

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

**Уральский научно-исследовательский институт метрологии -
филиал Федерального государственного унитарного предприятия
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии
им. Д.И. Менделеева»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)**

Согласовано

И.о. директора УНИИМ –
филиала ФГУП «ВНИИМ
им. Д.И. Менделеева»



Е.П. Собина

«13» сентября 2021 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА
ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Спектрометры
оптические эмиссионные Q4 TASMAN
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 48-251-2021**

**г. Екатеринбург
2021 г.**

ПРЕДИСЛОВИЕ

1. **РАЗРАБОТАНА** Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И.Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»).

2. **ИСПОЛНИТЕЛЬ:** ст. инженер лаб. 251 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» А.С. Засухин.

3. **СОГЛАСОВАНА** и.о. директора УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в сентябре 2021 г.

СОДЕРЖАНИЕ

| | | |
|----|---|---|
| 1 | Общие положения..... | 4 |
| 2 | Нормативные ссылки | 4 |
| 3 | Перечень операций поверки | 4 |
| 4 | Требования к условиям проведения поверки | 5 |
| 5 | Требования к специалистам, осуществляющим поверку | 5 |
| 6 | Метрологические и технические требования к средствам поверки | 5 |
| 7 | Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки..... | 6 |
| 8 | Внешний осмотр средства измерений | 6 |
| 9 | Подготовка к поверке и опробование средства измерений..... | 6 |
| 10 | Проверка программного обеспечения средства измерений | 6 |
| 11 | Определение метрологических характеристик средства измерений..... | 7 |
| 12 | Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям | 8 |
| 13 | Оформление результатов поверки | 8 |

Дата введения в действие:

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры оптические эмиссионные Q4 TASMАN (далее – спектрометры), выпускаемые фирмой «Bruker AXS GmbH», Германия. Спектрометры подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке. Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки обеспечивается прослеживаемость к ГЭТ 3-2020 «Государственному первичному эталону единицы массы (килограмму)».

1.3 Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

– Приказ Минтруда и Социальной защиты России от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

– Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»;

– Приказом Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений».

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

3 Перечень операций 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 поверке | |
|--|-------------------------------|--|---------------|
| | | первичная | периодическая |
| <i>1</i> | <i>2</i> | <i>3</i> | <i>4</i> |
| Внешний осмотр | 8 | да | да |
| Подготовка к поверке и опробование средства измерений | 9 | да | да |
| Проверка программного обеспечения | 10 | да | да |
| Определение метрологических характеристик | 11 | | |
| Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала | 11.1 | да | да |
| Проверка диапазона измерений массовой доли элементов | 11.2 | да | нет |

Продолжение таблицы 1

| 1 | 2 | 3 | 4 |
|---|------|----|----|
| Определение чувствительности | 11.3 | да | да |
| Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям | 12 | да | да |
| Оформление результатов поверки | 13 | 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 с применением стандартных образцов только с теми матрицами (железная основа, медная основа, алюминиевая основа и т.д.), для которых предполагается использовать спектрометр.

3.4 На основании письменного заявления владельца спектрометра или лица, представившего спектрометр на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проводить периодическую поверку на меньшем числе поддиапазонов измерений (поверка в сокращенном объёме) с указанием в сведениях о поверке информации об объёме проведенной поверки. Данная информация приводится в свидетельстве о поверке (в случае его оформления) и в сведениях, направляемых в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от 15 до 25
- относительная влажность, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке спектрометра допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на спектрометр.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

| Наименование | Метрологические и технические требования |
|---|--|
| 1 | 2 |
| 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 ±0,0003 до ±0,1 % |
| ГСО 10231-2013 Стандартный образец стали углеродистой типа 10ХСНД (УГ120) | Интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,011 до 0,96 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при P=0,95 от ±0,001 до ±0,01 % |
| 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 ±0,005 до ±0,7 % |

Продолжение таблицы 2

| 1 | 2 |
|---|---|
| ГСО 6569-93÷6573-93 Стандартный образец состава бронзы оловянной типа БрОФ7-0,2 (комплект М183) | Интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,033 до 7,96 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,0004$ до $\pm 0,18$ % |
| ГСО 7080-93 Стандартный образец состава сплава алюминиевого литейного типа АК5М2 (комплект М207) | Интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,00030 до 7,03 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,00005$ % до $\pm 0,29$ % |
| Термогигрометр | Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п. 4 |

6.2 Стандартные образцы, применяемые для поверки, должны иметь действующий паспорт, средства измерений должны быть поверены.

6.3 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность передачи единиц массовой доли поверяемому спектрометру и обеспечивающих наличие хотя бы одного элемента в каждом проверяемом поддиапазоне измерений.

6.4 При выборе средств поверки рекомендуется отдавать приоритет стандартным образцам с установленной прослеживаемостью к государственным первичным эталонам единиц величин и (или) первичным референтным методикам (методам) измерений.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- соответствие комплектности, указанной в описании типа;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Спектрометр готовят к работе в соответствии с РЭ.

9.2 Средства поверки готовят к работе в соответствии эксплуатационной документацией СИ и паспортами ГСО. Проверяют работоспособность органов управления и регулировки спектрометра в соответствии с РЭ.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – 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. Номер версии ПО и идентификационное наименование ПО должны соответствовать данным, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные программного обеспечения

| Идентификационные данные (признаки) | Значение |
|---|---------------------|
| Идентификационное наименование ПО | Elemental.Suite OES |
| Номер версии (идентификационный номер) ПО | не ниже 1.0.0.0 |
| Цифровой идентификатор ПО | - |

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала

11.1.1 Применяемыми ГСО по п. 3.1 необходимо обеспечить наличие хотя бы одного элемента в каждом проверяемом поддиапазоне измерений.

11.1.2 Проводят не менее 5 измерений интенсивности выходного сигнала для выбранных элементов (длина волны эмиссии для выбранных элементов устанавливается автоматически при помощи программного обеспечения спектрометра).

11.1.3 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

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

11.2 Проверка диапазона измерений массовой элементов

11.2.1 Проверку диапазона измерений массовой доли элементов проводят одновременно с определением относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала по п. 11.1

11.3 Определение чувствительности

11.3.1 Определение чувствительности спектрометра проводят путем измерений интенсивности эмиссионного излучения M_n , массовая доля которого в ГСО составляет не менее 0,2 % и не более 1,5 %. Проводят не менее 10 измерений интенсивности выходного сигнала для M_n (длина волны эмиссии M_n устанавливается автоматически при помощи программного обеспечения спектрометра).

11.3.2 Чувствительность спектрометра S_{M_n} , мкВ·нм/%, рассчитывают по формуле

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

где \bar{I}_{M_n} – среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала M_n , мкВ·нм, рассчитанное по (1);

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

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки по п. 11.1, если полученные значения относительного СКО выходного сигнала по формуле (2) для всех выбранных элементов находятся в пределах значений относительного СКО выходного сигнала, приведенных в таблице 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики

| Наименование характеристики | Значение для моделей | | |
|---|----------------------|------------------|------------------|
| | Q4 TASMАN 200 | Q4 TASMАN 170 | Q4 TASMАN 130 |
| Спектральный диапазон, нм | от 200 до 620 | от 170 до 620 | от 130 до 620 |
| Диапазон измерений массовой доли элементов, % | от 0,0001 до 50,0 | | |
| Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала, %, в поддиапазонах измерений: | | | |
| - от 0,0001 до 0,01 включ., % | | 10 | |
| - св. 0,01 до 0,1 включ., % | | 5 | |
| - св. 0,1 до 1,0 включ., % | | 3 | |
| - св. 1,0 до 50,0 включ., % | | 2,5 | |
| Чувствительность, мкВ·нм/%, не менее ¹⁾ | 500 000 | | |
| ¹⁾ Значение нормировано для Мп с массовой долей от 0,2 до 1,5 %. | | | |

12.2 За диапазон измерений спектрометра принимают диапазон измерений массовой доли элементов, если полученные значения относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала по п. 11.1 удовлетворяют требованиям таблицы 4.

12.3 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки по п. 11.3, если полученное значение чувствительности соответствует данным, приведенным в таблице 4.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки спектрометр признают пригодным к применению и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 30.07.2020 № 2510 или действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

13.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр к применению не допускают и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 30.07.2020 г. № 2510 или действующими на момент проведения поверки нормативными правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

13.4 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений».

Ст. инженер лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»


А.С. Засухин