

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»)

Утверждаю

**Директор УНИИМ –
филиала ФГУП «ВНИИМ
им. Д.И. Менделеева»**



С.В. Медведевских

2020 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА
ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

Спектрометры оптико-эмиссионные

Q2 ION, Q8 MAGELLAN

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 51-251-2020

г. Екатеринбург

2020 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. **УТВЕРЖДЕНА** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в июне 2020 г.

СОДЕРЖАНИЕ

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

Государственная система обеспечения единства измерений Спектрометры оптико-эмиссионные Q2 ION, Q8 MAGELLAN. Методика поверки	МП 51-251-2020
--	----------------

Дата введения в действие: «__» _____ 2020 г.

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры оптико-эмиссионные Q2 ION, Q8 MAGELLAN (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 на меньшем числе поддиапазонов измерений 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 10744-2016 стандартный образец стали легированной типов 45X14H14B2M, 09X16H4Б, 31X19H9MBBT, 20X25H20C2, 10X11H23T3MP и сплавов на железоникелевой основе типов 12XH35BT, 06XH28MДТ (ИСО ЛГ78): интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0017 до 35,4 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений от $\pm 0,0003$ до $\pm 0,1$ % при $P = 0,95$;

- ГСО 10744-2016 стандартный образец стали легированной типов 45X14H14B2M, 09X16H4Б, 31X19H9MBBT, 20X25H20C2, 10X11H23T3MP и сплавов на железоникелевой основе типов 12XH35BT, 06XH28MДТ (ИСО ЛГ79): интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0036 до 19,23 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений от $\pm 0,0002$ до $\pm 0,1$ % при $P = 0,95$;

- ГСО 9289-2009 стандартный образец стали углеродистой и легированной типов 60C2Г, К78ХСФ, 30Л, 55C2, 70C2ХА (УГ91): интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,00006 до 2,23 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений от $\pm 0,00002$ до $\pm 0,02$ % при $P = 0,95$;

- ГСО 10504-2014 стандартный образец стали углеродистой и легированной типов 13X,55C2, 05кп, 38X2MЮА, 60C2, 38X2H2МА, 36X2H2MФА, 30XH2MФА, Св-08ХГ2С, 30 и В2Ф (ИСО УГ4к): интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,006 до 1,83 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений от $\pm 0,0003$ до $\pm 0,01$ % при $P = 0,95$;

- ГСО 11305-2019 стандартный образец состава сплава алюминиевого литейного (VSAC12-5): интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0035 до 9,71 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений от $\pm 0,005$ до $\pm 0,26$ % при $P = 0,95$;

- ГСО 11417-2019 стандартный образец состава бронзы оловянной литейной (VSB4.2-4): интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,00054 до 6,63 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений от $\pm 0,00018$ до $\pm 0,18$ % при $P = 0,95$;

- ГСО 9080-2008 стандартный образец состава латуни типов Л63, Л68 (VSL2-2): интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0012 до 61,80 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений от $\pm 0,0001$ до $\pm 0,12$ % при $P = 0,95$;

- ГСО 10133-2012 стандартный образец сплава на никелевой основе типов ХН75МБТЮ, ХН78Т, ХН6ОЮ (НГ5в): интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0016 до 17,3 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений от $\pm 0,0003$ до $\pm 0,1$ % при $P = 0,95$.

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

4.3 Стандартные образцы, применяемые для поверки, 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 0,00005 до 50 % и обеспечивающих наличие хотя бы одного элемента в каждом проверяемом поддиапазоне измерений. 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.

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 +15 до +25
- относительная влажность, %, не более	80
- напряжение переменного тока, В	240 ± 24
- 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;
- 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	QMatrix ¹⁾
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.0.0	не ниже 1.0.0
Цифровой идентификатор ПО	-	
¹⁾ Спектрометры поставляются с одним из указанных 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 поддиапазоне измерений.

Проводят не менее 5 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, по формуле

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

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

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

Спектрометр считается прошедшим операцию поверки, 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 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики спектрометров

Наименование характеристики	Значение для моделей	
	Q2 ION	Q8 MAGELLAN
Спектральный диапазон, нм	от 170 до 685	от 110 до 800
Диапазон измерений массовой доли элементов, %	от 0,001 до 50,0	от 0,00005 до 50,0
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала, %, в поддиапазонах измерений:		
- от 0,00005 до 0,001 включ., %	-	8
- св. 0,001 до 0,01 включ., %	7	5
- св. 0,01 до 0,1 включ., %	6	4
- св. 0,1 до 1,0 включ., %	4	3
- св. 1,0 до 50,0 включ., %	3	2
Чувствительность, мкВ·нм/%, не менее	250 000 ¹⁾	10 000 ²⁾

1) Значение нормировано для Mn с массовой долей от 0,2 до 1,7 %.
2) Значение нормировано для Mn с массовой долей от 0,2 до 1,7 % или для Fe с массовой долей от 0,1 до 2,5 %.

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 измерений интенсивности эмиссионного излучения:

– Mn, массовая доля которого в ГСО составляет не менее 0,2 % и не более 1,7 % (для спектрометра модели Q2 ION);

– Mn, массовая доля которого в ГСО составляет не менее 0,2 % и не более 1,7 %, или Fe, массовая доля которого в ГСО составляет не менее 0,1 % и не более 2,5 % (для спектрометра модели Q8 MAGELLAN).

Проводят не менее 10 измерений интенсивности выходного сигнала Mn или Fe (длина волны эмиссии элемента устанавливается автоматически при помощи программного обеспечения спектрометра). Чувствительность S_{Mn} , мкВ·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, %.

Спектрометр считается прошедшим операцию поверки, если полученное значение чувствительности соответствует данным, 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:

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



А.С. Засухин

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(рекомендуемое)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Средство измерений _____

Заводской номер _____

Документ на поверку:

МП 51-251-2020 «ГСИ. Спектрометры оптико-эмиссионные Q2 ION, Q8 MAGELLAN. Методика поверки»

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающей среды, °С _____
- 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

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г., № _____

Поверитель _____

Подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____