

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

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»



С.В. Медведевских



2019 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Спектрометры атомно-эмиссионные тлеющего разряда LECO GDS900

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 02-241-2019

Екатеринбург

2019

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** Зеньков Е.О.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** директором ФГУП «УНИИМ» в январе 2019 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ.....	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....	6
6	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКИ К НЕЙ.....	6
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	6
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	6
	8.1 ВНЕШНИЙ ОСМОТР.....	6
	8.2 ОПРОБОВАНИЕ.....	6
	8.3 ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК.....	7
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	8
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	9

Государственная система обеспечения единства измерений. Спектрометры атомно-эмиссионные тлеющего разряда LECO GDS900. Методика поверки	МП 02-241-2019
---	-----------------------

Дата введения в действие: январь 2019 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры атомно-эмиссионные тлеющего разряда LECO GDS900 (далее - спектрометры) производства фирмы «LECO Corporation» (США) 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 № 1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» с изменением, утвержденным приказом Минпромторга № 5329 от 28.12.2018

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.

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	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3		
3.1 Проверка абсолютной погрешности спектрометра при измерении массовой доли контрольных элементов в сплавах на основе железа	8.3.1	да	да

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, метрологические характеристики которых указаны в таблице 2.

Таблица 2 – Метрологические характеристики ГСО

№ ГСО	Индекс СО	Элемент	Массовая доля, %	Абс. погрешность, %
ГСО 10504-2014	ИСО УГ1К	Хром	0,067	±0,001
	ИСО УГ4К	Хром	0,130	±0,002
	ИСО УГ9К	Хром	0,170	±0,003
	ИСО УГ0К	Хром	0,596	±0,004
	ИСО УГ7К	Хром	0,99	±0,01
	ИСО УГ3К	Хром	1,83	±0,01
	ИСО УГ2К	Никель	0,073	±0,001
	ИСО УГ1К	Никель	0,190	±0,002
	ИСО УГ3К	Никель	0,243	±0,003
	ИСО УГ5К	Никель	1,87	±0,01
ГСО 2717-93П/2721-93П	УГ19е	Хром	0,227	±0,004
	УГ21е	Хром	0,50	±0,01
	УГ17е	Никель	0,105	±0,003
ГСО 4165-91П, 2489-91П/2497-91П	УГ5д	Хром	1,42	±0,01
	УГ5д	Никель	0,42	±0,01
	УГ3д	Никель	0,97	±0,02

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

5 Требования безопасности

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. Для выполнения измерений допускаются лица, прошедшие инструктаж и обученные работе со спектрометром.

6 Условия поверки и подготовки к ней

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия, если иные не оговорены особо:

- | | |
|---------------------------------------|-------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | от 18 до 25 |
| - относительная влажность воздуха, % | от 20 до 80 |

6.2 Спектрометры устанавливаются вдали от источников магнитных и электрических полей.

7 Подготовка к поверке

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

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование

8.2.1 Включить спектрометр и запустить процедуру проверки системы в соответствии с РЭ.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО спектрометра. Номер версии ПО идентифицируется при обращении к соответствующему пункту меню. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Cornerstone™
Номер версии ПО	не ниже 2.6.5
Цифровой идентификатор ПО	-

8.3 Проверка метрологических характеристик

8.3.1 Проверка абсолютной погрешности спектрометра при измерении массовой доли контрольных элементов в сплавах на основе железа

Проверку абсолютной погрешности спектрометра при измерении массовой доли контрольных элементов в сплавах на основе железа провести с помощью ГСО, указанных в разделе 4 настоящей методики.

Провести не менее пяти измерений массовой доли контрольных элементов (хрома и никеля) в каждом ГСО. Рассчитать среднее арифметическое значение (\bar{X}_j), СКО (S_j) и абсолютную погрешность (Δ_j) при измерении массовой доли контрольных элементов в сплавах на основе железа по формулам:

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

$$S_j = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_{ij} - \bar{X}_j)^2}{n-1}}, \quad (2)$$

$$\Delta_j = \frac{\frac{tS_j}{\sqrt{n}} + |\bar{X}_j - A_j| + |\Delta A_j|}{\left[\frac{S_j}{\sqrt{n}} + \frac{|\bar{X}_j - A_j| + |\Delta A_j|}{\sqrt{3}} \right]} \cdot \sqrt{\frac{\left(|\bar{X}_j - A_j| + |\Delta A_j| \right)^2}{3} + \frac{S_j^2}{n}}, \quad (3)$$

где X_{ij} – результат i -го измерения массовой доли контрольного элемента в j -ом ГСО, %;
 A_j и ΔA_j – значения массовой доли контрольного элемента в j -ом ГСО и их погрешность соответственно, %;

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.

8.3.2 Полученные значения абсолютной погрешности спектрометра при измерении массовой доли контрольных элементов в сплавах на основе железа должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики спектрометров

Наименование характеристик	Значения характеристик
Пределы допускаемой абсолютной погрешности спектрометра при измерении массовой доли контрольных элементов в сплавах на основе железа, %:	
- хром, в диапазонах:	
- от 0,050 до 0,10 % включ.;	$\pm 0,008$
- св. 0,10 до 0,20 % включ.;	$\pm 0,016$
- св. 0,20 до 0,50 % включ.;	$\pm 0,024$
- св. 0,50 до 1,00 % включ.;	$\pm 0,04$
- св. 1,00 до 2,00 % включ.	$\pm 0,08$
- никель, в диапазонах:	
- от 0,050 до 0,10 % включ.;	$\pm 0,012$
- св. 0,10 до 0,20 % включ.;	$\pm 0,016$
- св. 0,20 до 0,50 % включ.;	$\pm 0,03$
- св. 0,50 до 1,00 % включ.;	$\pm 0,06$
- св. 1,00 до 2,00 % включ.	$\pm 0,08$

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформить 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 в виде оттиска поверительного клейма наносится на свидетельство о поверке.

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

Разработчик:

Инженер I кат. лаб.241 ФГУП «УНИИМ»



Зеньков Е.О.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(рекомендуемое)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Спектрометр атомно-эмиссионный тлеющего разряда LECO GDS900, зав. № _____

Документ на поверку: МП 02-241-2019 «ГСИ. Спектрометры атомно-эмиссионные тлеющего разряда LECO GDS900. Методика поверки».

Перечень эталонных средств, используемых при поверке:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °C _____
- относительная влажность воздуха, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица А.1 - Результаты проверки абсолютной погрешности спектрометра при измерении массовой доли контрольных элементов в сплавах на основе железа

Аттестованное значение массовой доли контрольного элемента в ГСО, %	Результаты измерений массовой доли контрольного элемента на спектрометре, %	Абсолютная погрешность измерений массовой доли контрольного элемента, %	Нормируемые значения абсолютной погрешности измерений массовой доли контрольного элемента, %

