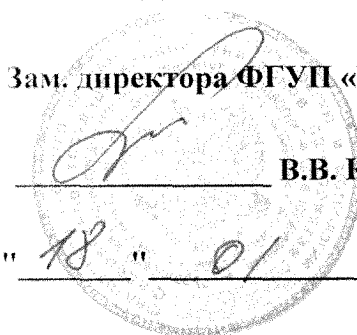


**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
(ФГУП «УНИИМ»)**

УТВЕРЖДАЮ

Зам. директора ФГУП «УНИИМ»



В.В. Казанцев

" 18 " 01 2012 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
Спектрометры эмиссионные SPECTROLAB и SPECTROMAXx**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 60-251-2011

Екатеринбург

2012

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)

2 ИСПОЛНИТЕЛИ Собина Е.П., Зеньков Е.О.

3 УТВЕРЖДЕНА зам. директора ФГУП «УНИИМ» в январе 2012 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	6
6	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКИ К НЕЙ	6
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....	6
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	7
	8.1 ВНЕШНИЙ ОСМОТР.....	7
	8.2 ОПРОБОВАНИЕ.	7
	8.3 ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК.....	7
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....	9
	ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	10

Государственная система обеспечения единства измерений. Спектрометры эмиссионные SPECTROLAB и SPECTROMAXx. Методика поверки	МП 60-251-2011
---	----------------

Дата введения в действие: январь 2012 г.

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры эмиссионные SPECTROLAB и SPECTROMAXx (далее - спектрометры) производства фирмы «SPECTRO Analytical Instruments GmbH» (Германия) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ПР 50.2.006–94 Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок проведения поверки средств измерений

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

3 Операции поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3		
3.1 Проверка относительного среднего квадратического отклонения (СКО) результатов измерений выходного сигнала	8.3.1	да	да

1	2	3	4
3.2 Проверка нестабильности выходного сигнала в течение 6 часов непрерывной работы	8.3.2	да	да
3.3 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов	8.3.3	да	нет

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, спектрометр бракуется.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- государственный стандартный образец состава сплава на никелевой основе ХН70Ю (Н11) ГСО 1418-92П, имеющий следующие метрологические характеристики:

Элемент	Аттестованное значение массовой доли элемента, %	Абсолютная погрешность аттестованного значения при доверительной вероятной 0,95, %
Марганец	0,147	0,003
Хром	27,04	0,03
Алюминий	2,83	0,03
Железо	0,47	0,01

- государственный стандартный образец состава меди ГСО 8096-2002 комплект МБ, имеющий следующие метрологические характеристики:

Аттестованная характеристика СО: массовая доля элементов в процентах

Элемент	Индекс СО								
	МБ-1	МБ-2	МБ-3	МБ-4	МБ-5	МБ-6	МБ-7	МБ-8	МБ-9
Ag	0,0009	0,0018	0,0044	0,012	0,026	0,0110	0,120	0,200	0,0004
Au	0,00014	0,00032	0,0009	0,0028	0,0072	0,014	0,025	0,050	-
Pt	0,00014	0,00036	0,00100	0,0030	0,0076	0,014	0,025	0,050	-
Pd	0,00013	0,00040	0,00100	0,0030	0,0073	0,014	0,025	0,049	-
Rh	0,00009	0,00033	0,00096	0,0030	0,0076	0,0145	0,025	0,00003	-
Ir	0,00010	0,00035	0,00098	0,0030	0,0073	0,015	0,025	-	-
Ru	0,00011	0,00050	0,0013	0,0039	0,0076	0,020	0,020	-	-
Os	-	-	0,00010	0,00030	0,0008	0,0014	0,0014	-	-

Абсолютная погрешность аттестованного значения СО в процентах при доверительной вероятности 0,95

Элемент	Индекс СО								
	МБ-1	МБ-2	МБ-3	МБ-4	МБ-5	МБ-6	МБ-7	МБ-8	МБ-9
Ag	0,0002	0,0003	0,0007	0,002	0,003	0,0015	0,004	0,007	0,0001
Au	0,00003	0,00007	0,0001	0,0003	0,0008	0,001	0,002	0,003	-
Pt	0,00004	0,00006	0,00015	0,0004	0,0007	0,001	0,002	0,003	-
Pd	0,00003	0,00006	0,00015	0,0003	0,0006	0,001	0,002	0,003	-
Rh	0,00002	0,00005	0,00010	0,0003	0,0008	0,0013	0,002	0,00001	-
Ir	0,00002	0,00005	0,00015	0,0004	0,0009	0,001	0,002	-	-
Ru	0,00003	0,00008	0,0002	0,0004	0,0008	0,002	0,00001	-	-
Os	-	-	0,00002	0,00007	0,0002	0,0003	0,0004	-	-

- аргон чистотой 99,99 % по ГОСТ 10157-79;

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и диапазоны измерений.

5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила эксплуатации электроустановок потребителем», «Правила технической безопасности при эксплуатации электроустановок потребителем», требования ГОСТ 12.2.007.0.

6 Условия поверки и подготовки к ней

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 18 до 25
- относительная влажность воздуха, (при $t = 20\text{ °C}$), % не более 70

6.2 Спектрометры устанавливаются вдали от источников магнитных и электрических полей.

7 Подготовка к поверке

7.1 Спектрометр подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее - РЭ).

7.2 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготовить в соответствии с их инструкцией по применению.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- соответствие комплектности указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование.

8.2.1 Проверить работоспособность органов управления и регулировки спектрометра при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО спектрометра. Номер версии ПО идентифицируется при включении спектрометра путем вывода на экран номера версии. Первые три цифры в номере версии ПО спектрометра должны соответствовать приведенным в таблице 2. Цифровой идентификатор ПО проверить с помощью программы Md5 (программа md5 находится в свободном доступе на сайте <http://www.md5summer.org>). Полученное значение цифрового идентификатора должно соответствовать указанному в таблице 2.

Таблица 2

Наименование ПО	Идентификационное наименование ПО	Номер версии (идентификационный номер) ПО	Цифровой идентификатор ПО	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО
Spark Analyzer Vision	Spark Analyzer Vision	2.04.0002	d2a56a80b2a1e68e92d2ace9939ab7ee	Md5

8.3 Проверка метрологических характеристик.

8.3.1 Проверка относительного СКО результатов измерений выходного сигнала

Проверку относительного СКО результатов измерений выходного сигнала провести с использованием не менее двух ГСО, указанных в 4.1 настоящей методики.

Установить режим работы спектрометра в соответствии с РЭ для измерений относительной интенсивности спектральной линии от конкретного элемента ГСО.

Выполнить не менее 10 измерений выходного сигнала каждого из используемых ГСО.

По результатам измерений для каждого ГСО вычислить среднее арифметическое выходного сигнала ($\bar{I}_j$) и относительное СКО (S_j) результатов измерений выходного сигнала по формулам:

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

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

где I_{ij} - результат i -го измерения выходного сигнала j -го элемента, усл. ед.;

n - количество измерений выходного сигнала.

Полученные значения относительного СКО результатов измерений выходного сигнала должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.2 Проверка нестабильности выходного сигнала в течение 6 часов непрерывной работы

Проверку нестабильности выходного сигнала провести с использованием одного из ГСО, указанных в 4.1 настоящей методики и соответствующих диапазону измерений спектрометра.

Провести не менее трех измерений выходного сигнала любого элемента ГСО. Вычислить среднее арифметическое значение выходного сигнала ($\bar{I}_j$) по формуле (1). Измерения повторять через каждый час не выключая спектрометра.

Вычислить нестабильность выходного сигнала (v) в течение 6 часов непрерывной работы по формуле

$$v = \left| \frac{\bar{I}_{\max} - \bar{I}_{\min}}{I_{cp}} \right| \cdot 100, \quad (3)$$

где $\bar{I}_{\max}$ - максимальное измеренное значение выходного сигнала, усл. ед.;

$\bar{I}_{\min}$ - минимальное измеренное значение выходного сигнала, усл. ед.;

I_{cp} - среднее арифметическое значение выходного сигнала за 6 часов непрерывной работы, усл. ед.

Полученные значения нестабильности выходного сигнала в течение 6 часов непрерывной работы должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.3 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов

Проверку диапазона измерений массовой доли элементов провести с использованием ГСО, указанных в 4.1 настоящей методики.

Диапазон измерений массовой доли элементов должен удовлетворять требованиям таблицы 3.

Таблица 3

Наименование характеристик	Значения характеристик
Диапазон измерения массовой доли элементов (примесей) в металлах и сплавах, % - SPECTROLAB - SPECTROMAXx	$1 \cdot 10^{-5}$ до 50 $1 \cdot 10^{-4}$ до 50
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала, %	1,0
Нестабильность выходного сигнала в течение 6 часов непрерывной работы, не более, %	3,0

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения А.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с ПР 50.2.006. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

9.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство, гасят клеймо и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с ПР 50.2.006.

Разработчики:

С.н.с. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ»

Инженер I категории лаб.241 ФГУП «УНИИМ»

_____ Е.П. Соби́на

_____ Е.О. Зеньков

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)
ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Спектрометр эмиссионный модель _____ зав № _____

Документ на поверку: МП 60-251-2011 «ГСИ. Спектрометры эмиссионные SPECTROLAB и SPECTROMAXx. Методика поверки».

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °C _____

- относительная влажность воздуха, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица 1 - Результаты проверки относительного СКО результатов измерений выходного сигнала

Аттестованное значение массовой доли элемента ГСО, %	Результаты измерений выходного сигнала, усл. ед.	Среднее арифметическое значение результатов измерений выходного сигнала, усл. ед.	Относительное СКО результатов измерений выходного сигнала, %	Нормируемые значения относительного СКО результатов измерений выходного сигнала, %

Таблица 2 - Результаты проверки неустойчивости выходного сигнала в течение 6 часов непрерывной работы

Аттестованное значение массовой доли элемента ГСО, %	Время, ч	Среднее арифметическое значение результатов измерений выходного сигнала элемента на спектрометре, усл. ед.	Нестабильность выходного сигнала в течение 6 часов непрерывной работы, %	Нормируемое значение неустойчивости выходного сигнала в течение 6 часов непрерывной работы, %
	1			
	2			
	3			
	4			
	5			
	6			

Таблица 3 – Результаты проверки диапазона измерений массовой доли элементов

Полученные значения диапазона измерений массовой доли элементов, %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «___» _____ 20___ г, №___

Поверитель _____
(Ф.И.О.) _____ подпись _____

Организация, проводившая поверку _____