

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

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»



С.В. Медведевских

2018 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА
ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Спектрометры оптико-эмиссионные
портативные Q4 MOBILE
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 215-251-2017**

г. Екатеринбург

2018 г.

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1. РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2. ИСПОЛНИТЕЛЬ** и.о. зав. лаб. 251, к.х.н. Собина Е.П.
- 3. УТВЕРЖДЕНА** директором ФГУП «УНИИМ» в январе 2018 г.

СОДЕРЖАНИЕ

| | | |
|-----|--|---|
| 1 | Область применения | 4 |
| 2 | Нормативные ссылки | 4 |
| 3 | Операции поверки | 4 |
| 4 | Средства поверки | 5 |
| 5 | Требования к квалификации поверителя | 5 |
| 6 | Требования безопасности | 5 |
| 7 | Условия поверки | 5 |
| 8 | Подготовка к поверке | 5 |
| 9 | Проведение поверки | 6 |
| 9.1 | Внешний осмотр | 6 |
| 9.2 | Опробование | 6 |
| 9.3 | Проверка метрологических характеристик | 6 |
| 10 | Оформление результатов поверки | 7 |
| | ПРИЛОЖЕНИЕ А | 8 |

Дата введения в действие: «__» _____ 2018 г.

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на Спектрометры оптико-эмиссионные портативные Q4 MOBILE (далее – спектрометры) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

Интервал между поверками – 1 год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;

Приказ Минтруда России от 24.07.2013 г. №328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 №1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке».

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 |
| 1 Внешний осмотр | 9.1 | да | да |
| 2 Опробование | 9.2 | да | да |
| 3 Проверка метрологических характеристик: | 9.3 | - | - |
| 3.1 Проверка относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала | 9.3.1 | да | да |
| 3.2 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов | 9.3.2 | да | нет |
| 3.3 Проверка чувствительности | 9.3.3 | да | да |

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка и градуировка спектрометра в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, спектрометр бракуется.

3.3 Допускается проводить поверку в ограниченном диапазоне измерений, а также с применением стандартных образцов только с теми матрицами, для которых предполагается использовать спектрометр. Данную информацию приводят на обороте свидетельства о поверке.

4 Средства поверки

4.1 При поверке спектрометра применяют следующие средства поверки:

- ГСО 2495-91П стандартный образец состава сталей углеродистых и легированных типов 13X,60C2, 05кп, 11XФ, 60C2Г, 12X1МФ, 25X1МФ, 30XН2МФА, 12МХ, В2Ф (УГ7и): интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,010 % до 2,59 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,002$ % до $\pm 0,01$ %;

- ГСО 8876-2007 стандартный образец стали легированной типа ХН35ВТ (ЛГ59): интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0083 % до 35,1 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,0003$ % до $\pm 0,1$ %;

- ГСО 6319-92÷6323-92 стандартный образец состава латуни оловянно-свинцовой ЛЦ25С2 (комплект М171): интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,045 % до 72,5 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,005$ % до $\pm 0,7$ %;

- ГСО 7080-93 стандартный образец состава сплава алюминиевого литейного типа АК5М2 (комплект М207): интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,068 % до 7,03 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,003$ % до $\pm 0,29$ %.

4.2 Для контроля внешних влияющих факторов применяют средства измерений температуры и относительной влажности окружающей среды, а также напряжения и частоты переменного тока с диапазонами измерений охватывающими условия по п. 7.

4.3 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены, а стандартные образцы должны иметь действующие паспорта.

4.4 Допускается применение других стандартных образцов утвержденных типов состава металлов и сплавов металлов, имеющих аттестованные значения в интервале массовой доли элементов от 0,001 % до 50 % и обеспечивающих наличие хотя бы одного элемента в каждом проверяемом диапазоне измерений.

5 Требования к квалификации поверителя

К проведению работ по поверке спектрометра допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в порядке, установленном Росстандартом, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на спектрометр.

6 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 №328н, требования ГОСТ 12.2.007.0-75, требования безопасности, указанные в РЭ спектрометра.

7 Условия поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

| | |
|------------------------------------|---------------|
| - температура окружающей среды, °С | от +4 до +41 |
| - относительная влажность, % | от 20 до 80 |
| - напряжение переменного тока, В | от 100 до 240 |
| - частота переменного тока, Гц | 50/60 |

7.2 Спектрометр должен быть установлен вдали от источников магнитных и электрических полей.

8 Подготовка к поверке

8.1 Спектрометр подготовить к работе в соответствии с РЭ.

8.2 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготовить в соответствии

с их паспортами.

9 Проведение поверки

9.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ (кроме расходных материалов);
- четкость обозначений и маркировки.

9.2 Опробование

9.2.1 Включить спектрометр и проверить работоспособность органов управления и регулировки спектрометра в соответствии с РЭ.

9.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО спектрометра.

Идентификационное наименование ПО, номер версии ПО идентифицируется при включении спектрометра, запуска ПО и дальнейшего вывода из ПО на экран монитора номера версии ПО и его идентификационного наименования. ПО должно соответствовать приведенным в таблице 2 идентификационным данным.

Таблица 2 – Идентификационные данные программного обеспечения

| Идентификационные данные (признаки) | Значение |
|---|-----------------|
| Идентификационное наименование ПО | Elemental.Suite |
| Номер версии (идентификационный номер) ПО | не ниже 5.1.2 |
| Цифровой идентификатор ПО | - |

9.3 Проверка метрологических характеристик

Проверку метрологических характеристик проводят при помощи стандартных образцов по п. 4.1.

9.3.1 Проверка относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала

Применяемыми ГСО необходимо обеспечить наличие хотя бы одного элемента в каждом проверяемом диапазоне измерений.

Проводят не менее 10 измерений интенсивности выходного сигнала для выбранных элементов (длина волны эмиссии для выбранных элементов устанавливается автоматически при помощи программного обеспечения спектрометра). Рассчитывают среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала j -го элемента \bar{I}_j , мкВ·нм,

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

где I_{ij} – i -результат измерения интенсивности для j -го элемента, мкВ·нм;

n – число измерений интенсивности.

Относительное среднее квадратическое отклонение (СКО) результатов измерения выходного сигнала j -го элемента σ_j , %, рассчитывают в ПО спектрометра, либо по формуле

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

Полученные значения относительного СКО выходного сигнала по формуле (2) для всех выбранных элементов должны находиться в пределах допускаемых значений относительного СКО выходного сигнала, приведенных в таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики

| Наименование характеристик | Значение |
|---|------------------|
| Диапазон измерений массовой доли элементов, % | от 0,001 до 50,0 |
| Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала ¹⁾ , %, в диапазонах измерений: | |
| - от 0,001 до 0,1 включ., % | 10 |
| - св. 0,1 до 1,0 включ., % | 5 |
| - св. 1,0 до 50,0 включ., % | 3 |
| Чувствительность, мкВ·нм/%, не менее ^{1),2)} | 200 000 |
| ¹⁾ В искровом режиме работы спектрометра. ²⁾ Значение нормировано для Mn с массовой долей от 0,2 до 1,5 %. | |

9.3.2 Проверка диапазонов измерений массовой доли элементов

За диапазон измерений принимают данные по таблице 3, если относительное СКО результатов измерений выходного сигнала не превышает пределов, указанных в таблице 3.

9.3.3 Проверка чувствительности

Проверку чувствительности спектрометра проводят путем измерения интенсивности эмиссионного излучения Mn, массовая доля которого в ГСО составляет не менее 0,2 % и не более 1,5 %. Проводят не менее 10 измерений интенсивности выходного сигнала для Mn (длина волны эмиссии Mn устанавливается автоматически при помощи программного обеспечения спектрометра). Чувствительность S_{Mn} , мВ·нм/%, рассчитывают по формуле

$$S_{Mn} = \frac{\bar{I}_{Mn}}{A_{Mn}} \quad (3)$$

где \bar{I}_{Mn} – среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала Mn, мкВ·нм, рассчитанное по (2);

A_{Mn} – аттестованное значение массовой доли Mn в ГСО, %.

Полученное значение чувствительности должно соответствовать пределам, приведенным в таблице 3.

10 Оформление результатов поверки

10.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения А.

10.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815. Знак поверки наносится на боковую панель спектрометра.

10.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к применению, свидетельство о поверке аннулируют, и выписывают извещение о непригодности к применению с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815.

Разработчик:

И.о. зав. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ», к.х.н.



Е.П. Собина

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(рекомендуемое)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Спектрометр оптико-эмиссионный портативный Q4 MOBILE зав. № _____

Документ на поверку:

МП 215-251-2017 «ГСИ. Спектрометры оптико-эмиссионные портативные Q4 MOBILE. Методика поверки»

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающей среды, °C _____
- относительная влажность, % _____
- напряжение переменного тока, В _____
- частота переменного тока, Гц _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица А1 – Результаты проверки относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала

| ГСО / Индекс СО в составе комплекта | Элемент / Длина волны, нм | Аттестованное значение массовой доли элемента в ГСО, % | Результаты измерений интенсивности выходного сигнала, мкВ·нм | Среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала, мкВ·нм | Относительное СКО результатов измерения выходного сигнала, % | Предел допускаемого относительного СКО результатов измерений выходного сигнала, % |
|--|---------------------------------|--|---|--|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |

Таблица А2 – Результаты проверки диапазона измерений массовой доли элементов

| № | Характеристика | Соответствует (+/-) |
|---|---|---------------------|
| 1 | Диапазон измерений массовой доли элементов, % | |

Таблица А3 – Результаты проверки чувствительности

| ГСО / Индекс СО в составе комплекта | Элемент / Длина волны, нм | Аттестованное значение массовой доли элемента в ГСО, % | Результаты измерений интенсивности выходного сигнала, мкВ·нм | Среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала, мкВ·нм | Чувствительность, мкВ·нм/% | Допускаемое значение чувствительности, мкВ·нм/%, не менее |
|--|------------------------------------|--|---|--|-------------------------------|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| | Mn | | | | | 200 000 |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности) _____

от «__» _____ 20__ г., № _____

Поверитель _____

Подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____