивает управление спектрометром и обработку результатов измерений в соответствии с программным обеспечением, позволяющим производить качественную и количественную оценку снятых спектров.

Для нормальной работы базового программного обеспечения необходимо, чтобы компьютер удовлетворял следующим требованиям:

IBM совместимый компьютер с процессором и другими характеристиками, достаточными для функционирования операционных семейства Microsoft Windows. Рекомендуется использовать процессоры Pentium III и выше с тактовой частотой 500 МГц и более.

на компьютере должна быть установлена операционная система из следующих: Windows 98, Windows NT4.0, Windows ME, Windows 2000 или Windows XP. Ресурсы компьютера должны обеспечивать устойчивую работу установленной операционной системы;

компьютер должен быть оснащен видеоадаптером, позволяющим установить разрешение экрана 800x600 пикселей. Рекомендуемые параметры экрана: разрешение 1024x768 точек, качество цветопередачи - "True color".

компьютер должен быть оснащен устройством чтения компакт-дисков CD-ROM для установки программного обеспечения;

компьютер должен иметь не менее 20 МБ свободного места на жестком диске, , полная инсталляция ПО потребует не менее 50 МБ);

компьютер должен иметь свободный последовательный порт COM1 или COM2 для подключения спектрометра;

для работы с базовым ПО рекомендуется использовать принтер, поддерживающий стандарты IBM, EPSON или HEWLET PACKARD.

7.4. Эксплуатационные ограничения

Эксплуатация спектрометра должна осуществляться в соответствии с требованиями, изложенными в «Основных санитарных правилах обеспечения радиационной безопасности ОСПОРБ-99» .

После хранения или транспортирования спектрометра в климатических условиях, выходящих за пределы условий эксплуатации, спектрометр необходимо выдержать в нормальных условиях не менее 4 ч.

После распаковки блоков спектрометра необходимо убедиться в отсутствии наружных повреждений.

ВНИМАНИЕ!

Прибор должен работать от указанного в паспорте напряжения сети.

					РА5.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		20
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

Помещение, где находится спектрометр, должно иметь нормальную естественную вентиляцию, не содержать пыли и агрессивных паров.

Не допускайте нахождения тяжелых предметов на соединительных кабелях и коже прибора.

Для чистки прибора не используйте жидкие или аэрозольные очистители, пользуйтесь только мягкими материалами.

Не допускайте резких перегибов водяных и вакуумных шлангов.

Не перекрывайте посторонними предметами вентиляционные отверстия прибора.

Не пытайтесь проводить ремонт прибора самостоятельно. Обращайтесь за гарантийным ремонтом к изготовителю.

ЗАПРЕЩАЕТСЯ!

Проводить измерение намагниченных образцов.

Проводить измерения химически агрессивных образцов.

Проводить измерения жидких и порошковых (неспрессованных) проб в открытой кювете без защитной пленки.

Пользоваться кюветами, кроме тех, что поставляются с прибором.

Поверхность образца должна плотно прилегать к внутренней части кюветы и не иметь возможности деформироваться в процессе измерений. Это может привести к повреждению входного окна вакуумного объема.

Выступление образца за пределы кюветы недопустимо!

Примечание. Входное окно перед установкой в спектрометр проверено на давление 1.2 атм.

При нарушении вышеперечисленных требований, пломб на корпусе спектрометра или его целостности изготовитель снимает с себя гарантийные обязательства в случае выхода прибора из строя. Кроме того, Вы рискуете пострадать от поражения электрическим током или рентгеновским излучением.

7.5 Меры безопасности

В неисправном состоянии спектрометр может представлять опасность как источник повышенного уровня рентгеновского излучения и повышенного значения напряжения в электрической цепи, замыкание которой может произойти через тело человека.

7.5.1. Источником радиационной опасности в спектрометре является рентгеновская трубка БХВ-17 с номинальным режимом 40 кВ, 4,0 мА мощностью до 240 Вт.

7.5.2. Источником высокого напряжения являются:

излучатель до 40 кВ;

высоковольтный источник питания РТ - ВИП-250;

высоковольтный источник питания детекторов - ВИП 2 кВ;

блок детектирования с предусилителем.

7.5.3. Класс защиты I по ГОСТ 12.2.007.0, степень защиты IP20 по ГОСТ 14254-80.

7.5.4. Металлические части спектрометра, которые могут оказаться под напряжением вследствие нарушения изоляции, заземлены по ГОСТ 12.1.030-87.

					РА5.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		21
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

7.5.5. Все источники напряжения свыше 1000 В снабжены защитными кожухами, исключающими возможность соприкосновения с источником.

Включение источников напряжения свыше 1000 В сопровождается включением индикаторов, указывающих на наличие высокого напряжения.

7.5.6. В конструкции спектрометра предусмотрена блокировка, отключающая высокое напряжение при снятии любого кожуха, открывающего доступ к высокому напряжению и к источнику рентгеновского излучения.

Включение источника рентгеновского излучения сопровождается включением световой индикации.

7.5.7. Конструкция спектрометра предусматривает перевод режима рентгеновской трубки при смене образцов в дежурный режим.

7.5.8. Электрическое сопротивление изоляции первичных электрических цепей спектрометра относительно корпуса составляет не менее 10 МОм при температуре окружающего воздуха $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ и относительной влажности не более 80 %.

7.5.9. Изоляция первичных электрических цепей спектрометра выдерживает в течение 1 мин воздействие испытательного напряжения 1500 В практически синусоидальной формы частотой 50 Гц, относительно заземленных корпусов при температуре окружающего воздуха $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ и относительной влажности не более 80 %..

7.5.10. Спектрометр имеет болт заземления. Металлические нетоконесущие части имеют электрический контакт с болтом заземления. Места присоединения заземляющего провода и зажимы заземления имеют обозначение по ГОСТ 21130-75.

Класс защиты человека от поражения электрическим током 01 по ГОСТ 12.2.007.0-76.

Каждый элемент спектрометра, подлежащий заземлению, должен быть присоединен к заземляющей магистрали посредством отдельных ответвлений.

Последовательное включение в заземляющий проводник нескольких заземляющих конструкций недопустимо.

7.5.11. Сопротивление заземления между заземляющим болтом и каждой доступной прикосновению металлической нетоконесущей частью спектрометра не превышает 0,1 Ом.

Сечение присоединительных и заземляющих медных проводов должно быть не меньше сечения фазной жилы (и не менее 4 мм^2).

7.5.12. Все токоведущие части спектрометра окружены оболочками, защищающими от случайного прикосновения.

Металлические оболочки, окружающие токоведущие части вторичных цепей, имеют электрический контакт с зажимом заземления.

7.5.13. Электрическая сеть, питающая спектрометр, должна быть защищена сетевым выключателем и плавкими вставками.

					РА5.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		22
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

7.5.14. Конструкция спектрометра обеспечивает снижение мощности экспозиционной дозы в рабочем положении спектрометра при любом расположении (или отсутствии) образцов против окна рентгеновской трубки в любом доступном месте на расстоянии 0,1 м от поверхности защитных устройств (кожуха до значений не более 1 мкЗв/ч (0,1 мР/ч.).

Измерение производится в соответствии с требованиями ОСПОРБ с учетом поправочных коэффициентов (п.1.7, раздел 1 ОСПОРБ).

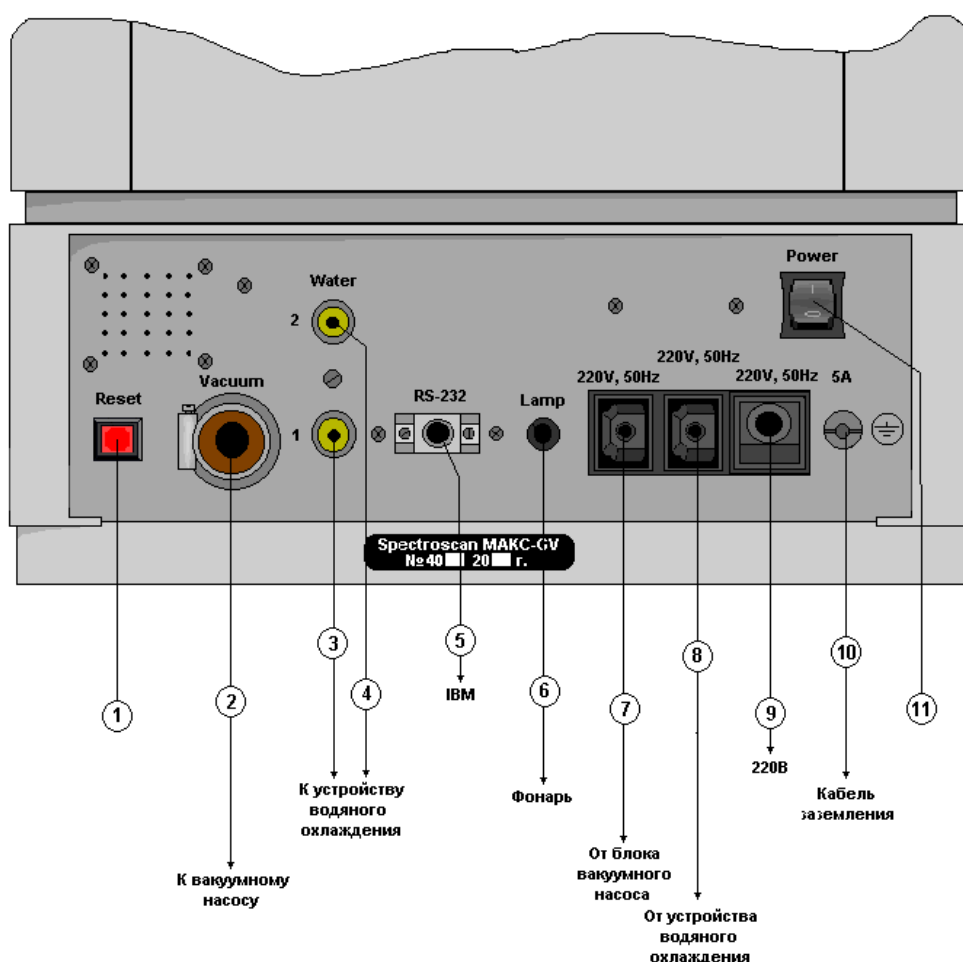
7.5.15. На корпусе источника высокого напряжения нанесен символ электрического напряжения по ГОСТ 12.4.026-90.

7.6. Использование по назначению

7.6.1. Подготовка к работе

Установите блоки спектрометра на рабочем месте так, чтобы они не нагревались от внешних источников и не испытывали толчков и ударов.

Рекомендуется устройство водяного охлаждения, блок вакуумного насоса и процессорный блок размещать под рабочим столом, как это показано на рис.2.



1 кнопка сброса контроллера " RESET
 2 вакуумный шланг 3,4 водяные шланги
 5-10 кабели 11 тумблер включения сети "POWER"

Рис.7 Схема соединений спектрометра

					РА5.000.000 ПС			Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата				23
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.	Подп. и дата	

Произведите подключение вакуумного насоса в соответствии с указаниями в эксплуатационной документации на насос.

Произведите соединение вакуумного и водяных шлангов в соответствии с рис. 7. При стыковке водяных шлангов обратите внимание на маркировку "WATER" – стыковать соединители только с одинаковыми обозначениями: 1-1 и 2-2.

Произведите подключение сетевого и межблочных кабелей в соответствии со схемой соединений (рис.3). Сигнальный фонарь установите на верхней крышке кожуха блока спектрометрического или на столе.

Заземлите спектрометр перед включением в сеть питания.

Залейте в бачок системы водяного охлаждения 350 мл питьевой воды и 350 мл теплоносителя ХНТ-40. Для этого отверните пробку на крышке устройства водяного охлаждения, и через воронку аккуратно налейте воду и теплоноситель. Заверните пробку и нажмите кнопку "POWER" на приборе. Дайте системе поработать 5-7 минут для выхода воздушных пробок. После этого в программе «Управление ВИП» уровень потока должен стать не менее 40.

ВНИМАНИЕ! Пуск, наладка и первое включение спектрометра должны производиться представителем предприятия-изготовителя или другой организацией по ее доверенности.

7.6.2. Порядок работы на аппарате

Перед включением прибора убедитесь, что на всех блоках спектрометра кнопки отжаты.

Вставьте вилку в сетевую розетку, включите сетевой фильтр «Pilot».

Нажмите кнопку "POWER", на задней панели блока спектрометрического. При этом должен засветиться индикатор на лицевой панели блока, включиться вакуумный насос и устройство водяного охлаждения.

Поверните ключ блокировки включения высокого напряжения в положение "1" на лицевой панели блока. При этом загорится и начнет мигать красный фонарь, через несколько секунд мигание прекратится - ВИП вышел на рабочий режим. Красный фонарь также мигает при открытой крышке пробозагрузочного устройства.

Включите компьютер.

Большинство программ аппарата рентгеновского для спектрального анализа «СПЕКТРОСКАН МАКС- GV» организовано таким образом, что после завершения цикла измерений ток на рентгеновской трубке сбрасывается до нуля или до минимального значения, установленного в программе. Этот «дежурный» режим экономит ресурс рентгеновской трубки. Высоковольтный источник питания ВИП-250 обеспечивает стабилизацию тока от 50 мкА, при более низких значениях стабилизации тока может и не быть. Запустите основную программу

					РА5.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		24
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

работы спектрометра и выберите любой из возможных режимов работы: ГРАДУИРОВАНИЕ; КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ; КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ.

Программа "ГРАДУИРОВКА" обеспечивает проверку привязки механизма сканирования по шкале длин волн и правильности градуировки детектора, а также возможность их изменения. Кроме того, программа позволяет провести поверку спектрометра в соответствии с "Методикой поверки" РА1.000.000 Д22.

Программный комплекс "КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ" позволяет снимать спектры исследуемых образцов, запоминать их и проводить идентификацию линий этих спектров в автоматическом и полуавтоматическом режимах. Программа обработки спектров поможет Вам сравнить спектры различных образцов, объединить спектры, снятые на разных кристаллах.

Программа "КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ" позволяет определить содержание анализируемых элементов по предварительно построенным градуировочным зависимостям на образцах известного состава.

Запуск программ производится в соответствии с инструкциями, изложенными в "Руководстве пользователя" РА4.000.000 ИЗ. Дальнейшая работа спектрометра осуществляется в соответствии с выбранной программой. Некоторые рекомендации по выбору условий измерений в программе "КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ" и проведении градуировки прибора даны в приложении Д.

Перед проведением измерений необходимо обработать чистой бязью, смоченной этиловым спиртом, все используемые принадлежности:

- кюветы для жидких и порошковых образцов;
- обоймы;
- защитную лавсановую пленку.

Обработку необходимо проводить перед загрузкой каждого анализируемого объекта и после окончания работ.

Расход спирта на обработку одного объекта – 10 мл

Выключение спектрометра производить в следующем порядке:

- повернуть ключ на лицевой панели спектрометра (отключается высокое напряжение);
- отключить кнопку "POWER" на блоке спектрометрическом;
- выключить компьютер;
- отключить сетевой фильтр "Pilot".

7.6.3. Техническое обслуживание

Техническое обслуживание производить 2 раза в год.

Доливать вакуумное масло в форнасос и воду в систему охлаждения следует по мере необходимости. До указанных меток.

					РА5.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		25
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

Для проведения технического обслуживания необходимо отключить сетевой фильтр "Pilot" от сети и отключить сетевой кабель.

Снять кожух блока спектрометрического вакуумного, напустить в устройство спектрометрическое воздух, отвернув винт на клапане, установленном на вакуумном насосе. Затем снять вакуумный кожух.

Ходовой винт механизма сканирования, червячную пару механизма смены кристаллов очистить от пыли и грязи, протереть спиртом.

Нанести на движущиеся части приводов механизмов тонкий слой смазки АМС-3.

Промыть спиртом контакты на соединителях.

Удалить пыль с вентиляционных отверстий.

Если вода в системе охлаждения стала грязной, то ее следует заменить.

Для слива использованной воды нужно приподнять устройство водяного охлаждения на небольшую высоту, отсоединить водяные шланги от спектрометра и слить воду в подготовленную емкость. Присоединить водяные шланги к спектрометру и залить новую воду через крышку на УВО.

Подключить кабели, установить вакуумный кожух, закрыть клапан напуска воздуха в блоке вакуумного насоса, одеть кожух блока спектрометрического вакуумного.

Расход спирта - 6,0 л на один спектрометр в год.

Включите спектрометр, запустите программу "ГРАДУИРОВКА" и проведите проверку градуировок механизма сканирования и детектора в соответствии с программой.

Примечание. Для проведения градуировок используйте градуировочные образцы из комплекта ЗИП.

Техническое обслуживание желательно совмещать с поверкой спектрометра в соответствии с методикой поверки РА1.000.000 Д22.

7.6.4. Перечень возможных неисправностей.

Наименование неисправностей	Вероятная причина	Способ устранения
При нажатии кнопки "POWER" не загорается соответствующий светодиод	Перегорел предохранитель	Сменить предохранитель
Не загорается сигнальный фонарь после включения высокого напряжения	Перегорела лампочка в фонаре	Заменить лампочку
Нет управления механизмами спектрометра	Нарушена связь с компьютером	Нажать кнопку "RESET" на задней панели блока спектрометрического и запустить программу еще раз, возможно потребуется перезагрузить компьютер
Не включается ВИП250	Перегорел предохранитель	Сменить предохранитель

					РА5.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		26
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

Наименование неисправностей	Вероятная причина	Способ устранения
	в ВИП250	
Нет управления ВИП250	Нарушена связь с компьютером	Нажать кнопку "RESET" и снова установить режим
Нет вакуума	Плохо завинчен вакуумный шланг	Плотно закрутить гайку вакуумного шланга
	Дефект входной щели	Заменить входную щель*
	Не завернут напускной винт на блоке вакуумного насоса	Завернуть винт
После подачи высокого напряжения нет тока на рентгеновской трубке	Неисправна трубка или перегорели предохранители (2А, 5А)	Заменить трубку*, заменить предохранители
Поток воды ниже нормы (норма более 70)	Засорилась система охлаждения	1. Поменять местами шланги №1 и №2 на спектрометре на 5-10 минут. 2. Промыть системк чистой водой

Примечания. В случае обнаружения неисправностей, помеченных *, или других неисправностей, обращайтесь непосредственно на предприятие-изготовитель.

7.7. Ограничения по транспортированию

7.7.1. Транспортирование спектрометра в части воздействия климатических факторов осуществляется по условиям 5 ГОСТ 15150-69, в части механических воздействий - по условиям Легкие (Л) ГОСТ 23170-78.

ВНИМАНИЕ! Перед транспортированием спектрометра необходимо слить воду из системы охлаждения рентгеновской трубки!

7.7.2. Перевозки спектрометра осуществляются:

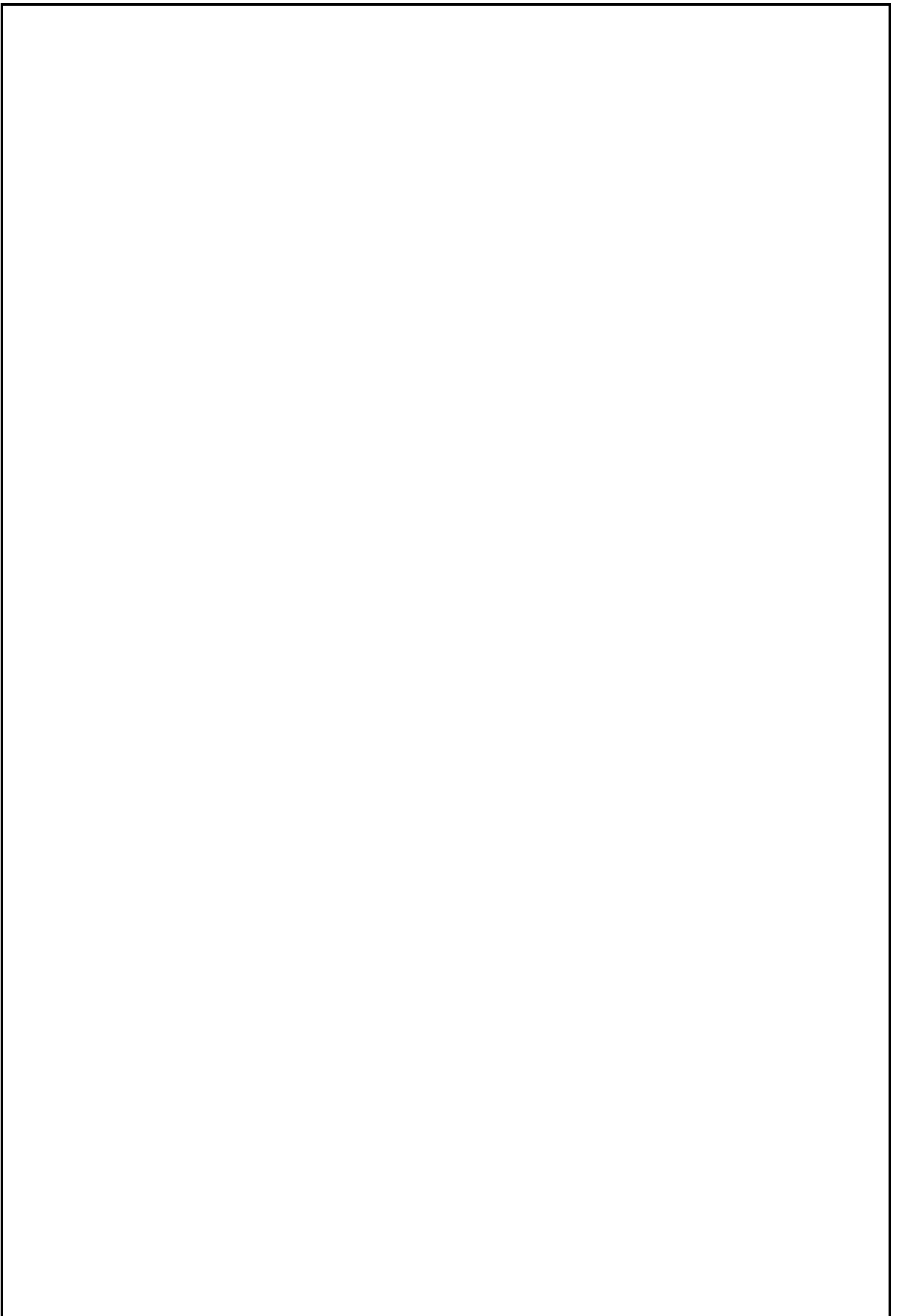
железнодорожным транспортом без перегрузок;

автомобильным транспортом без перегрузок по дорогам с асфальтовым и бетонным покрытиями (дороги 1-й категории) на расстояние до 200 км;

воздушным, железнодорожным транспортом в сочетании их между собой и с автомобильным транспортом, отнесенным к настоящим условиям, с общим числом перегрузок не более 2.

7.7.3. Спектрометр должен храниться на складах изготовителя (потребителя) по условиям хранения 1 ГОСТ 15150-69.

					РА5.000.000 ПС	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		27
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата



ПРИЛОЖЕНИЕ А

УТВЕРЖДАЮ
Директор ГЦИ СИ ФГУП
ВНИИМ имени Д.И.Менделеева



Н.И.Ханов
2012

УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор
ООО «НПО «СПЕКТРОН»




К.Ю.Яшин
2012

АППАРАТЫ РЕНТГЕНОВСКИЕ ДЛЯ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА СПЕКТРОСКАН МАКС

Методика поверки
РА1.000.000. Д22

С изменениями №1

Руководитель отдела испытаний

 О.В. Тудоровская
« 15 » 03 2012 г.

2012 г.

Содержание	Лист
Введение	
1. Операции поверки	3
2. Средства поверки	3
3. Требования безопасности	4
4. Условия поверки и подготовка к ней	4
5. Проведение поверки	5
5.1. Внешний осмотр	5
5.2. Проверка функционирования	5
5.3. Определение метрологических характеристик	6
6. Оформление результатов поверки	9
Приложение:	
Форма протокола поверки.	10

					РА1.000.000 Д22					
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата						
Разраб. Проверил Нач.отд. Н.контр. Утвердил	Прусова Литинский Руднев				Аппараты рентгеновские для спектрального анализа СПЕКТРОСКАН МАКС Методика поверки	Лит.	Л	Л-в		
						О ₁	2	11		
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.		Подп. и дата		

Настоящая методика поверки распространяется на аппараты рентгеновские для спектрального анализа СПЕКТРОСКАН МАКС (в дальнейшем - спектрометры), изготавливаемые ООО «НПО «СПЕКТРОН» и предназначенные для качественного и количественного рентгенофлуоресцентного анализа в соответствии с методиками выполнения измерений, аттестованными в установленном порядке.

В зависимости от диапазона определения химических элементов и конструкции спектрометры имеют следующие модификации: СПЕКТРОСКАН МАКС-G, СПЕКТРОСКАН МАКС – GF, СПЕКТРОСКАН МАКС –F, СПЕКТРОСКАН МАКС- GV.

Настоящая методика устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки в процессе выпуска из производства и в процессе эксплуатации.

Межповерочный интервал - два года.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

внешний осмотр	п. 5.1
проверка функционирования	п. 5.2
определение метрологических характеристик	п. 5.3

1.2. Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается и выдается извещение о непригодности

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки должны применяться средства поверки, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Номер пункта МП	Наименование и тип основного средства поверки, обозначение НД, регламентирующего технические требования и (или) МХ
5.1	Термометр типа ТЛ-4 по ТУ 25-1819.0021-90, диапазон температур от 0 до 50 °С
5.12	Психрометр аспирационный типа М34 по ТУ 25-1607.054-85, диапазон измерений относительной влажности от 0 до 100 %
5.2, 5.3	ГСО приведены в таблице А.2

Примечание. Допускается применение при поверке других средств измерений с аналогичными метрологическими характеристиками.

					РА1.000.000 Д22	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		3
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

2.2. Средства измерений, приведенные в таблице, должны иметь действующие свидетельства о поверке, а стандартные образцы – действующие паспорта.

Таблица 2

ГСО	Обозначение	Регистрационный номер	Модель: СПЕКТРОСКАН МАКС-
СО массовой доли магния в сплаве магниевом литейном	КО-3	ГСО 10013-2011	-GF
СО массовой доли алюминия в первичном алюминии	КО-4	ГСО 10014-2011	-GF
СО массовых долей кальция и фосфора в твердой основе	КО-79	ГСО 10015-2011	-G, -GV, -GF
СО массовой доли кремния в кварцевом стекле	КО 81	ГСО 10016-2011	-GF
СО массовой доли кобальта в твердой основе	КО-83	ГСО 10017-2011	-G, -GV, -GF
СО массовой доли свинца в твердой основе	КО-91	ГСО 10018-2011	-GV
СО массовой доли стронция в твердой основе	КО-98	ГСО 10019-2011	-G, -GV, -GF
СО массовой доли титана в твердой основе	КО-100	ГСО 10020-2011	-GF, -G
СО массовых долей натрия и хлора в твердой основе	КО-107	ГСО 10021-2011	-GV, -GF
СО массовой доли борной кислоты в твердой основе (163)	КО- 163	ГСО 10022-2011	-GV -GF, -F
СО массовой доли серы в минеральном масле	СН-0,100-НС	ГСО 9410-2009	-GF, -F

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. При поверке спектрометров необходимо соблюдать правила безопасности в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на поверяемые спектрометры и применяемые средства поверки.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

4.1. На первичную и периодическую (после ремонта) поверку предоставляются протоколы приемо-сдаточных испытаний в части требований безопасности:

					РА1.000.000 Д22			Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата				4
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.		Подп. и дата

проверка мощности эквивалентной (экспозиционной) дозы излучения и безопасности смены образцов

измерение сопротивления изоляции первичных цепей

испытание изоляции на электрическую прочность

измерение сопротивления заземления

4.2 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

температура окружающего воздуха $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;

относительная влажность до 80 % ;

напряжение питания переменного тока для

спектрометрического блока $(220 \pm 22) \text{ В}$;

фон внешнего гамма-излучения в помещении

не более 0,25 мкЗв/ч;

время прогрева спектрометров 1 ч.

4.3. Спектрометры и средства поверки должны быть подготовлены к работе в соответствии с их эксплуатационной документацией.

5. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1. Внешний осмотр

5.1.1. Внешний осмотр спектрометра предусматривает проверку:

комплектности;

отсутствие механических повреждений корпуса;

крепление органов управления и четкости фиксации;

состояние лакокрасочных покрытий.

5.2. Проверка функционирования (опробование)

5.2.1. Установить в пробозагрузочное устройство стандартный образец кобальта.

5.2.2. Для спектрометра СПЕКТРОСКАН МАКС–GV включить ЭВМ и запустить программу «ГРАДУИРОВАНИЕ» в соответствии с указаниями "Руководства пользователя". Установить на рентгеновской трубке режим: 40 кВ, 0,5 мА и дважды измерить скорость счета на линии Со КА на кристалле LiF(200), установив время измерения 20 с.

5.2.3. Для спектрометров остальных модификаций включить ЭВМ и запустить рабочую программу. Войти в режим «КАЛИБРОВКА», установить рабочее напряжение на рентгеновской трубке 40 кВ , 100 мкА и дважды измерить скорость счета на линии Со КА , установив время измерения 20 с.

					РА1.000.000 Д22	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		5
Инв.№ подл.	Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата	

5.2 4. Убедитесь, что спектрометр функционирует в режиме измерения скорости счета.

5.3 Определение метрологических характеристик

5.3.1. Поверку скоростей счета, соответствующих определяемым химическим элементам, и контрастностей проводят с использованием стандартных образцов согласно таблицам 3 и 4 на соответствующих аналитических линиях.

Проверка диапазона определяемых химических элементов проводится при определении скоростей счета и контрастностей на линиях NaK_{α} и SrK_{α} для СПЕКТРОСКАН МАКС -GV, для СПЕКТРОСКАН МАКС-F на линиях элементов, указанных в паспорте на данный спектрометр, на линиях CaK_{β} и SrK_{α} - для остальных модификаций.

5.3.2. Для определения значения скорости счета на соответствующем стандартном образце проводят не менее трех измерений длительностью 10 с для P, Cl, Ti, Co, Sr, Pb и 100 с для Ca, Na, Mg, Si, Al, S.

Для СПЕКТРОСКАН МАКС-GV установить напряжение на рентгеновской трубке 40 кВ, ток и используемые кристалл-анализаторы согласно таблице А.3; для СПЕКТРОСКАН МАКС-G, -GF, -F ток и напряжение согласно таблице А.4

Таблица 3

Элемент, аналитическая линия	Регистрационный номер стандартного образца	Кристалл-анализатор	Ток трубки, мА, не более	Скорость счета не менее, с ⁻¹	Контрастность, не менее
Na K α	ГСО 10021-2011 (КО-107)	ML(KAP)	4	5	2
Ca K α	ГСО 10015-2011 (КО-79)	C002(PET)	0,5	5000	40
Co K α	ГСО 10017-2011 (КО-83)	LiF(200)	0,5	30000	40
Sr K α	ГСО 10019-2011 (КО-98)	LiF(200) LiF(220)	0,5	30000	10
Pb L α	ГСО 10018-2011 (КО-91)	LiF(200)	0,5	15000	5
НЗВОЗ	ГСО 10022-2011 (КО-163)				

Примечание. При измерении на стандартном фоновом образце КО-163 ток рентгеновской трубки устанавливается в соответствии с током аналитической линии.

					РА1.000.000 Д22		Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата			6
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.	Подп. и дата

Таблица 4

Элемент, аналитическая линия	Регистрационный номер стандартного образца	Ток трубки, мА,	Напряжение на трубке кВ,	Скорость счета, с-1	Контрастность	Модель: СПЕКТРОСКАН МАКС-
Ti K α	ГСО 10020-2011 (КО-100)	0,1	40	70	5	-G, -GF
Co K α	ГСО 10017-2011 (КО-83)	0,1	40	10000	30	-G, -GF
Sr K α	ГСО 10019-2011 (КО-98)	0,1	40	10000	7	-G, -GF
Ca K β	ГСО 10015-2011 (КО-79)	0,1	40	20	1.02	для кд канала
Ca K	ГСО 10015-2011 (КО-79)	0,15	5-5,5	1000	10	для эд канала
НЗВОЗ	ГСО 10022-2011 (КО-163)					-G, -GF, F
Al K	ГСО 10014-2011 (КО-4)	0,15	3-4,5	1000	20	-GF и F
P K α	ГСО 10015-2011 (КО-79)	0,15	4-5	50	2	GF и -F
S K α	ГСО 9410-2009	0,15	4,5-5,5	200	3	-GF и -F
Cl K	ГСО 10021-2011 (КО-107)	0,15	5-5,5	50	2	GF и -F
Mg K	ГСО 10013-2011 (КО-3)	0,15	3-4,5	300	10	GF и F
Si K	ГСО 10016-2011 (КО-81)	0,15	3-4,5	20	1.3	GF и F

Примечание. Для спектрометров СПЕКТРОСКАН МАКС-GF и СПЕКТРОСКАН МАКС-F скорости счета и контрастности для ЭД каналов определяются на линиях, указанных в паспорте на данный спектрометр. При измерении на стандартном фоновом образце КО-163 ток рентгеновской трубки устанавливается в соответствии с током аналитической линии.

Установите в рабочее положение стандартный образец и проведите три измерения числа импульсов на соответствующей аналитической линии за время экспозиции согласно таблицам 3 и 4.

Вычислите значения скоростей счета V , используя усредненные результаты трех измерений, по формуле :

					РА1.000.000 Д22		Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата			7
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.	Подп. и дата

$$V = \bar{N}_k / T \quad (1)$$

где \bar{N}_k - средний набор импульсов на стандартном образце.;

T - время экспозиции, с.

5.3.3. Установите фоновый образец борной кислоты (КО -163) в рабочее положение и проведите на нем три измерения скорости счета за 100 с при настройке на те же аналитические линии.

Для расчета контрастности используйте усредненные результаты трех измерений. Значения контрастности K для каждой аналитической линии вычислите по формуле:

$$K = \bar{V} \times 100 / N_{\text{кф}} \quad (2)$$

где \bar{V} - аналогично формуле (1)

$N_{\text{кф}}$ - средний набор импульсов на стандартном фоновом образце.

Полученные значения скорости счета и контрастности для всех элементов должны быть не менее указанных в таблице 3 для СПЕКТРОСКАМ МАКС –GV и не менее указанных в таблице 4 для спектрометров остальных модификаций.

5.3.4. Определение основной аппаратурной погрешности проводят с использованием стандартного образца кобальта (КО-83) (для модификации СПЕКТРОСКАН МАКС F -стандартного образца КО-87).

Условия испытаний аналогичны, указанным в п. 5.3.2 для соответствующих линий, время экспозиции увеличивают до 40 с.

Проведите последовательно три серии измерений по 11 измерений в каждой серии с повторной установкой образца при каждом измерении, при этом интервал между измерениями 5 мин..

Для каждой серии измерений рассчитайте дисперсию по формуле

$$S_l^2 = \sum (N_i - \bar{N})^2 \left(\frac{1}{n-1} \right) \quad (3)$$

где N_i - набор импульсов в i-ом измерении в каждой серии;

l - номер серии (= 1,2,3);

\bar{N} - среднее значение набора импульсов в серии;

n – число измерений в серии.

					РА1.000.000 Д22			Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата				8
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №		Инв.№ дубл.	Подп. и дата	

Найденные дисперсии проверьте на однородность (по критерию Кохрена) сравнением G -отношения максимальной дисперсии S^2_{\max} к сумме всех дисперсий - с табличным значением равным 0,674 при $l = 3$, $n = 11$.

$$G = \frac{S^2_{\max}}{\sum S^2} \quad (4)$$

Если G больше 0,674, то после выяснения и устранения причин неоднородности дисперсий измерения повторяют.

Если G меньше 0,674 то дисперсию усредняют и определяют основную аппаратную погрешность A_0 , в процентах, по формуле

$$A_0 = \frac{100}{\bar{N}} * \sqrt{(\bar{S}^2 - \bar{N})} \quad (5)$$

где

$$\bar{S}^2 = \sum_{l=1}^3 S^2 l / 3 \quad , \quad \bar{N} = \sum_{l=1}^3 \bar{N}_l / 3$$

Примечания. 1. Если $\bar{S}^2 < \bar{N}$, значение A_0 принимают равным нулю.

2. Если в каждой серии измерений основная аппаратная погрешность A_0 , рассчитанная по формуле (5) меньше 0,5 %, то проверку по критерию Кохрена допускается не проводить; при этом аппаратной погрешностью считают максимальное из полученных A_0 .

Полученное значение A_0 основной аппаратной погрешности не должно превышать 0,5 %.

6. Оформление результатов поверки

6.1. Измерения, проводимые в процессе поверки, оформляются протоколом, форма которого приведена в приложении А.

6.2. Спектрометр, прошедший поверку с положительными результатами, допускается к применению.

6.3. При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

6.4. При отрицательных результатах поверки спектрометр не допускается к применению, в паспорте производится запись о его непригодности и на него выдается справка о непригодности.

					РА1.000.000 Д22	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		9
Инв.№ подл.		Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата

ПРИЛОЖЕНИЕ А

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Аппарат рентгеновский для спектрального анализа СПЕКТРОСКАН МАКС

Заводской номер _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

1. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

температура окружающего воздуха, С _____

колебания температуры за время поверки. С _____

относительная влажность окружающего воздуха, % _____

фон внешнего гамма-излучения, мкЗв/ч _____

2. РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

2.1. Мощность экспозиционной дозы _____

2.2. Проверка диапазона определяемых элементов

Таблица 1

Длина волны, А			
МАХ		MIN	
по паспорту	фактически	по паспорту	фактически

2.3. Определение скорости счета и контрастности.

Таблица 2

Элемент (аналитическая линия)	Номер стандартного образца	Скорость счета		Контрастность	
		по паспорту	фактически	по паспорту	фактически

2.4. Определение основной аппаратурной погрешности.

Таблица 3

Элемент	Ао, %	
	по паспорту	фактически

4 ЗАКЛЮЧЕНИЕ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПОВЕРКИ

Спектрометр зав.номер _____ признан годным и допущен к эксплуатации.

Поверку произвел _____

" " _____ 201__ г.

					РА1.000.000 Д22	Лист
Изм	Л	№ докум	Подп	Дата		10
Инв.№ подл.	Подп. и дата		Взам. Инв. №	Инв.№ дубл.	Подп. и дата	

ХАРАКТЕРИСТИКИ КРИСТАЛЛ-АНАЛИЗАТОРОВ,
ПРИМЕНЯЕМЫХ В СПЕКТРОСКОПИИ МАКС-GV

Кристалл	Отражающая плоскость	$2d$, Å	Диапазон регистрируемых длин волн (для первого порядка отражения), Å
LiF	220	2,848	0.600 - 2,100
LiF	200	4,028	0.825 - 3.300
Графит	002	6.70	1.450 - 5.430
PEТ	002	8,733	1.800 - 7.300
RbAP	001	26,121	5.330 - 13.000
КАР	001	26.634	5.450 - 13.000

РЕКОМЕНДАЦИИ ОПЕРАТОРУ

1. РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ВЫБОРУ УСЛОВИЙ ИЗМЕРЕНИЯ

1.1. Выбор аналитической линии и кристалла

В режиме "Качественный анализ. Измерение спектров" нужно задать кристалл, на котором будет проведено измерение, порядок отражения, диапазон длин волн, шаг сканирования и экспозицию.

Выбор кристалла определяется тем, какой элемент (или группа элементов) Вас интересует. Пользуясь таблицей ПРИЛОЖЕНИЯ В можно найти наилучший для измерений кристалл и порядок отражения. Эти параметры в таблице выделены.

В таблице для каждого элемента представлены наиболее сильные рентгеновские линии, регистрируемые спектрометром. Обозначения этих линий, принятые в рентгеновской спектроскопии, следующие:

1. Линии одной серии обозначаются буквой К, L, М и т.д.

2. Внутри серии разные линии обозначаются буквами греческого алфавита (в таблице указываются соответствующие буквы латинского алфавита).

3. Каждая линия, как правило, состоит из нескольких близких, которые обозначены цифровыми индексами. В большинстве случаев цифровые индексы в таблице не указаны, так как приводится расчетное значение центра тяжести неразрешающихся линий.

При выборе линии для анализа по данной таблице следует, в первую очередь, ориентироваться на линии с индексом "альфа" - К_Α, L_Α и M_Α - как наиболее сильные в данной серии. Из разных серий оптимальной будет та, которая регистрируется на кристалле, выделенном в таблице.

Например, нужно определить наличие брома (35 Br). Выделен в таблице 1-й порядок отражения кристалла LiF200, на котором регистрируется К-серия этого элемента. L-серия брома регистрируется на кристалле KAP (RbAP), но анализ в данном случае будет намного менее чувствителен, поэтому использовать эти кристаллы для проведения анализа по данному элементу не рекомендуется.

Другой пример - анализ на олово (50 Sn). Этот элемент рекомендуется измерять по L-серии на кристалле C002, потому что в данном случае анализ будет намного эффективнее, чем по К-серии.

1.2. Выбор диапазона длин волн

При регистрации спектра диапазон длин волн следует устанавливать от длины волны на 100 мÅ меньше самой коротковолновой интересующей Вас линии до длины волны на 100 мÅ больше самой длинноволновой линии - для кристаллов C002, LiF200, PET. Для кристалла KAP (RbAP) - на 200 м Å соответственно.

При задании диапазона длин волн нужно учесть, что для лучшей расшифровки, кроме сильной линии (К_Α, L_Α, M_Α), полезно захватить при снятии спектра как можно больше линий элемента данной серии. Ограничением может быть граница диапазона, указанная для каждого кристалла в программном обеспечении.

1.3. Выбор шага сканирования

Рекомендуемые значения шага сканирования для кристаллов следующие:

C002..... 10 м Å (от начала диапазона до 4800 мÅ)

5 м Å (от 4800 м Å до конца диапазона)

LiF200..... ..5 м Å

PET..... 10 м Å (от начала диапазона до 5000 мÅ)

5 м Å (от 5000 м Å до конца диапазона)

KAP.(RbAP)... 30 м Å

Могут быть выбраны и другие значения шага по желанию оператора, но следует учесть, что при слишком маленьких значениях шага и широком диапазоне сканирования процесс может занять значительное время без получения дополнительной информации..

1.4. Выбор экспозиции и режима ВИП-250

Режимы источника питания для измерения обзорных спектров рекомендуется устанавливать следующими:

LiF200..... 40 kV, 0.5 mA
 C002..... 40 kV, 0.5 mA
 PET..... 40 kV, 2.0 mA
 KAP(RbAP)..... 40 kV, 4.0 mA

Экспозицию рекомендуется устанавливать равную 2 с при предварительном измерении. Если этого значения недостаточно для выявления какой-либо линии, его можно увеличить, исходя из разумного времени измерения спектра. Кроме того, для увеличения чувствительности, можно повысить режим работы ВИП-250 до 40 kV, 4.0 mA.

В качестве примера приводим рекомендуемые условия снятия спектров образцов из комплекта поставки.

Таблица Д.1

Образец	Кристалл	Диапазон, мÅ	Шаг, мÅ	Ток трубки, mA	Экспозиция, с
GR	LiF(200)	850 – 2400	5	0.5	2
		2400-3000	3	1,0	2
GR	C(002)	3000-4800	10	0.5	2
GR	C(002)	4800-5550	5	1	2
GR	PET	6950-7250	3	4	5
P23 %	PET	6050-6250	5	4	3
Na2SO4	C(002)	5300-5450	5	0.5	2
Al 100 %	KAP /RbAP	7800-8800	20	4	2
Mg 100%	KAP	9500-10300	20	4	5
Na2SO4	KAP	11600-12300	40	4	20

2. СТРАТЕГИЯ СЪЕМКИ ОБЗОРНЫХ

Съемка обзорных спектров целесообразна в том случае, когда ожидаемая концентрация элементов в 10-20 раз превышает предел обнаружения рентгеновского спектрометра в режиме количественного анализа. В противном случае расшифровка спектра сложна, и, если не проводить статистическую оценку аналитического сигнала, однозначно приводит к нелепым результатам.

Диапазоны регистрируемых длин волн для каждого из пяти кристалл-анализаторов имеют участки, перекрывающиеся с диапазоном других кристалл-анализаторов. Очевидно, что нужно для каждого кристалл-анализатора выбрать диапазон сканирования, где он имеет наилучшие аналитические характеристики. Кристалл, предназначенный для съемки спектров в самой коротковолновой области - LiF(200), используется во всем возможном диапазоне сканирования. Продолжает диапазон, снятый на кристалле LiF(200), кристалл графита C(002). Этими двумя кристаллами закрывается диапазон анализируемых элементов от серы до урана. На долю двух кристаллов - PET, KAP (RbAP) остается анализ пяти элементов: P, Si, Al, Mg, Na. Снимать на этих кристаллах спектры в широком диапазоне длин волн не следует. Нужно снимать только участки в районе КА линий для каждого элемента отдельно. Так нужно поступать по следующим причинам:

промежуточные участки спектров практически неинформативны для нас;

съемка этих участков займет много времени;

линии других элементов, лежащие в этом диапазоне длин волн, отличаются от более коротковолновых, регистрируемых на LiF(200) и графите, значительно меньшей интенсивностью;

на этих кристаллах будут заметно проявляться коротковолновые линии в высших порядках дифракции, вследствие чего расшифровка спектров сильно усложняется, а итог ее бесполезный, так как все эти линии во много раз лучше проявятся на других кристалл-анализаторах.

Интерес для нас представляют только линии, перекрывающиеся с исследуемой аналитической линией. Эта ситуация не типичная (кроме одного случая: 3-ий порядок Ca KA перекрывается с линией Mg KA) и легко обнаруживается на участке спектра непосредственно около аналитической линии.

Рекомендуемые диапазоны съемки и величина шага сканирования для обзорных спектров приведены в таблице Д.2.

Таблица Д.2

Кристалл-анализатор	Диапазон сканирования мÅ	Шаг, мÅ	Определяемые элементы			
			по K-серии		по L - серии	
			1 порядок	2 порядок	1 порядок	2 порядок
LiF(200)	820-2800	5	39Y 22Ti	54Xe 1Ga	94Pu -56Ba	вспомогательный
	2450-3300	3	21Sc- 22Ti	вспомогательный	59Pr-52Te	
C(002)	2950-4300	10	18Ar- 21Sc		55Cs- 47Pd	
	3800-5500	5	16S 18Ar		49In- 42Mo	
PET	6000-6250	5	15 P		не эффект.	
	6950-7200	4	14 Si		не эффект	
KAP*	7800-8750	30	13 Al			
	94000-10300	30	12 Mg			
	11400-12300	30	11 Na			

Съемка спектра для определения наличия элемента на пределе чувствительности требует длительных экспозиций, поэтому съемка в широком диапазоне, в расчете пройти по всей таблице элементов, вообще нецелесообразна при малых содержаниях. Нужно или концентрировать пробу, или заниматься обнаружением элемента «прицельно»: снимать спектр только в районе линии для выбора фоновых точек и проводить измерения в режиме количественного анализа.

Для получения хороших спектров нужно стремиться улучшить статистику, т.е. увеличивать число набранных импульсов, но набирать больше 10^4 импульсов на фоне нецелесообразно. При этом следует помнить, что большое число набранных импульсов не освобождает от необходимости статистической оценки.

3. РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ГРАДУИРОВАНИЮ СПЕКТРОМЕТРА

ПЕРЕД ВЫПОЛНЕНИЕМ ЭТОЙ ОПЕРАЦИИ СОЗДАЙТЕ КОПИЮ НАСТРОЙКИ СПЕКТРОМЕТРА !

3.1. При запуске программы, обеспечивающей работу спектрометра, на рабочем столе компьютера появляется окно Главной программы.

Из окна Главной программы откройте команду “Параметры” и создайте резервную копию конфигурации прибора.

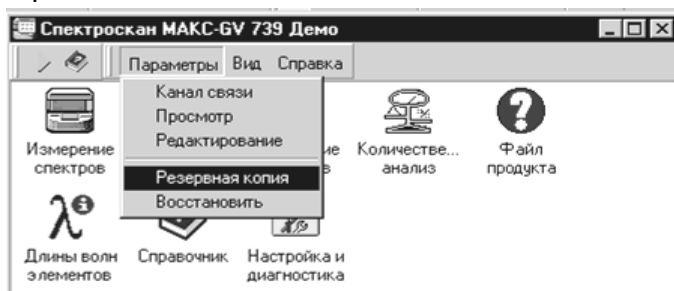


Рис. Д3.1

В открывшемся окне задайте имя файла, в котором будут сохранены текущие настройки прибора.

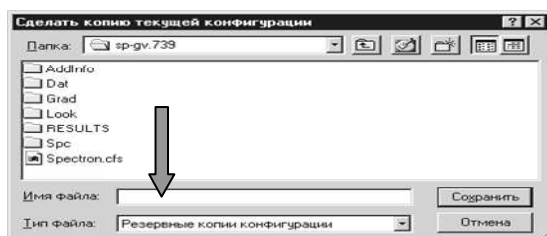
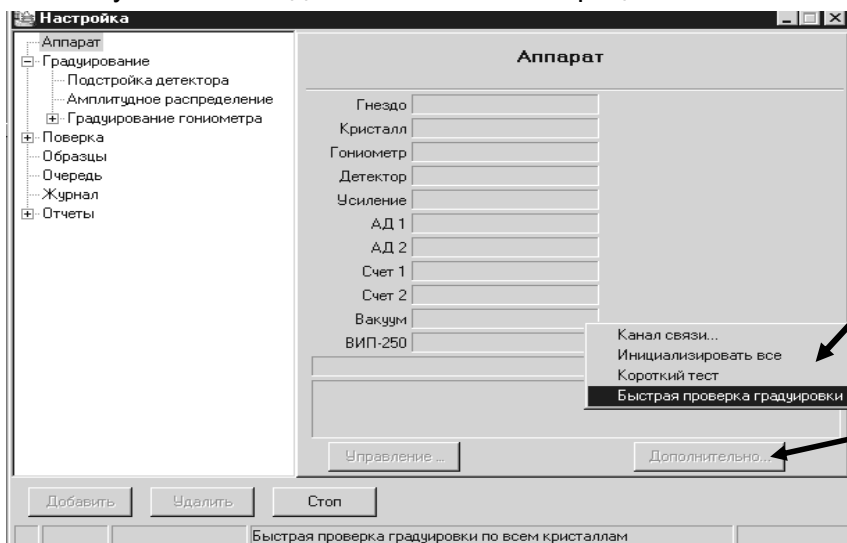


Рис. Д3.2

Задачей градуировки является привязка волновой шкалы спектрометра для всех кристаллов, привязка положения кристаллов и выбор рабочего напряжения детектора для каждого кристалла.

3.2. Откройте из окна Главной программы (Рис. Д3.1) страницу программ «Настройка и диагностика», щелкнув мышкой по соответствующему значку.

3.3. Запустите программу «Градуировка» и далее работайте в ней. Эта программа позволяет не только настроить спектрометр, но и провести проверку работоспособности всех механизмов, а также быстро проверить изменения в градуировке. Чтобы выполнить проверку нужно запустить меню дополнительных операций



меню дополнительных операций

запуск меню дополнительных операций

Рис. Д3.3

3.4. Загрузите в пробоподачу шесть образцов: Gr, Na₂SO₄, Mg, Al, P, KCl
 Выбрав нужный образец и указав номер гнезда, щелкните мышкой по кнопке “>”.



Рис. Д3.4

Для установки образца в указанное гнездо щелкните мышкой по кнопке “Загрузка”, выбранное гнездо будет выведено под загрузку.

3.5. Начинать градуировку можно с любого кристалла. При градуировании должны быть измерены все линии, по которым уже проводилась градуировка. Их можно измерять все сразу или по одной (по Вашему желанию).

Выберите кристалл, двойным щелчком мышки отметьте линии, по которым хотите провести градуировку, и нажмите клавишу ПУСК.

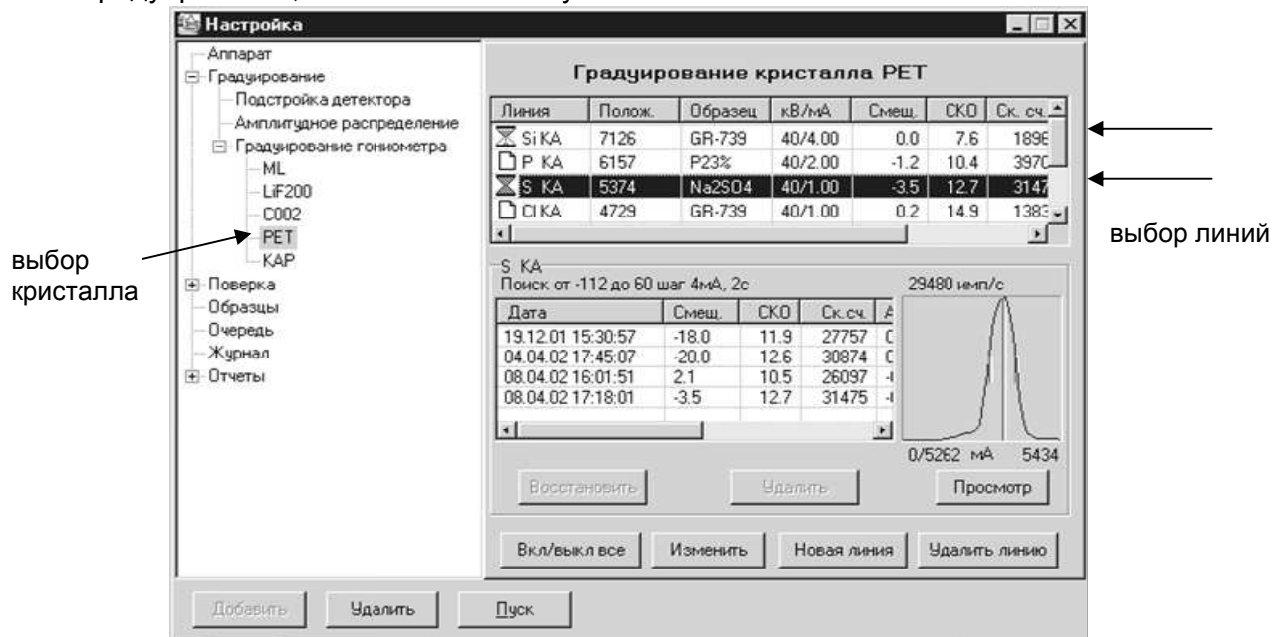


Рис. Д3.5

Использование клавиши **Вкл/выкл все** позволяет ввести (или отменить) сразу все линии для градуировки выбранного кристалла.

Изменить условия градуировки для любой линии можно выбрав команду **Изменить**

Особое внимание следует обратить на образец, используемый для настройки. При необходимости указать нужный из имеющегося списка (или даже создать новый)(см.рис. Д3.6).

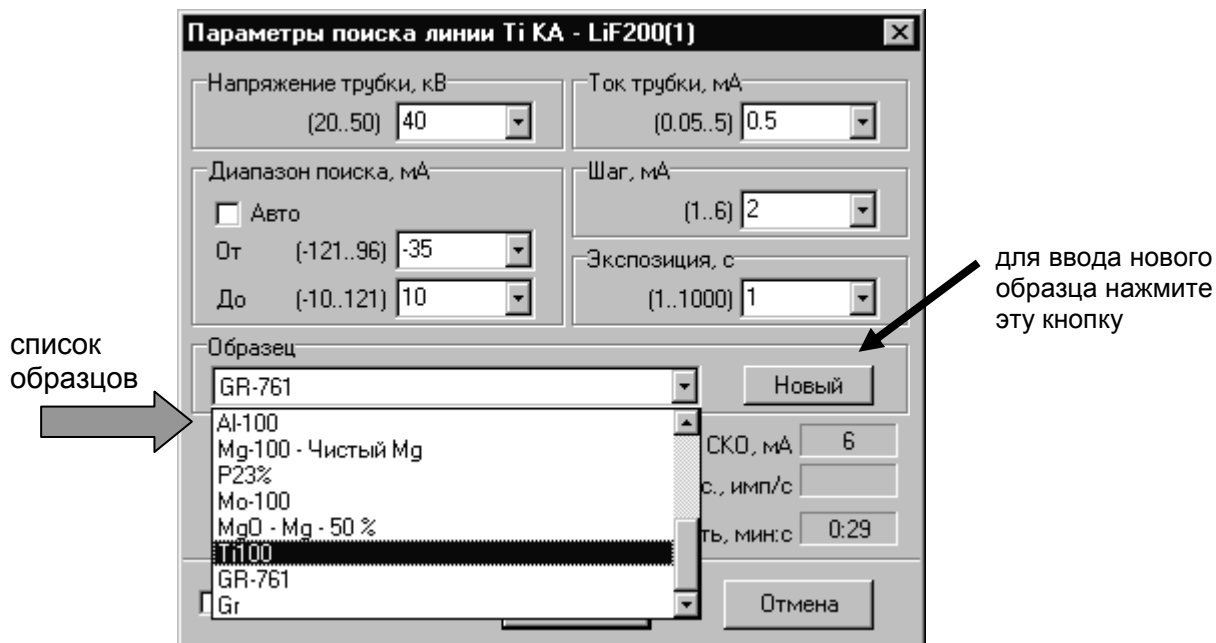


Рис. Д3.6

Градуировку лучше начинать с самой длинноволновой линии, т.е. на кристаллах LiF, C002, PET - Ti Ka, S Ka и Si Ka соответственно, а на кристаллах KAP и ML –на линии Mg Ka.

3.6. После привязки одной линии следует проверить правильность установки положения кристалла. Для этого следует

установить в рабочее положение образец,

установить гониометр в положение, соответствующее аналитической линии элемента, присутствующего в установленном образце (“Аппарат”, “Гониометр”, “Переход на линию”)

установить режим работы рентгеновской трубки

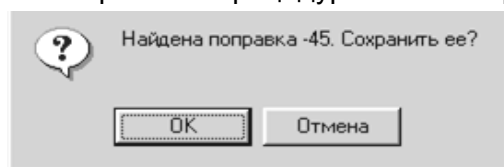
в программе открыть меню “Аппарат”, затем “Кристалл” и “Поиск максимума”

Программа выполнит все необходимые операции



Рис. Д3.7

После завершения процедуры поиска при изменении положения кристалла будет выдан запрос:



Если поправка не превышает 20 шагов, то ее можно не учитывать.

3.7. Затем нужно проверить правильность установки высокого напряжения на детекторе

В спектрометре для каждого кристалла устанавливается свое напряжение на детекторе.

При правильной установке напряжения на детекторе максимум амплитудного распределения импульсов 1 порядка должен быть 900 мВ.

Чтобы измерить амплитудное распределение нужно:
 установить в рабочее положение образец;
 установить гониометр в положение, соответствующее аналитической линии элемента, присутствующего в установленном образце;
 установить режим работы рентгеновской трубки.
 в программе открыть меню “Градуирование“, затем “Амплитудное распределение” и, выбрав линию (если отсутствует в списке, то ввести нужную линию), запустить измерения.

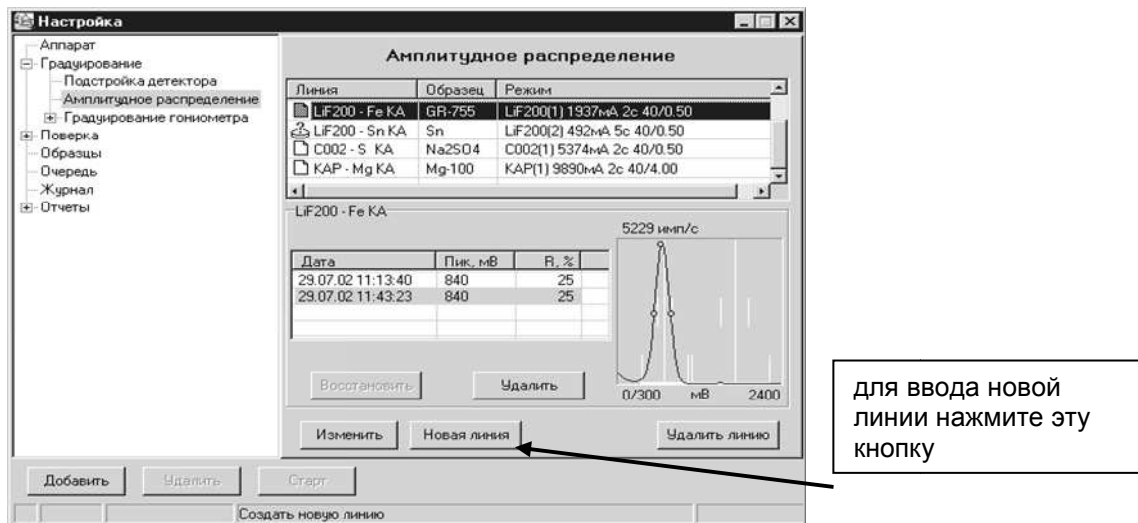


Рис. Д3.8

После запуска измерений откройте меню «Аппарат» и определите положение максимума амплитудного распределения.

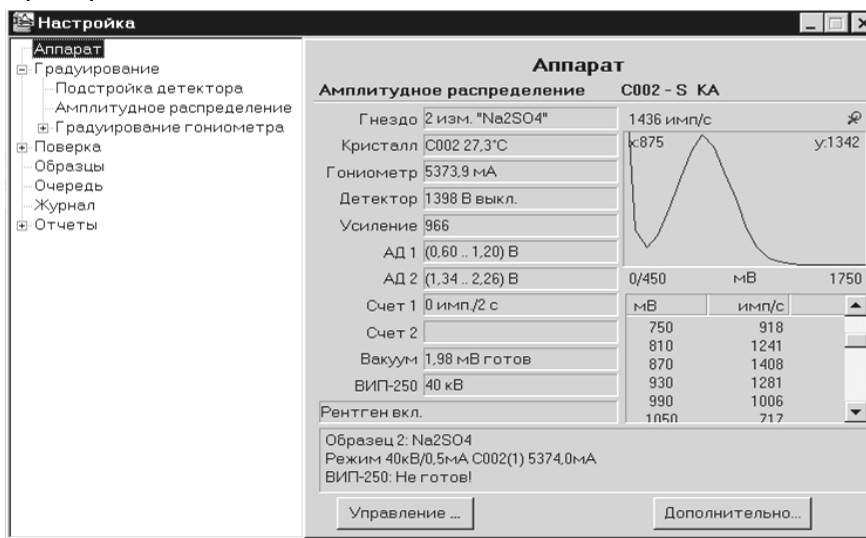


Рис. Д3.9

Если максимум интенсивности приходится на 900 ± 50 мВ (для линий, измеряемых в 1 порядке отражения, или 1800 ± 50 мВ – для 2 порядка отражения), то значение напряжения можно не корректировать.

3.8. Для корректировки напряжения на детекторе выберите режим «Подстройка детектора», выделите кристалл для которого хотите уточнить напряжение на детекторе и запустите измерения.

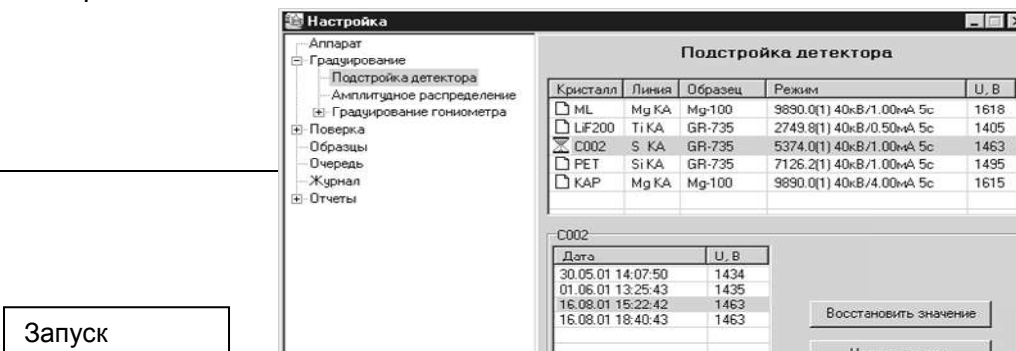


Рис. Д3.10

Аналитические линии, образцы и режимы рентгеновской трубки при подборе напряжения на детекторе для всех кристаллов указаны в таблице Д.3.1

Таблица Д.3.1

Кристалл	Линия	Образец	Режим ВИП
ML	Mg Ka	Mg100%	40 кВ, 1 мА
LiF200	Ti KA	Grad	40 кВ, 0,5 мА
C002	S KA	Na ₂ SO ₄	40 кВ, 0.5 мА
PET	Si Ka	Grad	40 кВ, 1 мА
KAP	Mg Ka	Mg100%	40 кВ, 4 мА

3.9. Программа “Градуировка” поможет также провести поверку аппарата.

Для проведения поверки необходимо иметь стандартные образцы состава, указанные в таблице 2 паспорта

Перед проведением поверки прогрейте аппарат в течение часа.

- Загрузите в пробоподачу образцы (см.п.3.4)
- Выберите режим “Поверка”, откройте закладку “Скорость счета и контрастность”
- двойным щелчком левой кнопки мышки укажите элементы, для которых хотите измерить скорость счета и контрастность, и запустите измерения (см. рис. Д3.11)

Для измерения аппаратной погрешности выберите соответствующий режим и запустите измерения. Можно запустить только одну серию измерений, а при желании сразу все три серии (двойным щелчком левой кнопки мыши выделить нужное число серий).

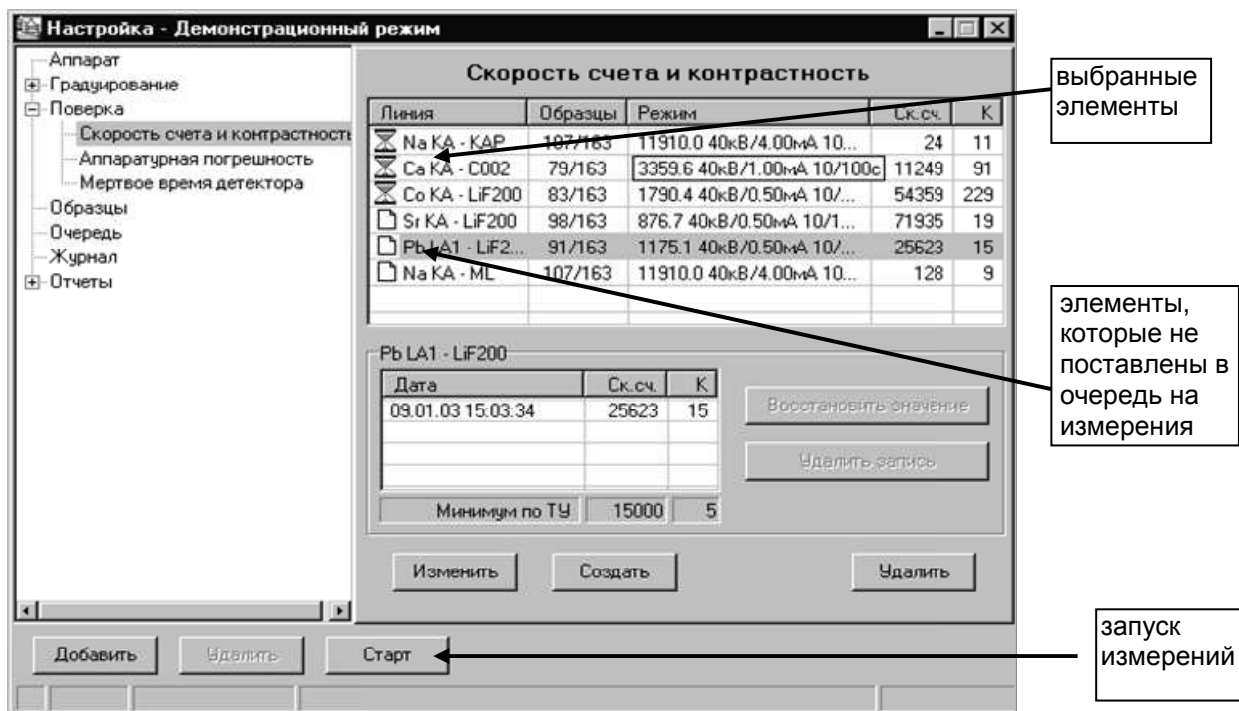


Рис. Д3.11

Результаты измерений будут записаны в протокол, который вы сможете увидеть, выбрав режим "Отчеты" (см. рис. Д3.12).

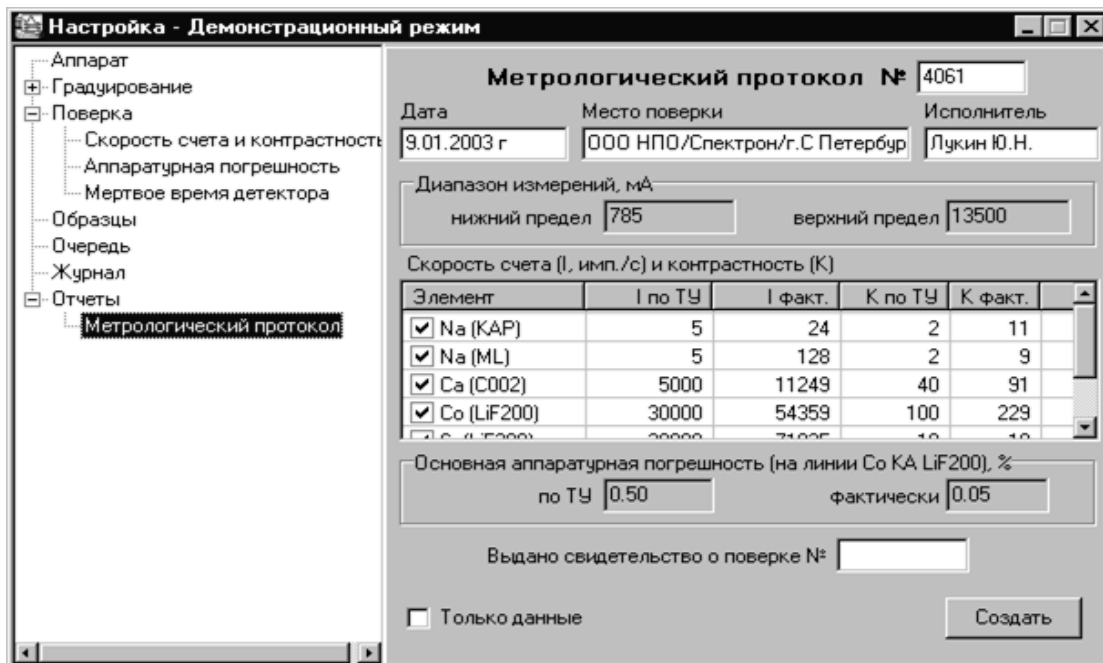


Рис. Д3.12

4. РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ОБСЛУЖИВАНИЮ ВИП-250

ВНИМАНИЕ! Температура окружающего воздуха не ниже 0°C!

В случае возможного охлаждения до более низких температур **необходимо слить воду!**

Диапазон установки высокого напряжения от 20 кВ до 40кВ.

Диапазон установки тока трубки от 0,05 до 5 мА.

Предельные режимы работы рентгеновской трубки приведены в таблице Д.4 1

Таблица Д.4.1

U кВ	20	30	40
I мА	1.5	4	5

В схеме источника питания установлены защиты:

по высокому напряжению - 55 кВ,

по току - 5.5 мА,

по мощности -200 Вт (45 кВ, 4.5мА),

по температуре на аноде рентгеновской трубки - + 80 °С,

по потоку охлаждающей воды - 0.6 л/мин.

При срабатывании одной из защит высокое напряжение отключается, и включается звуковой сигнал. Причину срабатывания защиты можно установить в программе "Качественный анализ. Измерение спектров" или в режиме измерения параметров ВИП-250 в программе "Градуировка". Это состояние сбрасывается при нажатии кнопки "Reset".

При транспортировке прибора или в случае возможного замораживания следует СЛИТЬ ВОДУ !

Время прогрева ВИП перед работой 20-30 минут. При этом на ВИП должен быть установлен рабочий режим, например, 40 кВ, 1 мА. Рекомендуется использовать программу ТЕСТ--прогон» или «Прогрев» в режиме «Пакетных измерений»-

После длительных перерывов в работе (5-7 дней) - выход в рабочий режим 1 час. Для тренировки рентгеновской трубки желательно ежедневное включение ВИП на 0.5-1 час.

Возможные неисправности ВИП и способы их устранения приведены в таблице Д.4.2.

Таблица Д.4.2

Неисправность	Способ устранения
Сработала одна из защит (появился звуковой сигнал).	Нажать кнопку "Reset" . При повторном срабатывании защиты необходимо определить причину)
защита по току или напряжению по температуре	снизить режим рентгеновской трубки Снизить режим либо сделать перерыв в работе)
фонарь	Проверить разъем или лампочку фонаря
Автоматическое отключение ВИП от сети , при этом гаснет сигнальный фонарь	Нажать кнопку "Reset" .В случае повторного срабатывания, повторить указанные действия, установив режим 25 кВ , 0,1 мА Проверить предохранитель 5А, заменить его при необходимости

Лист регистрации изменений

Изм	Номера листов (страниц)				Всего листов (страниц) в докумен-те	№ документа	Входящий № сопроводи- тельного документа	Подпись	Дата
	изменен- ных	заменен- ных	новых	аннули- рованных					