

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора

ФГБУ «ВНИИОФИ»

Е.А. Гаврилова

2023 г.



«ГСИ. Спектрометры лазерные искровые эмиссионные Calibus.

Методика поверки»

МП 046.Д4-23

Главный метролог

ФГБУ «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода

«05» 09 2023 г.

Москва 2023

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры лазерные искровые эмиссионные Calibus (далее – спектрометры), предназначенные для измерений массовой доли элементов в сплавах методом лазерной искровой спектроскопии, и устанавливает порядок, методы и средства проведения первичной и периодических поверок.

По итогам проведения поверки должна обеспечиваться прослеживаемость к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов (ГЭТ 196-2023) согласно государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 1569 от 07.08.2023 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов, а также флуоресценции в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов».

Проверка спектрометров выполняется методом прямых измерений.

Метрологические характеристики спектрометров указаны в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой доли элементов, %	от 0,1 до 100,0
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли элементов, %, в поддиапазоне: от 0,1 % до 5,0 % включ. св. 5,0 % до 100,0 %	± 15 ± 5

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции первичной и периодической поверок

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр средства измерений	Да	Да	7
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	Да	8
Проверка программного обеспечения средства измерений	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик средства измерений			10
Проверка диапазона измерений массовой доли элементов	Да	Да	10.1
Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов	Да	Да	10.2
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	11

2.2 При получении отрицательных результатов при проведении любой операции поверка прекращается.

2.3 Допускается проведение периодической поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений массовой доли элементов на основании письменного заявления владельца средств измерений или лица, представившего их на поверку, оформленного в произвольной форме.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки соблюдаются следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C от +15 до +35;
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 95.
- атмосферное давление, кПа от 86 до 106.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица, изучившие настоящую методику поверки и руководства по эксплуатации (РЭ) на спектрометры и средства поверки, ознакомившиеся с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 15.12.2020 №903н, прошедшие обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений.

4.2 Поверку средств измерений осуществляют аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении первичной и периодической поверок применяются средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 8 Контроль условий поверки	<p>Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от 15 °C до 25 °C с абсолютной погрешностью не более 0,2 °C;</p> <p>Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 5 % до 97 % с абсолютной погрешностью не более 3,0 %;</p> <p>Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 80 до 106 кПа и пределами допускаемой погрешности ± 0,2 кПа</p>	<p>Термогигрометры электронные CENTER, мод., CENTER 315, рег. № 22129-09</p> <p>Барометр – анероид метеорологический БАММ-1 рег. № 5738-76</p>
п. 10 Определение метрологических характеристик	Стандартные образцы, не ниже уровня рабочего эталона по ГПС, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 1569 от 07.08.2023, в	ГСО 4165-91П, 2489-91П/2497-91П стандартные образцы сталей углеродистых и легированных типов 13Х, 60С2, 05кп, 11ХФ, 60С2Г,

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	диапазоне аттестованных значений массовой доли элементов от 0,1 до 100 %, абсолютной погрешности аттестованных значений от 0,002 до 0,1 %	12Х1МФ, 25Х1МФ, 30ХН2МФА, 12МХ, В2Ф (комплект СО УГ0-УГ9) ГСО 10879-2017 стандартные образцы состава латуни марки Л96 (комплект VSLT1) ГСО 10756-2016 СО сталей легированных типов 12Х18Н9Т, 08Х18Н10Т, 10Х17Н13М2Т, 10Х23Н18, 36Х18Н25С2, 08Х15Н24В4ТР (комплект ИСО ЛГ70-ИСО ЛГ75)

5.2 Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице 3, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемого средства измерений с требуемой точностью.

5.3 Средства измерений, указанные в таблице 3, должны быть аттестованы (проверены) в установленном порядке.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 Перед началом поверки необходимо изучить руководство по эксплуатации на спектрометр и настоящую методику поверки.

6.2 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н. Оборудование, применяемое при поверке, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-91. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

6.3 При выполнении измерений должны соблюдаться требования, указанные в руководстве по эксплуатации на спектрометр.

6.4 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 Проверяют комплектность спектрометра. Комплектность спектрометра должна соответствовать комплектности, указанной в описании типа.

7.2 Проверяют спектрометр на отсутствие механических повреждений.

7.3 Спектрометр признается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если не обнаружены несоответствия комплектности, механические повреждения.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Проверьте наличие средств поверки по таблице 3, укомплектованность их документацией.

8.2 Вставьте аккумулятор в спектрометр. Батарейный отсек расположен у основания ручки.

8.3 Заполните спектрометр аргоном в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.4 Подготовьте эталонный образец SUS из комплекта средства измерений. Поверхность образца должна быть ровной и чистой, рекомендуется зачистка поверхности с помощью ручной шлифовальной машинки или наждачной бумаги.

8.5 Нажмите и удерживайте кнопку включения питания, пока не засветится экран спектрометра.

8.6. Введите ПИН-код оператора (по умолчанию 1234). Прогрейте прибор в течение 30 минут.

8.7 Проведите измерение массовой доли элементов в эталонном образце для чего прокрутите вниз главный экран и нажмите клавишу калибровки «Standardisation» на экране меню (см. рис. 1). Прижмите эталонный образец к окну измерения прибора, чтобы закрыть датчик объекта и нажмите клавишу измерения.

8.8 После успешного завершения калибровки возврат в главный экран происходит автоматически.



Рисунок 1

8.9 Спектрометр считается выдержавшим операцию поверки, если вышел на рабочий режим в соответствии с п. 8.8.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Проверить соответствие заявленных идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) сведениям, приведенным в описании типа на спектрометр, для чего выбрать вкладку «Parameter Setting», выбрать вкладку «Property», выбрать вкладку «System info».

9.2 Выполнить проверку соответствия идентификационных данных ПО, указанных на дисплее спектрометра, значениям, приведенным в таблице 4 настоящей методики поверки.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО спектрометра

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Calibus
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	2.2.16
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

10 Определение метрологических характеристик средства измерений**10.1 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов**

10.1.1 Проверку диапазона измерений массовой доли элементов совмещают с операцией «Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов».

10.1.2 Спектрометры считают выдержавшими операцию поверки, если диапазон измерений массовой доли элементов составляет от 0,1 до 100,0 %.

10.2 Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов

10.2.1 Провести десятикратное измерение массовых долей элементов в диапазоне от 0,1 до 100,0 %, в стандартных образцах ГСО 4165-91П, 2489-91П-2497-91П, ГСО 10879-2017, ГСО 10756-2016.

10.2.2 Плотно прижмите стандартный образец к окну измерений спектрометра.

10.2.3 Как только образец будет правильно расположен, нажмите клавишу измерения.

10.2.4 Провести обработку результатов измерений в соответствии с п. 11.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Рассчитать среднее арифметическое измеренных значений массовой доли \bar{X} , % для всех элементов по формуле.

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

где X_i , \bar{X} - измеренное и среднее значение массовой доли элемента соответственно, %.

n – количество измерений равное 10.

11.2 Рассчитать относительную погрешность измерений массовой доли элементов по формуле 2:

$$\delta = \frac{\bar{X} - X_{\text{атт}}}{X_{\text{атт}}} \cdot 100 \% \quad (2)$$

где $X_{\text{атт}}$ - аттестованное значение массовой доли элемента из паспорта ГСО, %.

11.3 Спектрометр признается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если:

- диапазон измерений массовой доли элементов от 0,1 до 100,0 %;

- полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли элементов в поддиапазоне от 0,1% до 5,0% включ. не превышают пределов $\pm 15 \%$, а в поддиапазоне св. 5,0% до 100,0% не превышают пределов $\pm 5 \%$.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении А. Протокол может храниться на электронных носителях.

12.2 Спектрометр считается прошедшим поверку с положительным результатом и допускается к применению, если все операции поверки пройдены с положительным

результатом и полученные значения метрологических характеристик удовлетворяют требованиям к спектрометру в соответствии с его ОТ, а также соблюдены требования по защите средства измерений от несанкционированного вмешательства. В ином случае спектрометр считается прошедшим поверку с отрицательным результатом и не допускается к применению.

12.3 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, с учетом требований методики поверки аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки (подтверждено соответствие средства измерений метрологическим требованиям) выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными приказом Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 31.07.2020 № 2510. Нанесение знака поверки на спектрометр не предусмотрено.

12.4 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, с учетом требований методики поверки аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае отрицательных результатов поверки (не подтверждено соответствие средства измерений метрологическим требованиям) выдает извещение о непригодности к применению средства измерений.

12.5 Сведения о результатах поверки (как положительных, так и отрицательных) передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Начальник отдела Д-4

Начальник сектора отдела Д-4

Ведущий инженер отдела Д-4

А.В. Иванов

Н.Ю. Грязских

И.Н. Зябликова

ПРИЛОЖЕНИЕ А
 (Рекомендуемое)
 Форма протокола поверки

**ПРОТОКОЛ ————— ПЕРВИЧНОЙ
ПЕРИОДИЧЕСКОЙ ————— ПОВЕРКИ №**

Спектрометр лазерный искровый эмиссионный Calibus
 (наименование, тип СИ и модификации в соответствии с описанием типа, в единственном числе)
 (Регистрационный №)

Заводской номер:

Год выпуска:

Изготовитель:

Владелец СИ:

Применяемые эталоны: ГСО 4165-91П, 2489-91П-2497-91П, ГСО 10879-

2017, ГСО 10756-2016

Применяемая методика поверки: МП 046.Д4-23 «ГСИ. Спектрометры лазерные
искровые эмиссионные Calibus. Методика
поверки»

Условия поверки:

- температура окружающей среды:
- относительная влажность воздуха:
- атмосферное давление:

Проведение поверки:

1. Внешний осмотр:
2. Опробование:
3. Идентификация программного обеспечения:
4. Определение метрологических характеристик

Диапазон измерений массовой доли элемента, %

Таблица А.1

ГСО			
Элемент			
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
Среднее значение, %			
Аттестованное значение, %			

Относительная погрешность, %			
Требования технической документации, %			

Заключение по результатам
проверки:

Поверитель:

подпись _____ инициалы, фамилия _____ дата _____

Руководитель:

подпись _____ инициалы, фамилия _____ дата _____