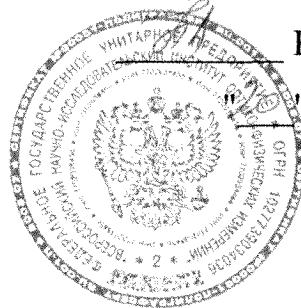


«СОГЛАСОВАНО»

Зам. директора ФГУП ВНИИОФИ

руководитель ГЦИ СИ

Н.П. Муравская



2011 г.

**КОМПЛЕКСЫ АТОМНО-ЭМИССИОННОГО
СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА
С АНАЛИЗАТОРОМ МАЭС**

**Методика поверки
МП 35.Д4-11**

Москва
2011 г

Содержание

1 Введение.....	3
2 Операции поверки.....	3
3 Средства поверки.....	4
4 Требования к квалификации поверителей.....	4
5 Требования безопасности.....	5
6 Условия поверки.....	5
7 Подготовка к поверке.....	5
8 Проведение поверки.....	5
9 Оформление результатов поверки.....	10

1 Введение

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на Комплексы атомно-эмиссионного спектрального анализа с анализатором МАЭС (далее комплексы МАЭС) и устанавливает порядок проведения первичной и периодической поверок.

1.2 Межповерочный интервал – 1 год.

2 Операции поверки

2.1 При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность выполнения операции	
		При первичной поверке	При периодической поверке
1. Внешний осмотр	8.1	Да	Да
2. Опробование	8.2	Да	Да
3. Проверка метрологических характеристик:	8.3	Да	Да
3.1 Проверка рабочего спектрального диапазона	8.3.1	Да	Да
3.2 Проверка предела спектрального разрешения	8.3.2	Да	Да
3.3 Проверка рабочего диапазона определения концентрации элементов	8.3.3	Да	Да
3.4 Проверка среднего квадратического отклонения результатов определения концентрации элементов (показателя повторяемости на соответствие требованиям МВИ)	8.3.4.1	Да	Да
3.5 Проверка систематической погрешности определения концентрации элементов (показателя правильности на соответствие требованиям МВИ)	8.3.4.2	Да	Да

3 Средства поверки

При проведении поверки применяются средства поверки, перечисленные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
8.2.4	Стандартные образцы состава алюминиевых сплавов типа АК5М2-АК5М7. Комплект 121- 125. ГСО 3430-86 - 3434-86.
8.3.3	
8.3.4.1	
8.3.4.2	

Примечание: допускается использование других средств поверки, обеспечивающих метрологические характеристики, приведенные в таблице 2.

4 Требования к квалификации поверителей

4.1 Поверку комплекса МАЭС проводят лица:

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

5 Требования безопасности

5.1 При проведении поверки комплекса МАЭС необходимо соблюдать «Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», требования, установленные в ГОСТ 12.2.007.0-75, ГОСТ 12.2.091-94, РД 153-34.0-03.150-00 «Межотраслевые правила по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации установок», инструкции предприятия, эксплуатирующего комплекс МАЭС, а также все указания мер безопасности, предусмотренные в документации на средства поверки. Общие требования безопасности при проведении испытаний - по ГОСТ 12.3.019-80.

6 Условия поверки

6.1 Поверку комплекса МАЭС проводят при следующих значениях внешних воздействующих факторов с учетом требований ГОСТ Р 8.395:

- температура окружающего воздуха $+20 \pm 5^{\circ}\text{C}$;

- относительная влажность до 80 % при температуре +25°C;
- атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа ;
- напряжение питания 220/380(+22,-33)В.
- частота переменного тока 50 ± 1 Гц ;
- вибрации и тряска, влияющие на работу системы, отсутствуют;
- время установления рабочего режима – 30 мин;
- изменение температуры в течение поверки не должно превышать ± 2 °С.

6.2 Поверка комплекса МАЭС проводится на месте эксплуатации.

7 Подготовка к поверке

7.1 Подготовка комплекса МАЭС к поверке осуществляется в соответствии с эксплуатационной документацией.

7.2 Потребитель, предъявляющий комплекс МАЭС на поверку, представляет следующие документы:

- настоящую методику;
- эксплуатационные документы на комплекс МАЭС;
- протокол предшествующей поверки (при ее проведении);
- МВИ, аттестованную и разрешенную к применению.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Комплектность комплекса МАЭС должна соответствовать приведенной в эксплуатационной документации.

8.1.2 Корпуса составных частей комплекса МАЭС не должны иметь следов механических повреждений.

8.1.3 Соединительные элементы комплекса МАЭС должны быть надежно закреплены.

8.1.4 Составные части комплекса МАЭС должны иметь четкую маркировку и необходимые надписи в соответствии с конструкторской документацией.

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





8.2 Опробование




8.2.1 Опробование и проверка работоспособности комплекса МАЭС проводится в соответствии с руководством по эксплуатации, для чего необходимо включить источник возбуждения спектра, спектральный прибор. Включить анализатор МАЭС, включить компьютер и запустить ПО «Атом».

8.2.2 Провести опробование анализатора МАЭС. В окне «Режим измерения» установить: «Экспозиция - 250 мс», «Накоплений -1», «Коррекция – выключить». Нажатием «Зеленой стрелки» провести считывание сигнала. В

окне спектров должно появиться изображение сигнала с линейки без коррекций, с амплитудой в пределах 50 %. Нажатием «**Замкнутой зеленой стрелки**» запустить циклическое считывание сигнала. В процессе охлаждения кристаллов фотоприемников амплитуда сигналов с фотоячеек должна уменьшаться. Для остановки циклического считывания сигнала нажать на клавишу «**Пробел**» клавиатуры. В окне «**Режим измерения**» установить «**Коррекция \ Темновой сигнал**» и «**Авто Т.Т.**» и запустить программу на циклическое считывание сигнала с анализатора МАЭС нажатием «**Замкнутой зеленой стрелки**». Амплитуда сигнала будет несколько ниже нулевой линии. По мере выхода термостата в режим стабилизации величина сигнала со всех линеек должна иметь значение менее 1 %. Работу продолжить через 30 мин (время готовности комплекса МАЭС к работе).

Если поверка анализатора МАЭС была проведена непосредственно перед началом поверки комплекса МАЭС, пункт 8.2.2 пропустить.

8.2.3 Проверить отсутствие паразитной засветки спектрального прибора, для чего закрыть входную щель спектрального прибора. В окне «**Режим измерения**» установить «**Экспозиция-250 мс**», «**Накоплений-1**». «**Дополнительно**» , «**Коррекция**»/«**Вычитать темновой сигнал**». Произвести считывание темнового сигнала . Запустить анализатор МАЭС на циклическое считывание  с показом полного регистрируемого сигнала (с вертикальным масштабом от минус 1 до 1 и распахантым окном спектра на весь экран ). При освещении лампой мест возможного проникновения света внутрь корпуса спектрального прибора не должно наблюдаться отклонение сигнала от нулевого значения ординаты на величину, превышающую ширину шумовой дорожки сигнала в два раза.

8.2.4 Провести регистрацию спектра стандартного образца, для чего поместить его в ИВС. Установить режим работы ИВС и анализатора МАЭС в соответствии с МВИ. Режим работы анализатора МАЭС устанавливается следующим образом. (Например: В «**Режиме измерения**»  : «**Время обжига - 1с**», «**Время измерения -5с**», «**Дополнительно**» , «**Коррекция/Вычитать темновой сигнал**», «**Генератор/Включать генератор**».) Произвести регистрацию спектра . Проверить наличие спектральных линий с амплитудой (1 - 60) % в рабочем спектральном диапазоне (не менее 3-х спектральных линий на одну линейку фотодиодов).

Зарегистрированный спектр заносится в файл «**ПоверкаДата.dat**» («**ПоверкаДата.spd**») в директории «**Поверка**» и остается на хранение в рабочем компьютере.

8.2.5 Проверить калибровку шкалы длин волн (профилирование) согласно Руководству пользователя ПО «Атом» следующим образом: в окне «**Спектр**» вывести спектр стандартного образца и спектральные линии элементов, входящих в его состав. Отклонения положений центров зарегистрированных спектральных линий от табличных значений длин волн не должны быть более двух фотоячеек. В противном случае провести корректировку профилирования.

Комплекс МАЭС допускается к проведению поверки, если результаты опробования положительны.

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

8.2.6 Идентификация программного обеспечения.

При проведении опробования проверяются идентификационные данные программного обеспечения.

Комплекс признается прошедшим поверку, если идентификационные данные (признаки) метрологически значимой части программного обеспечения измерителей совпадают с данными, приведенными в таблице 3.

Таблица 3

Наименование программного обеспечения	Идентификационное наименование Программного обеспечения	Номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения	Цифровой идентификатор программного обеспечения (контрольная сумма исполняемого кода)	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора программного обеспечения
Программа для проведения атомно-эмиссионного спектрального анализа «Атом 3.2»	Атом	Атом 3.2	3FF5973B	CRC 32

8.3 Проверка метрологических характеристик

Проверка метрологических характеристик проводится с использованием аттестованной и разрешённой к применению МВИ. В случае использования нескольких МВИ допускается проведение поверки по одной из них, выбранной в соответствии с важностью анализируемого объекта.

8.3.1 Проверка рабочего спектрального диапазона

8.3.1.1 Установить поочередно маркер в окне «Спектр» на левую и на правую границы спектра стандартного образца. Полученные в правом нижнем углу экрана значения длин волн занести в паспорт комплекса МАЭС.

Для спектральных приборов (типа ДФС-13, ДФС-8, PGS-2 и т.д.), для которых имеется возможность изменения регистрируемого спектрального диапазона, рекомендуется проводить проверку границ каждого рабочего спектрального диапазона.

Комплекс МАЭС считается выдержавшим проверку, если значения нижней и верхней границ спектра при первичной поверке соответствовали требова-

ниям МВИ, а при периодической поверке изменились не более чем на 5 % относительно величин при первичной поверке.

По результатам проверки спектрального диапазона делается запись в протоколе (приложение А).

8.3.2 Проверка предела спектрального разрешения

8.3.2.1 Предел спектрального разрешения характеризуется шириной спектральной линии на полувысоте линии. Измерение ширины спектральных линий проводить во всем рабочем спектральном диапазоне по спектру стандартного образца. Установить поочередно маркер в окне «Спектр» на правую и на левую границы контура спектральной линии на полувысоте линии стандартного образца. Ширина спектральной линии определяется разностью полученных значений длин волн. Занести в паспорт комплекса МАЭС значения предела спектрального разрешения (не менее чем в трех точках рабочего спектрального диапазона - левый край, правый край и центр).

Построить график зависимости ширины спектральных линий в нанометрах от длины волны по всему рабочему спектральному диапазону. Для измерения выбирать одиночные линии с амплитудой от 1 % и выше.

Комплекс МАЭС считается выдержавшим проверку, если отношение ширины спектральной линии при периодической поверке к ее ширине при первичной поверке не превышает значения 2.

По результатам проверки предела спектрального разрешения делается отметка в протоколе (приложение А).

8.3.3 Проверка рабочего диапазона определения концентрации элементов

8.3.3.1 При проверке диапазона определения концентрации элементов состава веществ и материалов проводятся измерения интенсивности спектральных линий выбранного стандартного образца (ГСО или образца аттестованной смеси), номер которого при первичной поверке должен быть указан в паспорте на комплекс МАЭС. Количество выбранных спектральных линий должно быть не менее одной для каждой линейки фотодиодов, а их интенсивность не менее 1%.


При первичной поверке измерение интенсивности спектральных линий проводить во всем рабочем спектральном диапазоне по спектру стандартного образца. Комплекс МАЭС считается выдержавшим проверку, если интенсивность всех выбранных спектральных линий больше 1%. Значения интенсивности записать в файл «ПоверкаДата.dat» («ПоверкаДата.spd») в директории «Поверка».

8.3.3.2 При периодической поверке вычисляется отношение I / I_0 для выбранных спектральных линий, где I и I_0 – интенсивности спектральной линии, измеренные при проведении периодической и первичной поверок соответственно.

Комплекс МАЭС считается выдержавшим проверку, если отношения удовлетворяют выражению $0,5 < I / I_0$ для всех выбранных спектральных линий.

По результатам проверки делается запись в протоколе (приложение А).

8.3.3.3 При проверке рабочего диапазона определения концентрации элементов провести регистрацию спектров ГСО или аттестованных смесей согласно МВИ. Количество контролируемых элементов при проведении проверки определяется их важностью при анализе материалов (рекомендуется контролировать от трех до пяти определяемых элементов).

Произвести считывание темнового сигнала  Произвести регистрацию спектров ГСО. По окончании регистрации для образцов сравнения задать концентрации определяемых элементов в колонке «Сос» таблицы программы «Атом». Для каждого определяемого элемента построить градуировочный график и определить границы рабочего диапазона.

При первичной поверке комплекс МАЭС считается выдержавшим проверку, если значения границ рабочего диапазона концентраций соответствуют требованиям МВИ. Эти значения заносятся в паспорт комплекса МАЭС.

При периодической поверке комплекс МАЭС считается выдержавшим проверку, если нижняя граница рабочего диапазона не превышает удвоенного значения, а верхняя граница составляет не менее половины от указанных в паспорте соответствующих значений для всех анализируемых элементов.

По результатам проверки делается запись в протоколе (приложение А).

8.3.4 Проверка среднего квадратического отклонения и систематической погрешности результатов определения концентрации элементов

Проверку среднего квадратического отклонения (повторяемости) и систематической погрешности (правильности) результатов определения концентрации элементов осуществляют согласно разделу «Контроль точности» МВИ. Образцами для контроля качества результатов измерений служат ГСО или аттестованные смеси. Измерения проводить не менее чем в двух точках диапазона рабочих концентраций для каждого контролируемого элемента с использованием градуировочных графиков. Выбор контролируемых элементов и построение градуировочных графиков были произведены в п.8.3.3.3.

8.3.4.1 Проверка среднего квадратического отклонения результатов измерения концентрации элементов

Среднее квадратическое отклонение (повторяемость) результата измерения концентрации для каждого контролируемого элемента и для каждой выбранной концентрации ГСО вычисляют по формуле (1):

$$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{i=n} (\bar{X} - X_i)^2}{n-1}}, \quad (1)$$

где $\bar{X} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^{i=n} X_i$ – среднее значение n результатов измерения,

n – число параллельных определений, заданное в МВИ.

Комплекс МАЭС считается выдержавшим проверку, если показатель повторяемости $S_r \leq \sigma_{r,n}$, где $\sigma_{r,n}$ – значение показателя повторяемости, заданное в МВИ.

Если в МВИ задан предел повторяемости – r_n , тогда комплекс МАЭС считается выдержавшим проверку, если выполняется неравенство:

$$X_{\max} - X_{\min} \leq r_n$$

По результатам проверки делается запись в протоколе (приложение А).

8.3.4.2 Проверка систематической погрешности (правильности) определения концентрации элементов

Систематическая погрешность (правильность) определения концентрации вычисляется по формуле (2):

$$\Delta_c = (\bar{X} - X_{att}) / , \quad (2)$$

где X_{att} – аттестованное значение концентрации элемента ГСО.

Комплекс МАЭС считается выдержавшим проверку, если выполняется неравенство $\Delta_c \leq \Delta_{c,n}$,

где $\Delta_{c,n}$ – значение показателя правильности, заданное в МВИ.

Если в МВИ задан норматив контроля К, комплекс МАЭС считается выдержавшим проверку, если выполняется неравенство $(\bar{X} - X_{att}) / \leq K$.

По результатам проверки делается запись в протоколе (приложение А).

9 Обработка и оформление результатов поверки

9.1 Результаты поверки комплекса МАЭС заносятся в протокол (приложение А), который хранится в организации, проводившей поверку.

9.2 При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке в соответствии с ПР 50.2.006-94 и делают соответствующую запись в паспорте комплекса МАЭС ВМПГ.425410.125 ПС.

9.3 При отрицательных результатах поверки аннулируют свидетельство о поверке и на комплекс МАЭС выдают извещение о непригодности средства измерения к дальнейшей эксплуатации в соответствии с ПР 50.2.006-94.