

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

УТВЕРЖДАЮ



Зам. директора ФГУП «УНИИМ»

В.В. Казанцев

2013 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Спектрометры оптико-эмиссионные переносные SPECTROiSORT и мо-

бильные SPECTROTEST

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 114-241-2013

Екатеринбург

2013

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** Зеньков Е.О.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** зам. директора ФГУП «УНИИМ» в ноябре 2013 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ.....	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	7
6	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКИ К НЕЙ.....	7
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	7
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	7
	8.1 ВНЕШНИЙ ОСМОТР.....	7
	8.2 ОПРОБОВАНИЕ.	7
	8.3 ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК.....	8
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....	10
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	11

Государственная система обеспечения единства измерений. Спектрометры оптико-эмиссионные переносные SPECTROiSORT и мобильные SPECTROTEST. Методика поверки	МП 114-241-2013
--	------------------------

Дата введения в действие: ноябрь 2013 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры оптико-эмиссионные переносные SPECTROiSORT и мобильные SPECTROTEST (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

ПОТ Р М-016-2001 РД 153-34.0-03.150-00 Межотраслевые правила по охране труда при эксплуатации электроустановок

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
1	2	3	4
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3		

1	2	3	4
3.1 Проверка относительного среднего квадратического отклонения (СКО) и относительной погрешности результатов измерений массовой доли легирующего элемента	8.3.1	да	да
3.2 Проверка нестабильности выходного сигнала в течение 6 часов непрерывной работы	8.3.2	да	да
3.3 Проверка диапазона измерений массовой доли легирующего элемента	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:

- стандартные образцы состава сталей углеродистых и легированных: ГСО 4165-91П, ГСО 2489-91 – 2497-91 с аттестованными значениями массовой доли элементов:

Индекс СО	C	Si	Mn	Cr	Ni	W	Mo	Ti	V	Cu	Al	Nb
УГ0д	1,32	0,2	0,2	0,60	0,351	0,01	0,05	0,01	0,01	0,265	0,108	0,01
УГ1д	0,62	1,23	0,79	0,069	0,048	0,01	0,061	0,045	0,070	0,01	0,022	0,078
УГ2д	0,010	0,006	0,008	0,039	0,075	0,02	0,022	0,01	0,005	0,012	0,01	0,002
УГ3д	0,93	0,79	0,98	0,77	0,98	0,81	0,048	0,29	0,54	0,10	0,10	0,21
УГ4д	0,56	1,80	1,26	0,17	0,68	0,14	0,087	0,17	0,054	0,098	0,010	0,053
УГ5д	0,2	0,145	0,52	1,42	0,42	0,38	0,44	0,003	0,29	0,37	0,19	0,01
УГ6д	0,232	0,51	0,39	0,85	0,2	0,16	0,2	0,01	0,34	0,257	0,4	0,01
УГ7д	0,3	0,2	0,68	0,99	2,27	0,35	0,25	0,002	0,23	0,03	0,07	0,1
УГ8д	0,74	0,3	1,95	1,63	0,113	0,58	0,77	0,1	0,006	0,051	0,32	0,062
УГ9д	1,10	0,31	0,25	0,36	0,183	1,63	0,29	0,109	0,19	0,125	0,017	0,002

Абсолютная погрешность аттестованных значений:

Индекс СО	C	Si	Mn	Cr	Ni	W	Mo	Ti	V	Cu	Al	Nb
УГ0д	0,01	-	-	0,01	0,004	-	-	-	-	0,004	0,002	-
УГ1д	0,01	0,01	0,01	0,002	0,001	-	0,001	0,001	0,002	-	0,001	0,002
УГ2д	0,002	-	0,002	0,001	0,002	-	0,001	0,001	0,001	0,001	-	-
УГ3д	0,01	0,01	0,01	0,01	0,02	0,02	0,001	0,001	0,01	0,01	0,01	0,02
УГ4д	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,002
УГ5д	-	0,003	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	-
УГ6д	0,003	0,01	0,01	0,01	-	0,01	-	-	0,01	0,003	-	-
УГ7д	-	-	0,01	0,01	0,02	0,01	0,01	0,01	0,01	-	-	-
УГ8д	0,01	-	0,02	0,01	0,002	0,01	0,01	0,01	-	0,001	0,01	0,001
УГ9д	0,01	0,01	0,01	0,01	0,002	0,02	0,01	0,01	0,01	0,002	0,001	-

- стандартные образцы состава сталей легированных типов ГСО 4506-92П – 4510-92П
с аттестованными значениями массовой доли элементов:

Индекс СО	C	Si	Mn	Cr	Ni	W	Mo	Ti	V	Cu	Al	S	P
ЛГ32д	0,138	0,185	0,54	19,75	7,10	0,205	0,110	0,92	0,317	0,019	0,156	0,039	0,0057
ЛГ33д	0,038	0,44	1,32	16,26	10,40	0,158	0,045	0,21	0,101	0,167	0,024	0,016	0,025
ЛГ34д	0,222	0,80	0,362	17,32	9,54	0,33	0,266	0,138	0,195	0,269	0,029	0,019	0,010
ЛГ35д	0,078	1,01	0,81	18,44	8,23	0,107	0,39	0,73	0,041	0,366	0,087	0,0094	0,042
ЛГ36д	0,060	0,70	1,97	14,95	12,6	0,056	0,197	0,39	0,156	0,085	0,080	0,027	0,017

Абсолютная погрешность аттестованных значений:

Индекс СО	C	Si	Mn	Cr	Ni	W	Mo	Ti	V	Cu	Al	S	P
ЛГ32д	0,004	0,003	0,01	0,04	0,04	0,004	0,002	0,01	0,004	0,001	0,004	0,001	0,0004
ЛГ33д	0,001	0,01	0,01	0,03	0,06	0,004	0,001	0,01	0,002	0,003	0,001	0,001	0,001
ЛГ34д	0,004	0,01	0,005	0,02	0,06	0,01	0,004	0,003	0,004	0,004	0,001	0,001	0,001
ЛГ35д	0,002	0,01	0,01	0,03	0,06	0,003	0,01	0,01	0,001	0,005	0,004	0,0003	0,001
ЛГ36д	0,001	0,02	0,03	0,03	0,2	0,003	0,003	0,02	0,004	0,001	0,006	0,001	0,001

- стандартный образец состава меди ГСО 8096-2002 комплект МБ с аттестованными значениями массовой доли элементов:

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

Эле- мент	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	-	-

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, ПОТ Р М-016-2001.

6 Условия поверки и подготовки к ней

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 18 до 24
- относительная влажность воздуха, (при $t = 20\text{ °C}$), % не более 80

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. Идентификационное наименование ПО должно соответствовать приведенному в таблице 2.

Таблица 2

Идентификационное наименование ПО	Номер версии (идентификационный номер) ПО	Цифровой идентификатор ПО	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО
Spark Analyzer	—	—	—

8.3 Проверка метрологических характеристик.

8.3.1 Проверка относительного СКО и относительной погрешности результатов измерений массовой доли легирующего элемента

Проверку относительного СКО и относительной погрешности результатов измерений массовой доли легирующего элемента провести с использованием не менее трех ГСО, указанных в 4.1 настоящей методики (измерения провести с использованием ГСО, в которых аттестованные значения массовой доли элементов находятся в начале, середине и в конце диапазона измерений).

Выполнить не менее 10 измерений массовой доли элементов каждого из используемых ГСО. По результатам измерений для каждого ГСО вычислить среднее арифметическое значение ($\bar{M}_i$), относительное СКО (S_i^o) и относительную погрешность (d_i) результатов измерений массовой доли элемента по формулам:

$$\bar{M}_i = \frac{\sum_{j=1}^n M_{ij}}{n}, \quad (1)$$

$$S_i^o = \frac{1}{\bar{M}_i} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (M_{ij} - \bar{M}_i)^2}{n-1}} \cdot 100, \quad (2)$$

$$d_i = \frac{\frac{tS_i}{\sqrt{n}} + 1,1 \cdot \sqrt{(\bar{X}_i - A_i)^2 + \Delta A_i^2}}{\left[\frac{S_i}{\sqrt{n}} + \sqrt{\frac{(\bar{X}_i - A_i)^2 + \Delta A_i^2}{3}} \right] \cdot A_i} \cdot \sqrt{\frac{(\bar{X}_i - A_i)^2 + \Delta A_i^2}{3} + \frac{S_i^2}{n}} \cdot 100, \quad (3)$$

где M_{ij} – результат j -го измерения массовой доли i -го элемента, %;

A_i – аттестованное значение массовой доли i -го элемента в ГСО, %;

S_i – СКО результатов измерений массовой доли i -го элемента в ГСО, %;

ΔA_i – абсолютная погрешность массовой доли i -го элемента в ГСО, %;

t – коэффициент Стьюдента, который зависит от доверительной вероятности P и количества измерений n , равен 2,78 для $n=5$, $P=0,95$;

n – количество выполненных измерений.

Полученные значения относительного СКО и относительной погрешности результатов измерений массовой доли легирующего элемента должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.2 Проверка нестабильности выходного сигнала за 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 трёх измерений выходного сигнала любого элемента ГСО. Вычислить среднее арифметическое значение выходного сигнала ($\bar{I}_i$) по формуле (4). Измерения проводить через каждый час не выключая спектрометра.

$$\bar{I}_i = \frac{\sum_{j=1}^n I_{ij}}{n}, \quad (4)$$

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

n - количество измерений выходного сигнала.

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

$$v = \left| \frac{\bar{I}_i - I_{i+1}}{\bar{I}_i} \right| \cdot 100, \quad (5)$$

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

8.3.3 Проверка диапазона измерений массовой доли легирующего элемента

Проверку диапазона измерений массовой доли легирующего элемента провести с использованием ГСО, указанных в 4.1 настоящей методики. Провести измерения массовой доли легирующего элемента в начале, середине и в конце диапазона измерений.

Диапазон измерений спектрометра должен удовлетворять требованиям таблицы 3.

Таблица 3

Наименование характеристики	Значение характеристики для модели	
	SPECTROiSORT	SPECTROTEST
Диапазон измерений массовой доли легирующего элемента, %	от 0,01 до 50,0	от 0,001 до 50,0
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли легирующего элемента, %	15	6,0
Пределы допускаемой относительной погрешности результатов измерений массовой доли легирующего элемента, %	± 30	± 20

Наименование характеристики	Значение характеристики для модели	
	SPECTROiSORT	SPECTROTEST
Нестабильность выходного сигнала за 6 часов непрерывной работы, %	20	8

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 признать непригодным к дальнейшей эксплуатации, аннулировать свидетельство, погасить клеймо и выдать извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с ПР 50.2.006.

Разработчик:

Инженер I категории лаб.241 ФГУП «УНИИМ»



Е.О. Зеньков

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Спектрометр оптический эмиссионный мобильный модель _____ зав № _____

Документ на поверку: МП 114-241-2013«ГСИ. Спектрометры оптико-эмиссионные переносные SPECTROiSORT и мобильные SPECTROTEST. 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 А.1 -Результаты проверки относительного СКО и относительной погрешности результатов измерений массовой доли легирующего элемента

Аттестованное значение массовой доли элемента ГСО, %	Результаты измерений массовой доли элемента, %.	Среднее арифметическое значение результатов измерений массовой доли легирующего элемента, %	Относительное СКО результатов измерений массовой доли легирующего элемента, %	Относительная погрешность результатов измерений массовой доли легирующего элемента, %

Таблица А.2- Результаты проверки нестабильности выходного сигнала за 6 часов непрерывной работы

Время, ч	Среднее арифметическое значение результатов измерений выходного сигнала, усл. ед.	Нестабильность выходного сигнала за 6 часов непрерывной работы, %	Нормируемое значение нестабильности выходного сигнала за 6 часов непрерывной работы, %
1			
2			
3			
4			
5			
6			

Таблица А.3 – Результаты проверки диапазона измерений массовой доли легирующего элемента

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

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «___» _____ 20___ г, № _____

Поверитель _____
подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____