

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ  
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ  
(ФГУП «УНИИМ»)**

**Утверждаю**  
Директор ФГУП «УНИИМ»



С.В. Медведевских

" 30 " 06 2016 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Спектрометры эмиссионные SpectroCheck**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

**МП 79-241-2016**

**Екатеринбург**

**2016**

## **ПРЕДИСЛОВИЕ**

- 1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)**
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Зеньков Е.О.**
- 3 УТВЕРЖДЕНА ФГУП «УНИИМ» в июне 2016 г.**

## СОДЕРЖАНИЕ

<b>1</b>	<b>ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ.....</b>	<b>4</b>
<b>2</b>	<b>НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....</b>	<b>4</b>
<b>3</b>	<b>ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....</b>	<b>4</b>
<b>4</b>	<b>СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....</b>	<b>5</b>
<b>5</b>	<b>ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ.....</b>	<b>5</b>
<b>6</b>	<b>УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ.....</b>	<b>6</b>
<b>7</b>	<b>ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....</b>	<b>6</b>
<b>8</b>	<b>ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....</b>	<b>6</b>
	8.1 Внешний осмотр.....	6
	8.2 Опробование. ....	6
	8.3 Проверка метрологических характеристик.....	6
<b>9</b>	<b>ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....</b>	<b>9</b>
	<b>ПРИЛОЖЕНИЕ А.....</b>	<b>10</b>

Государственная система обеспечения единства измерений Спектрометры эмиссионные SpectroCheck Методика поверки	МП 79-241-2016
---	----------------

Дата введения в действие: июнь 2016 г

## 1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры эмиссионные SpectroCheck (далее – спектрометры) производства фирмы «Spectro Analytical Instruments GmbH», Германия и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Интервал между поверками – один год.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России N 1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минтруда России №328н от 24.07.2013 "Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок"

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

## 3 Операции поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3		

<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
3.1 Проверка СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений	8.3.1	да	да
3.2 Проверка относительной погрешности результатов измерений	8.3.2	да	да
3.3 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов	8.3.3	да	нет

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, спектрометр бракуется.

## **4 Средства поверки**

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- стандартные образцы состава сталей углеродистых и легированных: ГСО 4165-91П, ГСО 2489-91 – 2497-91 (аттестованные значения – массовая доля элементов от 0,0022 до 2,23 %, абсолютная погрешность от  $\pm 0,0005$  % до  $\pm 0,01$  %);

- стандартные образцы состава сталей легированных типов ГСО 4506-92П – 4510-92П (аттестованные значения – массовая доля элементов от 0,0057 до 19,75 %, абсолютная погрешность от  $\pm 0,0004$  % до  $\pm 0,06$  %);

- стандартный образец состава меди ГСО 8096-2002 комплект МБ (аттестованные значения – массовая доля элементов от 0,00003 до 0,20 %, абсолютная погрешность от  $\pm 0,00001$  % до  $\pm 0,007$  %);

- стандартные образцы состава латуни ГСО 10742-2016 (аттестованные значения – массовая доля элементов от 0,00134 до 74,0 %, абсолютная погрешность от  $\pm 0,00026$  % до  $\pm 0,4$  %).

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и диапазоны измерений.

## **5 Требования безопасности и требования к квалификации поверителей**

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №328н от 24 июля 2013 г., требования ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.2.003.

Поверитель перед проведением поверки спектрометров должен ознакомиться с руководством по эксплуатации на спектрометр и пройти обучение по технике безопасности на месте проведения поверки.

## 6 Условия проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 18 до 25
- относительная влажность воздуха, (при  $t = 20$  °С), %, не более 80

6.2 Спектрометры устанавливаются вдали от источников магнитных и электрических полей.

## 7 Подготовка к поверке

7.1 Спектрометр подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее - РЭ).

7.2 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготовить в соответствии с их инструкцией по применению.

## 8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование.

8.2.1 Проверить работоспособность органов управления и регулировки спектрометра при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО спектрометра. Идентификационное наименование ПО идентифицируется при включении спектрометра или при обращении к соответствующему подпункту меню. Идентификационное наименование ПО должно соответствовать указанному в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	Spark Analyzer Pro CHECK
Номер версии ПО	-
Цифровой идентификатор ПО	-

8.3 Проверка метрологических характеристик.

8.3.1 Проверка СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений

Проверку СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений массовой доли элементов провести с использованием не менее двух ГСО, указанных в разделе 4 настоящей методики. Выбрать несколько компонентов в разных ГСО так, чтобы массовые доли выбранных для проверки компонентов в ГСО находились в начале, середине и в конце диапазона измерений.

Выполнить не менее 5 измерений массовой доли элементов каждого из используемых ГСО.

По результатам измерений для каждого ГСО рассчитать среднее арифметическое ( $\bar{I}_j$ ) и СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений ( $S_j$ ) по формулам:

$$\bar{I}_j = \frac{\sum_{i=1}^n I_{ij}}{n}, \quad (1)$$

$$S_j = \frac{1}{\bar{I}_j} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_{ij} - \bar{I}_j)^2}{n-1}} \cdot 100, \quad (2)$$

где  $I_{ij}$  - результат  $i$ -го измерения массовой доли  $j$ -го элемента, %;

$n$  - количество измерений.

### 8.3.2 Проверка относительной погрешности результатов измерений массовой доли элементов

Проверку относительной погрешности результатов измерений массовой доли элементов провести с использованием не менее двух ГСО, указанных в разделе 4 настоящей методики. Выбрать несколько компонентов в разных ГСО так, чтобы массовые доли выбранных для проверки компонентов в ГСО находились в начале, середине и в конце диапазона измерений.

На основании результатов измерений, полученных по 8.3.1, рассчитать относительную погрешность результатов измерений массовой доли элементов по формуле

$$\delta_i = \frac{\frac{tS_i}{\sqrt{n}} + \sqrt{(\bar{X}_i - A_i)^2 + \Delta A_i^2}}{A_i \left[ \frac{S_i}{\sqrt{n}} + \sqrt{\frac{(\bar{X}_i - A_i)^2 + \Delta A_i^2}{3}} \right]} \cdot \sqrt{\frac{\Delta A_i^2 + (\bar{X}_i - A_i)^2}{3} + \frac{S_i^2}{n}} \cdot 100, \quad (3)$$

где  $t$  - коэффициент Стьюдента, который зависит от доверительной вероятности  $P$  и числа результатов наблюдений  $n$ , равен 2,78 для  $n=5$   $P=0,95$ ;

$n$  - количество измерений;

$A_i$  и  $\Delta A_i$  - аттестованное значение и абсолютная погрешность массовой доли элемента в ГСО, %;

$S_i$  - СКО результатов измерений массовой доли элементов, рассчитанное по формуле

$$S_i = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_{ij} - \bar{I}_j)^2}{n-1}}. \quad (4)$$

Полученные значения относительной погрешности результатов измерений массовой доли элементов должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

### 8.3.3 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов

Проверку диапазона измерений массовой доли элементов провести одновременно с определением СКО и отн. погрешности по 8.3.1-8.3.2 (провести измерения массовой доли элементов в начале, середине и в конце диапазона измерений).

Полученные значения диапазона измерений массовой доли элементов должны удовлетворять требованиям Таблицы 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики спектрометров

Наименование характеристики	Значение характеристики
Диапазон измерений массовой доли элементов, %	0,0001 - 50
Предел допускаемого среднего квадратического отклонения случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений для диапазона массовых долей, %	
от 0,0001 до 0,01 % включ.	10
св. 0,01 до 1 % включ.	5
св. 1 до 50,0 % включ.	2
Пределы допускаемой относительной погрешности результатов измерений в диапазоне, %:	
от 0,0001 до 0,01 % включ.	± 20
св. 0,01 до 1 % включ.	± 10
св. 1 до 50,0 % включ.	± 5

8.3.4 Если спектрометр используется не в полном диапазоне измерений, допускается поверку проводить в более узком диапазоне измерений с указанием этого диапазона измерений в свидетельстве о поверке. В этом случае поверку СКО и относительной погрешности результатов измерений и диапазона измерений провести в трех точках используемого диапазона измерений (провести измерения в начале, середине и в конце используемого диапазона измерений).



## **9 Оформление результатов поверки**

9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения А.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815. Знак поверки наносится на лицевую панель спектрометра в соответствии с рисунком 1, приведенным в Описании типа.

9.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство о поверке, гасят клеймо и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815.

**Разработчик:**

**Инженер I категории лаб. 241 ФГУП «УНИИМ»**



**Е.О. Зеньков**

## ПРИЛОЖЕНИЕ А

(рекомендуемое)

### ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № \_\_\_\_\_ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Спектрометр эмиссионный SpectroCheck, зав № \_\_\_\_\_

Документ на поверку: МП 79-241-2016 «ГСИ. Спектрометры эмиссионные SpectroCheck. Методика поверки».

#### Информация об использованных средствах поверки:

#### Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °С \_\_\_\_\_

- относительная влажность воздуха, % \_\_\_\_\_

Результаты внешнего осмотра \_\_\_\_\_

Результаты опробования \_\_\_\_\_

#### Проверка метрологических характеристик

Таблица А.1 – Результаты проверки СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений

Значение массовой доли компонента в ГСО	№ измерения	Результаты измерения массовой доли компонента на спектрометре, %	Среднее арифметическое измеренное значение массовой доли компонента на спектрометре, %	Значение СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений, %	Нормируемое значение СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений, %
	1				
	2				
	3				
	4				
	5				

Таблица А.2 – Результаты проверки диапазонов измерений массовой доли компонентов

Полученные значения диапазона измерений, %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)

Результат проведения поверки: \_\_\_\_\_

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ г, № \_\_\_\_\_

Поверитель \_\_\_\_\_

подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку \_\_\_\_\_