

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ГЦИ СИ ФГУП
«ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

Н. И. Ханов



Государственная система обеспечения единства измерений

**СПЕКТРОМЕТРЫ ЭМИССИОННЫЕ
«СПАС-01»**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-1889-2015

л.р. 61312-15

СОГЛАСОВАНО

Руководитель научно-исследовательского отдела
государственных эталонов в области физико-
химических измерений
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Л.А. Конопелько

" 16 " 03 2015 г.

Разработал:

Ведущий инженер

ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Т. М. Эннанова

Санкт-Петербург
2015 г.

Настоящая методика распространяется на спектрометры эмиссионные «СПАС-01» (далее в тексте - спектрометры), изготавливаемые ООО «ИВС», г. Санкт-Петербург, и устанавливает методы их первичной поверки при вводе в эксплуатацию и после ремонта, периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками - один год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1.

№ п./п.	Наименование операций	Номер пункта методики	Проведение операций поверки при	
			периодической поверке	первой поверке
1.	Внешний осмотр.	6.1	да	да
2.	Опробование и подтверждение соответствия программного обеспечения.	6.2	да	да
3.	Определение метрологических характеристик.	6.3	да ¹⁾	да ¹⁾
4.	Определение метрологических характеристик по документу на методику измерений	-	да ²⁾	нет

Примечания: ¹⁾ Проводится:

- при первой поверке;
- при периодической.

²⁾ Допускается проводить при наличии стандартизованной (аттестованной) методики измерений с использованием спектрометра эмиссионного «СПАС-01».

1.2. Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2.

№ п/п	Номер пункта МП	Наименование, тип, марка эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки.	ГОСТ, ТУ или основные технические и (или) метрологические характеристики
1.	6	Барометр-анероид контрольный М-67	ТУ 2504-1797-75, диапазон измерений давления от 610 до 790 мм рт.ст., погрешность $\pm 0,8$ мм рт.ст.
2.	6	Психрометр аспирационный М-34-М	ТУ 52.07-(ГРПИ.405 132.001)-92, диапазон относительной влажности от 10 до 100 % при температуре от 5 до 40°C
3.	6	Термометр ртутный стеклянный лабораторный ТЛ-4	ТУ 25-2021.003-88, ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (0-55)° С, цена деления 0,1 ° С, погрешность $\pm 0,2$ ° С
4.	6.2, 6.3	ГСО состава стали углеродистой и легированной типов 13Х, 60С2, 05kp, 11ХФ, 60С2Г, 12Х1МФ, 25Х1МФ, 30ХН2МФА, 12МХ, В2Ф, (комплект УГ0и – УГ9и)	№ по Госреестру 4165-91П, ГСО 2489-91П - 2497-91П

2.2. Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение указанных в таблице 1 характеристик поверяемого спектрометра «СПАС-01» с требуемой точностью.

2.3. Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, а ГСО, - действующие паспорта.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководство по эксплуатации спектрометров эмиссионных «СПАС-01» СПА.002.00.000.15 РЭ и паспорте ПС 4434-005-51563992-15.

3.2. При выполнении поверки должны соблюдаться «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденные 13.01.2003 г., и «Правила безопасности при эксплуатации электроустановок», утвержденные 05.01.2003 г.

3.3. Общие требования безопасности при проведении поверки – по ГОСТ12.3.019-80.

3.4. К проведению измерений при поверке допускаются лица:

- обученные в соответствии с ССБТ по ГОСТ 12.0.004-79 и имеющие квалификационную группу не ниже III, согласно «Правилам технической эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденным 13.01.2003 г.;
- знающие основы эмиссионного спектрального анализа;
- имеющие опыт работы с оптико-эмиссионными спектральными средствами измерений;
- изучившие эксплуатационную документацию на поверяемый прибор (согласно комплектации) и методику поверки.

3.5. Все блоки спектрометра должны быть заземлены.

3.6. Работы с противоэлектродом (зачистка, установка зазора и т.д.) должны проводиться с отключенным источником возбуждения спектра.

3.7. При проведении работ по подготовке проб следует руководствоваться правилами и нормами, регламентированными инструкциями по безопасности труда для лабораторий атомно-эмиссионного спектрального анализа, действующими на предприятии.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, (15 – 25) °C;
- атмосферное давление, (86,0 – 106,7) кПа;
- относительная влажность воздуха, (30 – 80) %;
- напряжение питания переменного тока, (220⁺²²₋₃₃) В;
- частота переменного тока, (50±2) Гц.

4.2. Перед проведением поверки спектрометр следует выдержать при условиях поверки (см. п. 4.1) не менее 2 часов (до подключения спектрометра к сети переменного тока).

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Установка и подготовка прибора к поверке, включение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в эксплуатационной документации на поверяемый прибор: руководстве по эксплуатации СПА.002.00.000.15 РЭ и паспорте ПС 4434-005-51563992-15.

5.2. Включить питание спектрометра от сети переменного тока и подготовить спектрометр к работе в соответствии с эксплуатационной документацией. Осуществить прогрев прибора в течение не менее 20 мин.

5.3. Подготовка для анализа стандартных образцов осуществляется в соответствии с правилами пробоподготовки, изложенными в руководстве по эксплуатации спектрометра «СПАС-01» СПА.002.00.000.15 РЭ и паспорте ПС 4434-005-51563992-15, либо инструкцией по применению соответствующего комплекта стандартных образцов, являющейся Приложением к Свидетельству на комплект СО, либо разделами по пробоподготовке аттестованных государственными научными метрологическими центрами методик измерений или стандартизованных документов (принятых в виде ГОСТ и введенных в действие постановлением Росстандарта или постановлением Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии.), реализованных на поверяемом приборе.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- наличие эксплуатационной документации;
- соответствие комплектности прибора спецификации (без запасных частей);
- наличие на боковой панели спектрометра обозначения (наименования), заводского номера, обозначений переключателей и гнезд;
- отсутствие механических повреждений корпуса спектрометра;
- целостность показывающих приборов;
- надежность крепления соединительных элементов;
- правильность размещения спектрометра в лаборатории (согласно эксплуатационной документации на поверяемый экземпляр спектрометра, а так же в соответствии с правилами и нормами, регламентированными инструкциями по безопасности труда для лабораторий эмиссионного спектрального анализа, действующими на предприятия).

Спектрометр эмиссионный «СПАС-01» считается выдержавшим внешний осмотр удовлетворительно, если он соответствует всем перечисленным выше требованиям

6.2. Опробование и подтверждение соответствия программного обеспечения.

6.2.1. При опробовании должны быть выполнены следующие операции:

6.2.1.1. Запустить специализированное программное обеспечение спектрометра эмиссионного «СПАС-01» «СПЛАВ-ИВС» (загружаемый файл splArc.exe).

6.2.1.2. Провести градуировку спектрометра по стандартным образцам в соответствии с руководством по эксплуатации спектрометра «СПАС-01» СПА.002.00.000.15 РЭ для анализа сталей углеродистых и легированных. Если градуировка уже проведена при вводе прибора в эксплуатацию (или после ремонта), проверить наличие установленной на поверяемый спектрометр аналитической методики анализа сталей углеродистых и легированных.

6.2.1.3. Загрузить аналитическую методику анализа сталей углеродистых и легированных.

6.2.1.4. Для проверки правильности показаний сделать серию измерений контрольного образца для установленной аналитической методики (указывается в документах на аналитическую методику) и сравнить результаты с таблицей, приведенной в описании аналитической методики. При наличии существенных систематических отклонений контрольных значений массовых долей элементов, указанных в описании аналитической методики, провести корректировку методики согласно п. 6.7.5 руководства по эксплуатации спектрометра «СПАС-01» СПА.002.00.000.15 РЭ.

Результаты опробования считаются удовлетворительными, если все результаты проверки по п. 6.2.1 положительные, спектрометр «СПАС-01» функционирует нормально, - в соот-

ветствии с требованиями эксплуатационной документации на поверяемый экземпляр спектрометра.

6.2.2. Подтверждение соответствия программного обеспечения.

6.2.2.1. Определение наименования программного обеспечения и номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

После запуска программы «СПЛАВ ИВС» в верхней строке главного меню написано идентификационное название программы. Для проверки номера версии ПО необходимо открыть служебную папку программы «СПЛАВ-ИВС» (диск "С", папка "Spark"). Затем щелкнуть правой клавишей мыши по файлу splArc.exe и в открывшемся меню выбрать "Свойства", "Подробно". В открывшейся вкладке указан номер версии ПО. В полном номере версии ПО к метрологически значимой части относятся первые пять цифр номера версии. Следующие за ними цифры, относятся к не метрологически значимой части ПО и могут принимать любые значения. Полный номер версии ПО должен соответствовать указанному в паспорте на поверяемый прибор.

6.2.2.2. Определение цифрового идентификатора программного обеспечения «СПЛАВ ИВС».

На результаты измерения ПО «СПЛАВ ИВС» влияет исполняемый файл splArc.exe

Для вычисления цифрового идентификатора файла программного обеспечения «СПЛАВ-ИВС» используется программа HashTab версии не ниже 5.2.0.14. После проверки полного номера версии ПО, как описано в п. 6.2.2.1 настоящей МП, в этом же окне выбираем вкладку "Хэш-суммы файлов". Выбираем метод вычисления MD5. Полученный цифровой идентификатор должен соответствовать указанному в паспорте на поверяемый прибор.

Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считается положительным, если полученные идентификационные данные ПО СИ (наименование, номер версии (идентификационный номер) и цифровой идентификатор) соответствуют идентификационным данным, указанным в описании типа спектрометров эмиссионных «СПАС-01» и в таблице 3 настоящей методики поверки:

Таблица 3.

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	«СПЛАВ-ИВС»
Номер версии (идентификационный номер) ПО	3.04.0026
Цифровой идентификатор ПО	53C6AC8572A737169B9BEB8CACBC8EAD (по алгоритму MD5) (файл splArc.exe)

6.3. Определение метрологических характеристик.

6.3.1. Определение рабочего спектрального диапазона спектрометра «СПАС-01».

6.3.1.1. После выполнения операций по п. 6.2.1 настоящей методики поверки переключиться на аналитическую методику «Проверка». Подготовить образец стали из комплекта, указанного в п. 2.1 настоящей методики, путем шлифовки его поверхности на шлифовальном станке, применяя шлифовальную шкурку №40 или №60. Провести серию тестовых измерений образца стали. Убедиться в том, что разряд дает качественное пятно обжига. Произвести одно контрольное измерение образца стали. Включить кнопку «Спектр».

6.3.1.2. Для проверки нижней границы спектрального диапазона спектрометра «СПАС-01», составляющей **200 нм**, вывести в окне спектра спектральный диапазон 195 – 205 нм. Сравнивая визуально картинку спектра на экране со стандартной распечаткой, приведенной ниже на рис. 1, убеждаемся в наличии контрольной линии **Fe 200,0378 нм**.

6.3.1.3. Для проверки верхней границы спектрального диапазона спектрометра «СПАС-01», составляющей **420 нм**, следует вывести на экран спектральную область 415-424 нм и проверить наличие контрольной линии **Fe 420,2029нм** (рис. 2).

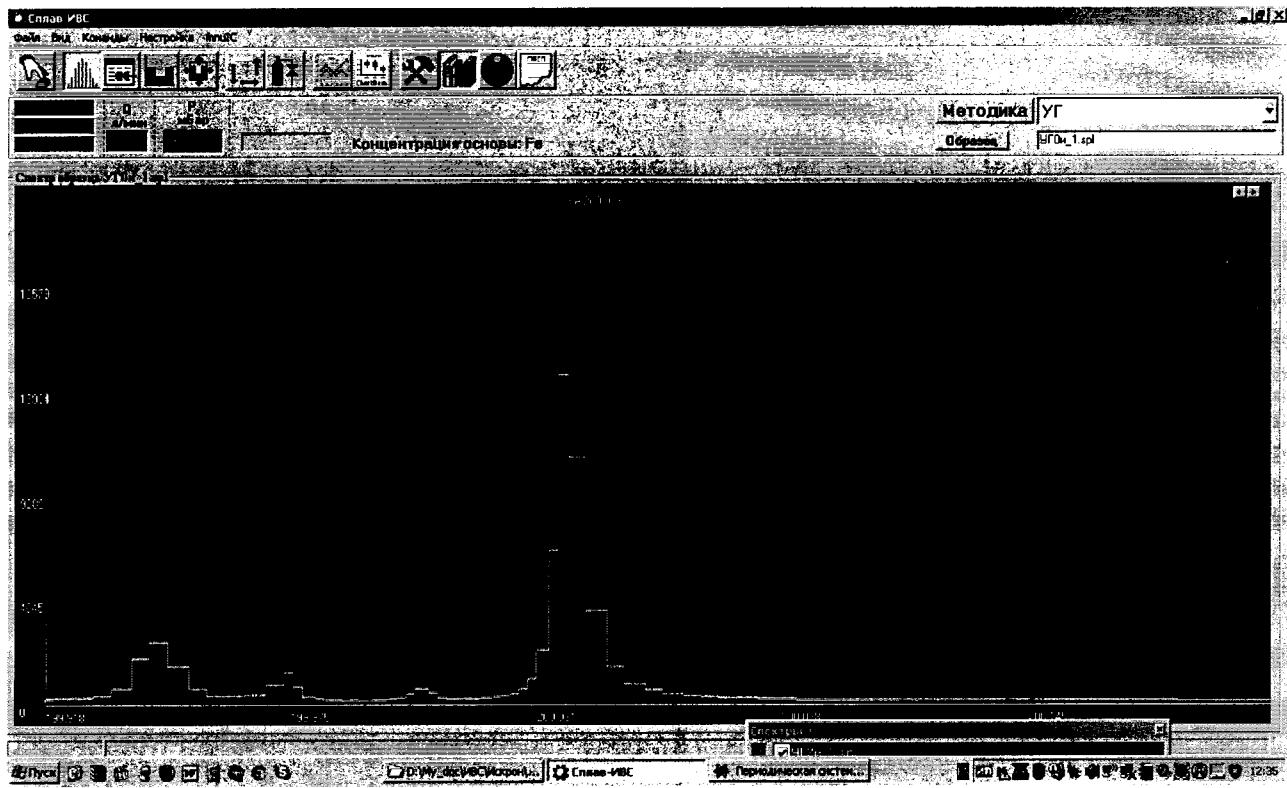


Рис. 1. Проверка нижней границы спектрального диапазона спектрометра «СПАС-01».

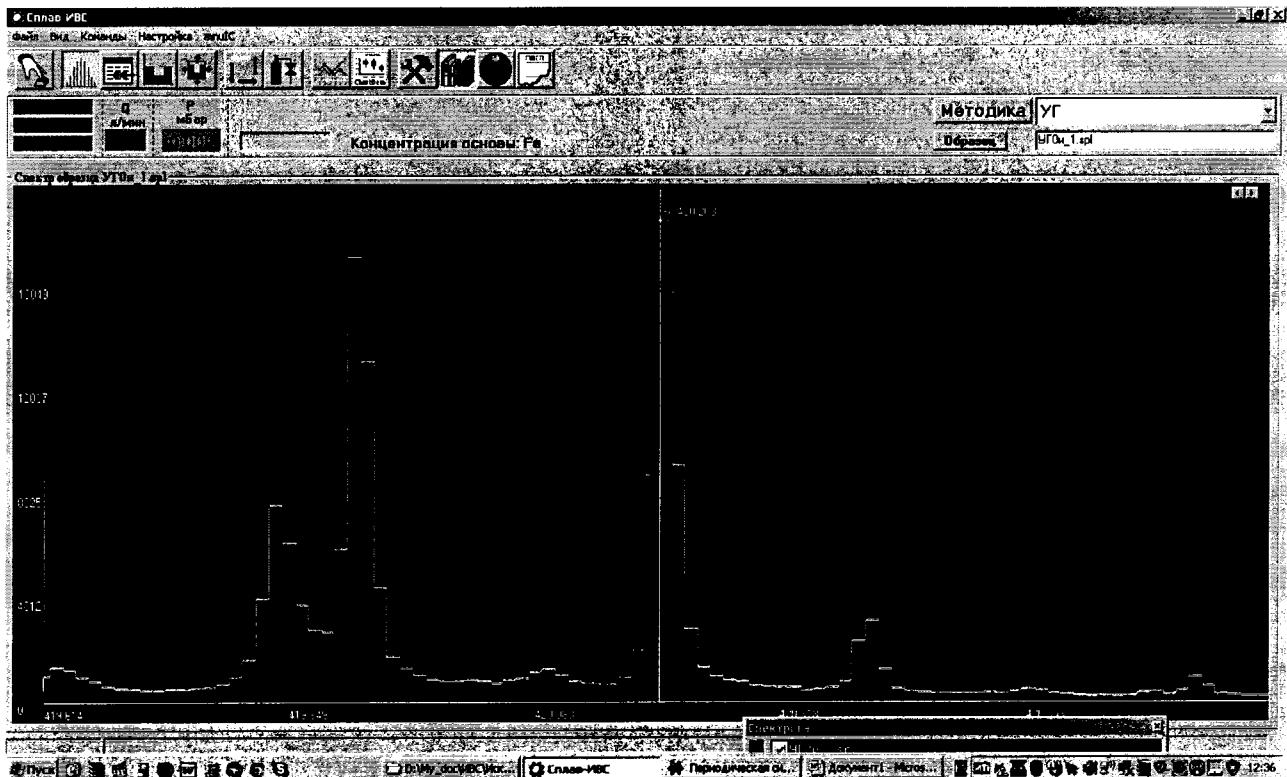


Рис.2. Проверка верхней границы спектрального диапазона спектрометра «СПАС-01».

6.3.1.4. Спектрометр эмиссионный «СПАС-01» считается выдержавшими проверку по п. 6.3.1, если, значение нижней границы спектрального диапазона спектрометра не более 200 нм (рис.1), а значение верхней границы спектрального диапазона спектрометра не менее 420 нм (рис.2).

6.3.2. *Определение относительного СКО выходного сигнала спектрометра «СПАС-01» в режиме измерения относительных интенсивностей при анализе сталей углеродистых и легированных.*

6.3.2.1. Для определения относительного СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей выбрать из комплекта стандартных образцов, указанных в п. 4 таблицы 2 настоящей МП образцы, содержание в которых меди, марганца и никеля находится в диапазоне от 0,10 % до 1,0 %.

6.3.2.2. Выполнить по 10 параллельных измерений выбранных стандартных образцов в режиме измерения относительных интенсивностей.

6.3.2.3. По результатам измерений в п. 6.3.2.2 определить относительное СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей по формуле:

$$S_j = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_j^i - I_{\text{средн},j})^2}{(n-1)}} \times 100\% \quad (1)$$

где:

I_j^i – значение i -го измерения относительной интенсивности j -ой анализируемой аналитической линии, т.е. для j -ого элемента;

$I_{\text{средн},j}$ – среднеарифметическое значение относительной интенсивности для j -ой анализируемой аналитической линии, т.е. для j -ого элемента, – по 10-ти параллельным определениям;

n – число измерений в серии (в данном случае $n = 10$);

Примечание: Значение S_j можно определить из распечатки результатов анализа, либо считать с экрана видеомонитора (из строки под названием СКО%).

6.3.2.4. Спектрометр эмиссионный «СПАС-01» считается прошедшим проверку по п. 6.3.2, если значения относительных СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей для аналитических линий меди, марганца и никеля, вычисленные в п.6.3.2.3, не превышают 5,0 % для образцов с содержанием указанных элементов в диапазоне от 0,10% до 1,0 %.

6.3.3. *Проверка абсолютных погрешностей выходного сигнала спектрометра в режиме измерения массовых долей элементов при анализе сталей*

6.3.3.1. Для определения абсолютных погрешностей выходного сигнала спектрометра в режиме измерения массовых долей элементов выбрать из комплекта стандартных образцов, указанных в п. 4 таблицы 2 настоящей МП образцы, содержание элементов в которых соответствует указанным в Таблице 4 настоящей МП. Выполнить 2 параллельных анализа выбранных стандартных образцов в режиме измерения массовых долей элементов.

6.3.3.2. По результатам измерений в п. 6.3.3.1 вычислить среднеарифметическое значение из результатов двух измерений массовой доли определяемого элемента для всех элементов и поддиапазонов, указанных в таблице 4 и определить абсолютные погрешности спектрометра

при измерении массовой доли элемента по формуле:

$$\Delta = C_0 - C_{cp} \quad (2)$$

где: C_{cp} – среднеарифметическое значение из результатов двух измерений массовой доли определяемого элемента,

C_0 – значение массовой доли элемента по свидетельству на стандартные образцы.

6.3.3.3. Если определенные по п. 6.3.3.2 абсолютные погрешности превышают пределы допускаемой абсолютной погрешности, то необходимо повторить процесс пробоподготовки и повторить п. 6.3.3.1 и п. 6.3.3.2.

6.3.3.4. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п. 6.3.3, если значения абсолютной погрешности спектрометра при измерении массовой доли элемента, вычисленные в п. 6.3.2, не превышают пределов, указанных в таблице 4.

Таблица 4.

Диапазон измерений массовых долей контрольных элементов, %		Предел допускаемой абсолютной по- грешности спектрометра при измере- нии массовой доли элемента, %
Cu	от 0,050 до 0,100	±0,004
	св. 0,100 до 0,200	±0,002
	св. 0,200 до 0,500	±0,004
Mn	от 0,200 до 0,500	±0,010
	св. 0,500 до 1,000	±0,040
	св. 1,000 до 2,000	±0,003
Ni	от 0,100 до 0,200	±0,010
	св. 0,200 до 0,500	±0,005
	св. 0,500 до 1,000	±0,030
Si	от 0,100 до 0,200	±0,002
	св. 0,200 до 0,500	±0,020
	св. 0,500 до 1,000	±0,020

Примечание: По согласованию с заказчиком периодическую проверку спектрометров эмиссионных «СПАС-01» допускается проводить в соответствии с МИ 2531-99 «ГСИ. Анализаторы состава веществ и материалов универсальные. Общие требования к методикам поверки в усло-виях эксплуатации». При этом при проведении периодической поверки по аттестованным мето-дикам измерений либо ГОСТам на спектральный анализ следует применять стандартные образ-цы, указанные в применяемых методиках анализа, либо аналогичные им по метрологическим ха-рактеристикам, и аттестованные в установленном законодательством РФ порядке.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.

7.1 При проведении поверки спектрометра эмиссионного «СПАС-01» оформляют протокол результатов поверки произвольной формы. В протоколе поверки должны быть указаны следующие данные:

- дата проведения поверки;
- заводской номер поверяемого спектрометра;
- условия проведения поверки;
- используемые средства поверки;
- результаты проведения поверки;
- подпись поверителя.

7.2 Спектрометр «СПАС-01», удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, делают соответствующую отметку в технической документации (при первичной поверке) и/или выдают свидетельство о поверке (при первичной и периодической поверке) согласно ПР 50.2.006-94 (с изм. 1 2001 г.).

7.3 На обратной стороне свидетельства о поверке должны быть указаны следующие данные:

- наименование документа, в соответствии с которым проведена поверка;
- результаты внешнего осмотра;
- результаты опробования;
- результаты определения метрологических характеристик с указанием максимальных значений контролируемых характеристик, полученных в ходе поверки;
- основные средства поверки;
- условия, при которых проведена поверка;
- подпись поверителя.

7.4 При отрицательных результатах спектрометры не допускают к применению и направляют в ремонт. В технической документации спектрометра делают отметку о непригодности, выдают извещение установленной формы согласно ПР 50.2.006-94 и аннулируют свидетельство о поверке.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)
Форма протокола поверки

Протокол №_____
проверки Спектрометра эмиссионного «СПАС-01»

Зав.№ _____

Принадлежит _____

Дата изготовления _____

Дата поверки _____

Условия поверки:

температура окружающей среды _____ °С,

атмосферное давление _____ кПа,

относительная влажность _____ %.

напряжение питания _____ В

Результаты поверки.

1. Результаты внешнего осмотра _____

2. Результаты опробования _____

3. Результаты определения метрологических характеристик:

Метрологическая характеристика	Значение характеристики	
	по НД на прибор	действительное

4. Поверка проведена с помощью комплекта ГСО _____,

(указывают номера комплектов используемых образцов и срок их годности)

5. Заключение _____

Поверитель _____

(подпись)

(И.О. Фамилия)

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)
Форма обратной стороны свидетельства о поверке

ПОВЕРКА ПРОИЗВЕДЕНА

с применением стандартных образцов:

ГСО _____ состава _____.

при следующих значениях влияющих факторов:

Температура —

Относительная влажность —

Атмосферное давление —

Напряжение питания —

Внешний осмотр.

Спектрометр эмиссионный «СПАС-01», зав. № _____ соответствует требованиям технической документации (ТУ 4434-004-51563992-15; эксплуатационная документация в соответствии с комплектацией прибора), дефекты отсутствуют.

Опробование.

Прибор функционирует нормально, - в соответствии с требованиями ТУ 4434-004-51563992-15. Идентификационные данные ПО СИ: идентификационное наименование _____; номер версии (идентификационный номер) _____; цифровой идентификатор исполненного файла splArc.exe _____.

Метрологические характеристики:

Метрологическая характеристика	Значение метрологической характеристики	
	Требования по НД	Фактическое значение МХ
Рабочий спектральный диапазон, нм		
Относительное СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей при измерении содержания меди, марганца, никеля (в диапазоне массовых долей от 0,10 % до 1,0 %) в сталях углеродистых и легированных, %, не более	не более	
Абсолютные погрешности выходного сигнала спектрометра в режиме измерения массовых долей элементов при анализе сталей		

Вывод: метрологические характеристики спектрометра эмиссионного «СПАС-01», зав. № _____, не превышают пределов, нормированных в технической документации (ТУ 4434-004-51563992-15) и соответствуют требованиям утвержденной методики поверки МП-242-1889-2015.

Поверитель

(Дата поверки)