

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

УТВЕРЖАЮ
И.о. директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
_____ А.Н. Пронин
М.П.
" 28 " 11 2018 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Спектрометры эмиссионные
МСА

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-2236-2018

Руководитель отдела
Государственных эталонов в области
физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

_____ Ю.А. Кустиков

Ведущий инженер
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

_____ Т.М. Эннанова

Санкт-Петербург
2018 г.

1. ВВЕДЕНИЕ

Настоящая методика распространяется на спектрометры эмиссионные МСА (далее – спектрометры), изготавливаемые ООО «Спектральная лаборатория», Россия. Спектрометры подлежат первичной поверке до ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверке в процессе эксплуатации. Интервал между поверками – 1 год.

2. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1- Операции поверки

Наименование операций	Номер пункта настоящей методики	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр.	7.1	да	да
Опробование	7.2	да	да
Подтверждение соответствия ПО	7.3	да	да
Определение метрологических характеристик.	7.4	да	да
Определение спектрального диапазона	7.4.1	да	да
Определение пределов детектирования легирующих и примесных элементов при анализе сталей ^{2,3}	7.4.2	да	да
Определение пределов детектирования легирующих и примесных элементов при анализе алюминия и алюминиевых сплавов ^{2,3}	7.4.3	да	да
Определение пределов детектирования легирующих и примесных элементов при анализе меди и сплавов на основе меди ^{2,3}	7.4.4	да	да
Определение относительных СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей при анализе сталей, алюминия и алюминиевых сплавов, меди и сплавов на основе меди ^{2,3}	7.4.5	да	да

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

2.3. Поверку по запросу потребителя допускается проводить по одному базису (основе: сталям, алюминию, алюминиевым сплавам, меди, сплавам на основе меди) в зависимости от того, методики анализа каких материалов установлены на спектрометре.

2.4. Возможно проведение поверки отдельных измерительных каналов согласно МИ 2531-99 «ГСИ. Анализаторы состава веществ и материалов универсальные. Общие требования к методикам поверки в условиях эксплуатации» в соответствии с разделами «Контроль точности (погрешности, прецизионности, неопределенности)» или «Обработка результатов измерений» аттестованных и стандартизированных государственными метрологическими органами методик измерений.

3. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2 – Средства поверки

№ п/п	Наименование и тип средства поверки	Основные технические и (или) метрологические характеристики или номер
1	ГСО10504-2014, стандартные образцы состава сталей углеродистых и легированных	Массовые доли элементов от 0,0006 % до 2,28 %; границы абсолютной погрешности от 0,0001 % до 0,02 % (при доверительной вероятности P=0,95)
	ГСО 8876-2007, стандартные образцы состава сталей легированных	Массовые доли элементов от 0,0023 % до 35,1 %; границы абсолютной погрешности от 0,0002 % до 0,1 % (при доверительной вероятности P=0,95).
	ГСО 9975-2011, стандартные образцы состава сталей легированных	Массовые доли элементов от 0,0010 % до 16,9 %; границы абсолютной погрешности от 0,0004 % до 0,1 % (при доверительной вероятности P=0,95)
	ГСО 10983-2017/10990-2017, стандартные образцы состава алюминия	Массовые доли элементов от 0,000113 % до 2,16 %; границы абсолютной погрешности от 0,000018 % до 0,07 % (при доверительной вероятности P=0,95)
	ГСО 7080-93, стандартные образцы состава сплавов алюминиевых	Массовые доли элементов от 0,00030 % до 7,03 %; границы абсолютной погрешности от 0,00005 % до 0,29 % (при доверительной вероятности P=0,95)
	ГСО 6530-92/6534-92, стандартные образцы состава сплавов алюминиевых	Массовые доли элементов от 0,0072 % до 8,94 %; границы абсолютной погрешности от 0,0005 % до 0,28 % (при доверительной вероятности P=0,95)
	ГСО 10819-2016, стандартные образцы состава меди черновой	Массовые доли элементов от 0,00031 % до 0,49 %; границы абсолютной погрешности от 0,00005 % до 0,020 % (при доверительной вероятности P=0,95)
	ГСО 979-76/989-76, стандартные образцы состава латуни свинцовой	Массовые доли элементов от 0,0027 % до 73,90 %; границы абсолютной погрешности от 0,0002 % до 0,17 % (при доверительной вероятности P=0,95)
	ГСО 6205-91/6209-91, стандартные образцы состава бронзы оловянной	Массовые доли элементов от 0,0011 % до 84,8 %; границы абсолютной погрешности от 0,0001 % до 0,9 % (при доверительной вероятности P=0,95)
	ГСО 2429-87П/2433-87П, стандартные образцы состава бронзы оловянной	Массовые доли элементов от 0,0099 % до 9,70 %; границы абсолютной погрешности от 0,0006 % до 0,5 % (при доверительной вероятности P=0,95)
2.	Барометр-анероид М-110, № в Федеральном информационном фонде 3745-73	Диапазон измерений не уже чем от 630 до 790 мм.рт. столба, (от 84 до 105 кПа) абсолютная погрешность ±2,5 мм.рт. столба
3.	Термогигрометр электронный CENTER, № в Федеральном информационном фонде 22129-09	Диапазон измерений отн. влажности от 10 до 100 %; абс. погрешность не более 3,0 %; диапазон измерений температуры от +10 до +40 °С; абсолютная погрешность не более 0,5 °С

3.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик спектрометра с требуемой точностью.

3.3. Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, а стандартные образцы, - действующие паспорта.

4. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ И ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в руководстве по эксплуатации спектрометров эмиссионных МСА.

4.2. К проведению поверки допускаются лица, изучившие руководство по эксплуатации спектрометра эмиссионного МСА и методику поверки МП-242-2236-2018.

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

4.5. Для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие в поверке оператора, обслуживающего спектрометр, или сервис-инженера (под контролем поверителя).

5. УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

5.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- | | |
|--|-------------------|
| - температура окружающей среды, °С | от +15 до +25; |
| - атмосферное давление, кПа | от 84,0 до 106,7; |
| - относительная влажность при температуре +25 °С, % не более | 80 |

6. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

6.1. Установку и подготовку спектрометра к поверке, включение соединительных устройств, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляют в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в руководстве по эксплуатации спектрометра эмиссионного МСА.

6.2. В случае длительного отключения спектрометра от сети переменного тока следует выдерживать спектрометр во включенном состоянии в течение не менее 30 минут.

6.2. Подготовить для анализа выбранные стандартные образцы в соответствии с инструкцией по применению соответствующего комплекта стандартных образцов, являющейся приложением к паспорту на комплект СО. На заточенной поверхности образца не допускаются раковины, поры, трещины, шлаковые включения, цвета побежалости и другие дефекты. Заточенные поверхности образцов не следует трогать руками.

7. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 Внешний осмотр

7.1.1. При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- наличие маркировки, подтверждающей тип и идентифицирующей спектрометр;
- отсутствие на наружных поверхностях спектрометра повреждений и дефектов, влияющих на его работоспособность;
- отсутствие ослаблений элементов конструкции, чистоту разъемов;
- надежность крепления соединительных элементов, кабелей.

7.1.2. Спектрометр эмиссионный МСА считается прошедшим поверку по п. 7.1, если корпус, внешние элементы, органы управления не повреждены, отсутствуют механические повреждения и ослабления элементов конструкции.

7.2 Опробование

Опробование спектрометра эмиссионного МСА заключается в его включении в соответствии с руководством по эксплуатации и руководством пользователя ПО и загрузке ПО «ГРАДУИРОВКА» (или ПО «GradSL»).

Результаты опробования считаются удовлетворительными, если на внешнем мониторе, после загрузки ПО «ГРАДУИРОВКА» (или ПО «GradSL») не появляется сообщений об ошибках.

7.3 Подтверждение соответствия ПО

На спектрометрах эмиссионных МСА могут быть установлены оба, либо одно из следующих ПО: «ГРАДУИРОВКА», «GradSL». При проведении поверки по данному пункту методики поверки производится проверка идентификационных данных тех ПО, которые установлены на поверяемом приборе.

7.3.1. Определение идентификационных данных ПО «ГРАДУИРОВКА».

В главном окне программы выполнить команду "Справка/О программе Градуировка...". В открывшемся окне приведены наименование и номер версии программы «ГРАДУИРОВКА». В полном номере версии ПО к метрологически значимой части относятся первые две цифры номера версии. Следующие цифры в номере версии ПО не являются метрологически значимыми и могут принимать иные значения, но не ниже указанных в описании типа на изделие (не ниже 5.3.18.07). Полный номер версии ПО должен соответствовать указанному в паспорте на поверяемый прибор.

Ниже в том же окне выводится цифровой идентификатор программы, в скобках справа приводится метод вычисления: SHA-1. При этом с помощью алгоритма вычисления цифрового идентификатора программного обеспечения (ЦИП) "SHA-1" производится вычисление ЦИП ПО «ГРАДУИРОВКА» для файла grad.exe. Результат подсчета должен совпадать с указанным в паспорте на поверяемый прибор.

Копия примера окна идентификации приведена на рисунке 1.

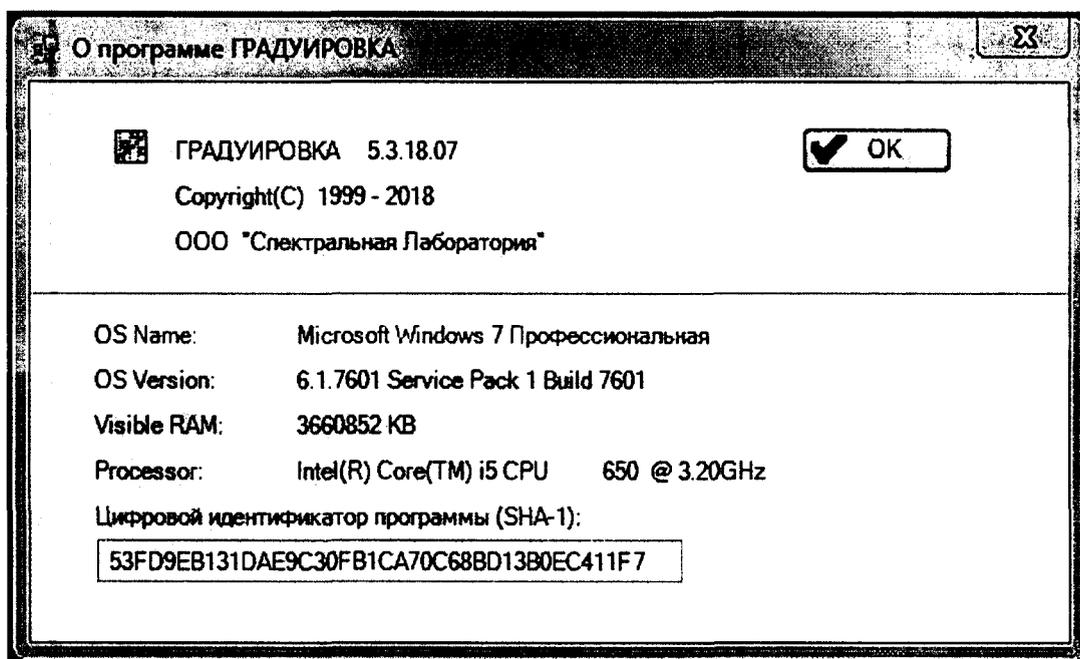


Рисунок 1. Окно с идентификационными данными ПО «ГРАДУИРОВКА».

7.3.2. Определение идентификационных данных ПО «GradSL».

В проводнике операционной системы в папке, где находятся файлы ПО «GradSL» выбрать исполняемый файл GradSL.exe и с помощью контекстного меню открыть раздел "Свойства". Во вкладке «Общие» приведено идентификационное название ПО «GradSL»; во вкладке «Подробно» приведен номер версии ПО «GradSL» (в строке «Версия файла»), в котором неизменной является первая цифра. Следующие цифры в номере версии ПО не являются метрологически значимыми, могут принимать иные значения, но не ниже указанных в описании типа на издании (не ниже 1.0.00.00). Полный номер версии ПО должен соответствовать указанному в паспорте на поверяемый прибор.

Для вычисления цифрового идентификатора программного обеспечения «GradSL» (ЦИП) исполняемого файла надо в интерфейсе программы в правом верхнем углу мышкой нажать кнопку «О программе» (с изображением графического кружка синего цвета с буквой «I» белого цвета, обозначающего «Информация» по первой букве английского слова «Information»). При этом с помощью алгоритма вычисления цифрового идентификатора программного обеспечения (ЦИП) "CRC32" производится вычисление ЦИП "GradSL" для файла GradSL.exe. Результат подсчета должен совпадать с указанным в паспорте на поверяемый прибор. В этом же окне приведено наименование ПО

Копии примеров окон с идентификационными данными приведены на рисунке 2.

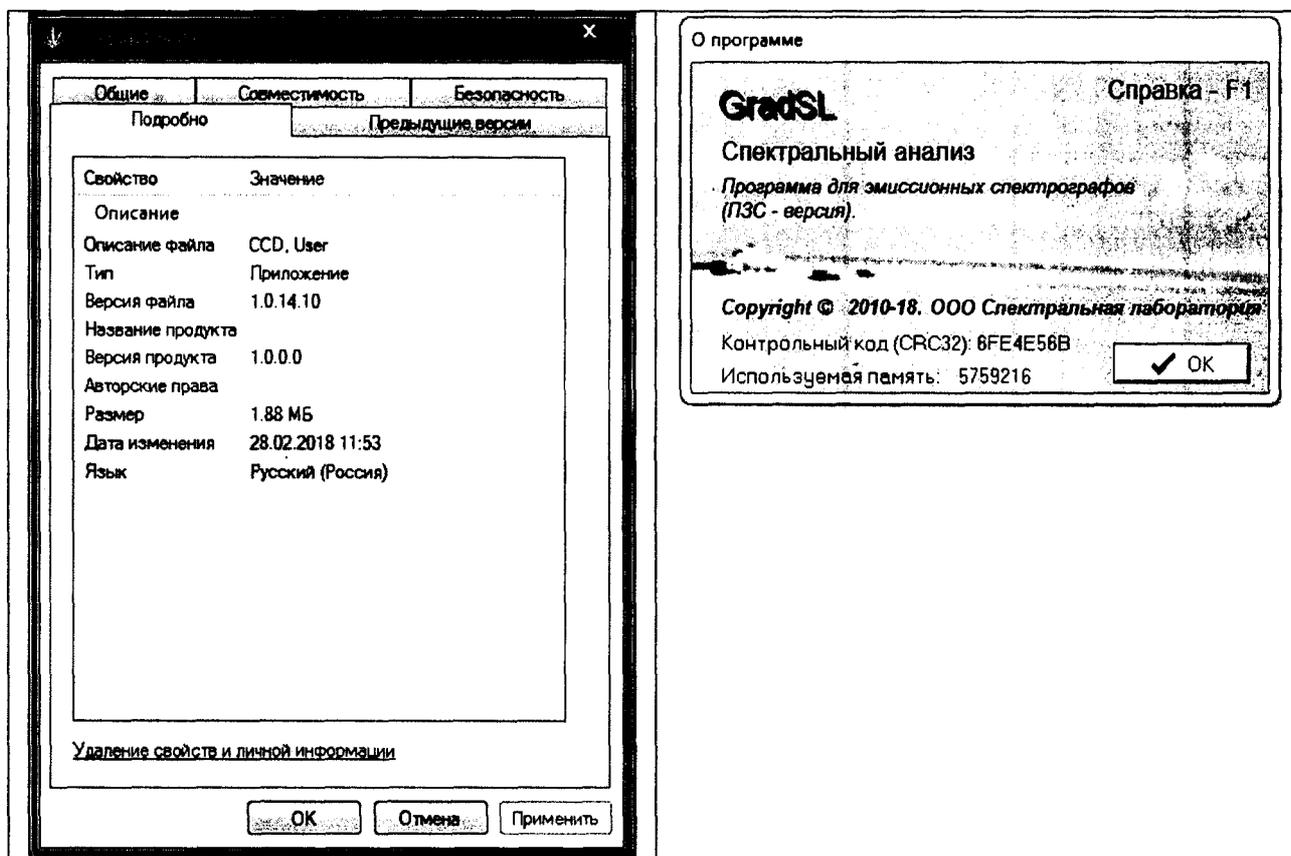


Рисунок 2. Окна с идентификационным данными ПО «GradSL».

7.3.3. Спектрометр эмиссионный МСА считается выдержавшим поверку по п. 7.3, если:

- версия ПО «ГРАДУИРОВКА» не ниже 5.3.18.07, полная версия и цифровой идентификатор совпадают с указанными в паспорте на поверяемый прибор;
- версия ПО «GradSL» не ниже 1.0.00.00, полная версия и цифровой идентификатор совпадают с указанными в паспорте на поверяемый прибор.

7.4. Определение метрологических характеристик

7.4.1. Определение спектрального диапазона.

7.4.1.1. Для проведения измерений по данному пункту применяют стандартные образцы состава сталей углеродистых и легированных ГСО 10504-2014. В качестве источника излучения для проверки спектрального диапазона используется искровой либо дуговой разряд (в зависимости от применяемого в спектрометре источника возбуждения спектра или генератора), генерируемый между подставным электродом и стандартным образцом.

7.4.1.2. Для проверки нижней и верхней границ спектрального диапазона следует использовать стандартный образец с достаточно большим содержанием элемента, соответствующего нижней (коротковолновой) и верхней (длинноволновой) границам спектрального диапазона испытываемого спектрометра, и, желателно, с бедным спектром других элементов в поддиапазоне ± 10 нм по отношению к анализируемой аналитической линии. Контроль спектрального диапазона проводится на следующих аналитических линиях:

- *железа 145,43 нм (145,65 нм)* для проверки нижней границы первого спектрального поддиапазона для модификаций спектрометра: МСАII V5 Азот, МСАII V5 Азот R;
- *железа 155,03 нм (155,91 нм)* для проверки верхней границы первого спектрального поддиапазона для модификаций спектрометра: МСАII V5 Азот, МСАII V5 Азот R;
- *железа 170,14 нм (171,24 нм; 172,0 нм; 174,62 нм)* для проверки нижней границы спектрального диапазона для модификации спектрометра МСАIII;
- *фосфора 178,22 нм или железа 178,47 нм (178,61 нм; 178,74 нм)* для проверки нижней границы спектрального диапазона для модификаций спектрометра: МСАII V5, МСАII V5 Гибрид, МСАII V5 Двойной; для проверки нижней границы первого спектрального поддиапазона для модификаций спектрометра: МСАII V5 R, МСАII V5 Гибрид R, МСАII V5 Двойной R; для проверки нижней границы второго спектрального поддиапазона для модификаций спектрометра: МСАII V5 Азот, МСАII V5 Азот R;
- *железа 191,67 нм (191,75 нм, 193,42 нм) или углерода 193,0 нм* (для проверки нижней границы спектрального диапазона для модификаций спектрометра: МСАI V5, МСАI V5 Воздух; для проверки нижней границы первого спектрального поддиапазона для модификаций спектрометра: МСАI V5 R, МСАI V5 Воздух R);
- *железа 192,54 нм (193,19 нм, 193,47 нм, 193,63 нм)* для проверки верхней границы спектрального диапазона для модификации спектрометра МСАIII;
- *железа 406,36 нм (407,17 нм)* для проверки верхней границы спектрального диапазона для модификаций спектрометра: МСАII V5, МСАII V5 Гибрид, МСАII V5 Двойной, МСАI V5, МСАI V5 Воздух; для проверки верхней границы первого спектрального поддиапазона для модификаций спектрометра: МСАII V5 R, МСАII V5 Гибрид R, МСАII V5 Двойной R, МСАI V5 R, МСАI V5 Воздух R; для проверки верхней границы второго спектрального поддиапазона для модификаций спектрометра: МСАII V5 Азот, МСАII V5 Азот R;
- *железа 404,58 нм (406,36 нм, 407,17 нм, 411,85 нм, 413,21 нм, 414,39 нм)* для проверки нижней границы второго спектрального поддиапазона для модификаций спектрометра: МСАII V5 R, МСАII V5 Гибрид R, МСАII V5 Двойной R, МСАI V5 R, МСАI V5 Воздух R; для проверки нижней границы третьего спектрального поддиапазона для модификации спектрометра МСАII V5 Азот R);
- *никеля 755,12 нм (755,59 нм, 756,14 нм) или железа 772,02 нм* для проверки верхней границы второго спектрального поддиапазона для модификаций спектрометра: МСАII V5 R, МСАII V5 Гибрид R, МСАII V5 Двойной R, МСАI V5 R, МСАI V5 Воздух R; для проверки верхней границы третьего спектрального поддиапазона для модификации спектрометра МСАII V5 Азот R.

7.4.1.3. Подготовить выбранный в соответствии с п. 7.4.1.2 настоящей МП стандартный образец путем шлифовки его поверхности в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на спектрометр. Выбрать методику анализа сталей. Провести серию тестовых изме-

рений образца, проверяя каждый раз качество пятна обжига согласно Руководству по эксплуатации. Убедиться в том, что разряд дает качественное пятно обжига.

7.4.1.4. В зависимости от применяемого ПО («GradSL» или «ГРАДУИРОВКА») в соответствии с руководством пользователя соответствующего ПО произвести одно контрольное измерение образца в режиме отображения спектра.

7.4.1.5. В соответствии с руководством пользователя программным обеспечением для проверки нижних границ спектральных диапазонов (поддиапазонов) спектрометра

- модификаций МСАII V5 Азот, МСАII V5 Азот R, составляющей 141 нм, вывести в окне спектра спектральный поддиапазон 141–147 нм. Анализируя визуально картинку спектра на экране убедиться в наличии контрольной линии железа 145,43 нм (145,65 нм);
- модификации МСАIII, составляющей 171 нм, вывести в окне спектра спектральный поддиапазон 169–175 нм. Анализируя визуально картинку спектра на экране убедиться в наличии контрольной линии железа 170,14 нм (171,24 нм; 172,0 нм; 174,62 нм);
- модификаций МСАII V5, МСАII V5 Гибрид, МСАII V5 R, МСАII V5 Гибрид R, МСАII V5 Азот, МСАII V5 Азот R, МСАII V5 Двойной, МСАII V5 Двойной R, составляющей 178 нм, вывести в окне спектра спектральный поддиапазон 177–180 нм. Анализируя визуально картинку спектра на экране убедиться в наличии контрольной линии фосфора 178,22 нм или железа 178,47 нм (178,61 нм; 178,74 нм);
- модификаций МСАI V5, МСАI V5 Воздух, МСАI V5 R, МСАI V5 Воздух R, составляющей 190 нм, вывести в окне спектра спектральный поддиапазон 188–194 нм. Анализируя визуально картинку спектра на экране убедиться в наличии контрольной линии железа 191,67 нм (191,75 нм, 193,42 нм) или углерода 193,0 нм;
- модификаций МСАII V5 R, МСАII V5 Гибрид R, МСАII V5 Двойной R, МСАI V5 R, МСАI V5 Воздух R, МСАII V5 Азот R, составляющей 410 нм, вывести в окне спектра спектральный поддиапазон 401–420 нм. Анализируя визуально картинку спектра на экране убедиться в наличии контрольной линии железа 404,58 нм (406,36 нм, 407,17 нм, 411,85 нм, 413,21 нм, 414,39 нм).

7.4.1.6. В соответствии с Руководством пользователя программным обеспечением для проверки верхних границ спектральных диапазонов (поддиапазонов) спектрометра

- модификаций МСАII V5 Азот, МСАII V5 Азот R, составляющей 155 нм, вывести в окне спектра спектральный поддиапазон 154–157 нм. Анализируя визуально картинку спектра на экране убедиться в наличии контрольной линии железа 155,03 нм (155,91 нм);
- модификации МСАIII, составляющей 194,0 нм, вывести в окне спектра спектральный поддиапазон 188–195 нм. Анализируя визуально картинку спектра на экране убедиться в наличии контрольной линии железа 192,54 нм (193,19 нм, 193,47 нм, 193,63 нм);
- модификаций МСАII V5, МСАII V5 Гибрид, МСАII V5 R, МСАII V5 Гибрид R, МСАII V5 Азот, МСАII V5 Азот R, составляющей 408 нм, вывести в окне спектра спектральный поддиапазон 405–410 нм. Анализируя визуально картинку спектра на экране убедиться в наличии контрольной линии железа 406,36 нм (407,17 нм);
- модификаций МСАII V5 Двойной, МСАII V5 Двойной R, МСАI V5, МСАI V5 Воздух, МСАI V5 R, МСАI V5 Воздух R, составляющей 410 нм, вывести в окне спектра спектральный поддиапазон 405–410 нм. Анализируя визуально картинку спектра на экране убедиться в наличии контрольной линии железа 406,36 нм (407,17 нм);
- модификаций МСАII V5 R, МСАII V5 Гибрид R, МСАII V5 Двойной R, МСАI V5 R, МСАI V5 Воздух R, МСАII V5 Азот R, составляющей 770 нм, вывести в окне спектра спектральный поддиапазон 752–773 нм. Анализируя визуально картинку спектра на экране убедиться в наличии контрольной линии никеля 755,12 нм (755,59 нм, 756,14 нм) или железа 772,02 нм.

7.4.1.7. Спектрометр эмиссионный МСА считается выдержавшим поверку, если, значения спектральных диапазонов для соответствующих модификаций, определенные по п.п. 7.4.1.5 и 7.4.1.6, соответствуют указанным в таблице 3 настоящей МП и в Паспорте на поверяемый экземпляр спектрометра.

Таблица 3 – Спектральные диапазоны спектрометров эмиссионных МСА

Модификация	Спектральный диапазон, нм
МСА I V5; МСА I V5 Воздух	от 190 до 410
МСА I V5 R; МСА I V5 Воздух R	от 190 до 410; от 410 до 770
МСА II V5; МСА II V5 Гибрид	от 178 до 408
МСА II V5 R; МСА II V5 Гибрид R	от 178 до 408; от 410 до 770
МСА II V5 Азот	от 141 до 155; от 178 до 408
МСА II V5 Азот R	от 141 до 155; от 178 до 408; от 410 до 770
МСА II V5 Двойной	от 178 до 410
МСА II V5 Двойной R	от 178 до 410; от 410 до 770
МСА III	от 171 до 194

7.4.2. Определение пределов детектирования легирующих и примесных элементов при анализе сталей.

7.4.2.1. Для проведения измерений по данному пункту применяют стандартные образцы состава сталей углеродистых и легированных ГСО 10504-2014. Выбрать из комплектов СО образцы, содержание в которых углерода, хрома, марганца, кремния, никеля, меди, титана, ванадия, алюминия, молибдена – лежит в диапазоне от 0,0001 % до 0,1 %. По возможности следует выбирать образцы с наименьшим содержанием указанных элементов. Подготовить образцы стали путем шлифовки поверхностей в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на спектрометр.

7.4.2.2. В зависимости от применяемого ПО («GradSL» или «ГРАДУИРОВКА») в соответствии с руководством пользователя соответствующего ПО выбрать методику анализа сталей низколегированных и перейти на вкладку анализа. В зависимости от применяемого ПО определить пределы детектирования углерода, хрома, марганца, кремния, никеля, меди, титана, ванадия, алюминия, молибдена при анализе сталей в соответствии с п. 7.4.2.3 (для ПО «GradSL») или п. 7.4.2.4 (для ПО «ГРАДУИРОВКА»). В случае, если на поверяемом спектрометре установлены два указанных ПО, определение пределов детектирования проводить в ПО «ГРАДУИРОВКА».

7.4.2.3. Определение пределов детектирования в ПО «GradSL»

Выполнить измерения относительных интенсивностей выбранных аналитических линий для всех стандартных образцов. На миллиметровой бумаге, либо в электронном виде на ПК, построить линейные градуировочные графики в координатах I , C (где I – среднее арифметическое значение из 5-ти результатов определения относительных интенсивностей аналитических линий – откладывается по оси ординат, C – значения массового содержания элемента в стандартном образце, указанные в свидетельстве об аттестации стандартного образца – откладывается по оси абсцисс). Продолжить градуировочный график до пересечения с осью « I » и определить значение I_{ϕ} как величину отрезка между началом координат и точкой пересечения графика с осью « I ». Определить по градуировочному графику значение C_{ϕ} , соответствующее сигналу ($2 \times I_{\phi}$) в заданном масштабе массовых долей элементов.

Примечание: В соответствии с правилом подобия треугольников более простым способом определения C_{ϕ} является следующий: продолжить градуировочный график до пересечения с осью « C » и определить значение C_{ϕ} как величину отрезка между началом координат и точкой пересечения графика с осью « C » в заданном масштабе массовых долей элементов.

Выполнить не менее 8 измерений выбранных в п. 7.4.2.1 стандартных образцов в режиме измерения относительных интенсивностей. Если данные измерения уже были выполнены на этапе построения градуировочных графиков, можно воспользоваться результатами этих измерений.

Рассчитать относительные СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей для указанных в п. 7.4.2.1 элементов (j) по формуле (1):

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

где:

- I_j^i значение i – го измерения относительной интенсивности j – ой анализируемой аналитической линии, т.е. для j – ого элемента ;
- $I_{\text{средн},j}$ – среднееарифметическое значение относительной интенсивности для j – ой анализируемой аналитической линии, т.е. для j – ого элемента;
- n – число измерений в серии.

Примечание: Значение S_j можно определить из распечатки результатов анализа, либо считать с экрана монитора (из строки под названием « S_r , %»).

Для указанных в п. 7.4.2.1 элементов (j) рассчитать пределы детектирования C_L по формуле:

$$C_{L,j} = \frac{3 \times C_{\phi,j} \times S_j}{100} \quad (2)$$

где:

$C_{\phi,j}$ – значение массовой доли для j – ого элемента, которое было определено из градуировочных графиков;

S_j – относительное СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей для j – ого элемента, которое было определено по формуле (1).

7.4.2.4. Определение пределов детектирования в ПО «ГРАДУИРОВКА»

Определение пределов детектирования выполнять в соответствии с разделом 10.3 руководства пользователя ПО «ГРАДУИРОВКА». Выполнить не менее 8 измерений выбранных в п. 7.4.2.1 стандартных образцов. Измерения выполняются в режиме измерения абсолютных интенсивностей.

Результаты определение пределов детектирования считываются с экрана монитора в строке под названием «Clod» (либо из распечатки на принтере).

7.4.2.5. Спектрометр считается выдержавшим поверку, если пределы детектирования легирующих и примесных элементов при анализе сталей, вычисленные в п. 7.4.2.3 или п. 7.4.2.4, не превышают следующих значений:

C	- 0,004 %	Ti	- 0,009 %
Cr	- 0,0005 %	V	- 0,008 %
Mn	- 0,0005 %	Cu	- 0,001 %
Si	- 0,0018 %	Mo	- 0,0035 %
Ni	- 0,002 %	Al	- 0,008 %

7.4.3. Определение пределов детектирования легирующих и примесных элементов при анализе алюминия и алюминиевых сплавов.

7.4.3.1. Для проведения измерений по данному пункту применяют стандартные образцы состава алюминия ГСО 10983-2017/10990-2017. Выбрать из комплектов СО образцы, содержание в которых кремния, железа, магния, меди, титана – лежит в диапазоне от 0,0001 % до

0,1 %. По возможности следует выбирать образцы с наименьшим содержанием указанных элементов. Подготовить образцы алюминия путем шлифовки поверхностей в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на спектрометр.

7.4.3.2. В зависимости от применяемого ПО («GradSL» или «ГРАДУИРОВКА») в соответствии с руководством пользователя соответствующего ПО выбрать методику анализа алюминия и перейти на вкладку анализа. В зависимости от применяемого ПО определить пределы детектирования кремния, железа, магния, меди, титана при анализе алюминия и алюминиевых сплавов в соответствии с п. 7.4.3.3 (для ПО «GradSL») или п. 7.4.3.4 (для ПО «ГРАДУИРОВКА»). В случае, если на поверяемом спектрометре установлены два указанных ПО, определение пределов детектирования проводить в ПО «ГРАДУИРОВКА».

7.4.3.3. Определение пределов детектирования в ПО «GradSL»

Выполнить измерения относительных интенсивностей выбранных аналитических линий для всех стандартных образцов алюминия. В соответствии с методикой, описанной в п. 7.4.2.3 настоящей МП построить линейные градуировочные графики зависимости интенсивности сигнала от содержания элемента в образце и по ним определить значение C_{ϕ} , соответствующее сигналу $(2 \times I_{\phi})$ в заданном масштабе массовых долей элементов. Так же можно применить методику, описанную в примечании к п. 7.4.2.3.

Выполнить не менее 8 измерений выбранных в п. 7.4.3.1 стандартных образцов в режиме измерения относительных интенсивностей. Если данные измерения уже были выполнены на этапе построения градуировочных графиков, можно воспользоваться результатами этих измерений. Рассчитать относительные СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей для указанных в п. 7.4.3.1 элементов (j) по формуле (1), приведенной в п. 7.4.2.3 настоящей МП.

Для указанных в п. 7.4.3.1 элементов (j) рассчитать пределы детектирования C_L по формуле (2), приведенной в п. 7.4.2.3 настоящей МП.

7.4.3.4. Определение пределов детектирования в ПО «ГРАДУИРОВКА»

Определение пределов детектирования выполнять в соответствии с разделом 10.3 руководства пользователя ПО «ГРАДУИРОВКА». Выполнить не менее 8 измерений выбранных в п. 7.4.3.1 стандартных образцов. Измерения выполняются в режиме измерения абсолютных интенсивностей.

Результаты определения пределов детектирования считываются с экрана монитора в строке под названием «Clod» (либо из распечатки на принтере).

7.4.3.5. Спектрометр считается выдержавшим поверку, если пределы детектирования легирующих и примесных элементов при анализе алюминия и алюминиевых сплавов, вычисленные в п. 7.4.3.3 или п. 7.4.3.4, не превышают следующих значений:

Si	- 0,005 %	Cu	- 0,003 %
Fe	- 0,005 %	Ti	- 0,0009 %
Mg	- 0,003 %		

7.4.4. Определение пределов детектирования легирующих и примесных элементов при анализе меди и сплавов на основе меди.

7.4.4.1. Для проведения измерений по данному пункту применяют стандартные образцы состава меди черновой ГСО 10819-2016. Выбрать из комплектов СО образцы, содержание в которых цинка, олова, железа, никеля, марганца – лежит в диапазоне от 0,0001 % до 0,1 %. По возможности следует выбирать образцы с наименьшим содержанием указанных элементов. Подготовить образцы меди путем шлифовки поверхностей в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на спектрометр.

7.4.4.2. В зависимости от применяемого ПО («GradSL» или «ГРАДУИРОВКА») в соответствии с руководством пользователя соответствующего ПО выбрать методику анализа меди и перейти на вкладку анализа. В зависимости от применяемого ПО определить пределы детектирования цинка, олова, железа, никеля, марганца при анализе меди и сплавов на основе меди в соответствии с п. 7.4.4.3 (для ПО «GradSL») или п. 7.4.4.4 (для ПО «ГРАДУИРОВКА»). В случае, если на поверяемом спектрометре установлены два указанных ПО, определение пределов детектирования проводить в ПО «ГРАДУИРОВКА».

7.4.4.3. Определение пределов детектирования в ПО «GradSL»

Выполнить измерения относительных интенсивностей выбранных аналитических линий для всех стандартных образцов меди. В соответствии с методикой, описанной в п. 7.4.2.3 настоящей МП построить линейные градуировочные графики зависимости интенсивности сигнала от содержания элемента в образце и по ним определить значение C_{ϕ} , соответствующее сигналу ($2 \times I_{\phi}$) в заданном масштабе массовых долей элементов. Так же можно применить методику, описанную в примечании к п. 7.4.2.3.

Выполнить не менее 8 измерений выбранных в п. 7.4.4.1 стандартных образцов в режиме измерения относительных интенсивностей. Если данные измерения уже были выполнены на этапе построения градуировочных графиков, можно воспользоваться результатами этих измерений. Рассчитать относительные СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей для указанных в п. 7.4.4.1 элементов (j) по формуле (1), приведенной в п. 7.4.2.3 настоящей МП.

Для указанных в п. 7.4.4.1 элементов (j) рассчитать пределы детектирования C_L по формуле (2), приведенной в п. 7.4.2.3 настоящей МП.

7.4.4.4. Определение пределов детектирования в ПО «ГРАДУИРОВКА»

Определение пределов детектирования выполнять в соответствии с разделом 10.3 руководства пользователя ПО «ГРАДУИРОВКА». Выполнить не менее 8 измерений выбранных в п. 7.4.4.1 стандартных образцов. Измерения выполняются в режиме измерения абсолютных интенсивностей.

Результаты определения пределов детектирования считываются с экрана монитора в строке под названием «Clod» (либо из распечатки на принтере).

7.4.4.5. Спектрометр считается выдержавшим поверку, если пределы детектирования легирующих и примесных элементов при анализе меди и сплавов на основе меди, вычисленные в п. 7.4.4.3 или п. 7.4.4.4, не превышают следующих значений:

Zn	- 0,0003 %	Ni	- 0,002 %
Sn	- 0,0009 %	Mn	- 0,0002 %
Fe	- 0,0002 %		

7.4.5. Определение относительных СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей при анализе сталей, алюминия и алюминиевых сплавов, меди и сплавов на основе меди.

7.4.5.1. Для проведения измерений по данному пункту применяют стандартные образцы указанные в п. 2 настоящей МП в зависимости от того методики анализа каких материалов установлены на поверяемом спектрометре. В том случае, если на спектрометре установлены несколько методик анализа, по согласованию с заказчиком допускается проводить проверку по этому пункту для одного базиса (стали, сплавы на основе алюминия или сплавы на основе меди). Для определения относительных СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей при анализе сталей, алюминия и алюминиевых сплавов,

меди и сплавов на основе меди выбрать из комплектов указанных базисов стандартные образцы, содержание в которых не менее чем одного элемента лежит в диапазоне от 0,0005 % до 0,01 %; и не менее двух элементов лежит в каждом из ниже указанных диапазонов: свыше 0,01 % до 0,1 %; свыше 0,1 % до 1,0 %; свыше 1,0 % до 49,9 %.

7.4.5.2. Выполнить не менее 8 измерений выбранных стандартных образцов в режиме измерения относительных интенсивностей.

7.4.5.3. По результатам измерений в п. 7.4.5.2 определить относительные СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей для выбранных в п. 7.4.5.1 элементов (j) по формуле (1) в п. 7.4.2.3 настоящей МП (значения относительных СКО S_j можно определить из распечатки результатов измерений, либо считать с экрана монитора (из строки под названием «Sr, %»)).

7.4.5.4. Спектрометр считается выдержавшим поверку, если значения относительных СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей, вычисленные в п. 7.4.5.3, для не менее чем одного элемента, содержание которого лежит в диапазоне от 0,0005 % до 0,01 %; и не менее, чем по два элемента, содержание которых лежит в каждом из ниже указанных диапазонов: свыше 0,01 % до 0,1 %; свыше 0,1 % до 1,0 %; свыше 1,0 % до 49,9 %, - для каждого из проверяемых базисов: стали, алюминий и алюминиевые сплавы, медь и сплавы на основе меди, - не превышают следующих значений:

в диапазоне массовых долей элементов от 0,0005 % до 0,01 % включ.	30 %
в диапазоне массовых долей элементов свыше 0,01 % до 0,1 % включ.	10 %
в диапазоне массовых долей элементов свыше 0,1 % до 1,0 % включ.	4 %
в диапазоне массовых долей элементов свыше 1,0 % до 49,9 %	1 %

Примечание: По согласованию с заказчиком поверку по п. 7.4 настоящей методики поверки «Определение метрологических характеристик» допускается проводить согласно МИ 2531-99 «ГСИ. Анализаторы состава веществ и материалов универсальные. Общие требования к методикам поверки в условиях эксплуатации» в соответствии с разделами «Контроль точности (погрешности, прецизионности, неопределенности)» или «Обработка результатов измерений» аттестованных и стандартизированных государственными метрологическими органами методик измерений. Протокол поверки в этом случае оформляется согласно приложению А к настоящей методике поверки, а раздел, посвященный результатам определения метрологических характеристик, согласно таблице 2 указанного приложения А.

8. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТА ПОВЕРКИ.

8.1. При проведении поверки оформляется протокол поверки, рекомендуемая форма которого приведена в Приложении А к настоящей методике поверки.

8.2. Спектрометр эмиссионный МСА, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годными и на него оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

На оборотной стороне свидетельства приводится следующая информация:

- результаты опробования и внешнего осмотра;
- результат проверки соответствия ПО;
- результаты определения метрологических характеристик;

8.3. Спектрометр эмиссионный МСА, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на него выдается извещение о непригодности.

8.4. Знак поверки наносится на боковую панель спектрометра и (или) на свидетельство о поверке.

Протокол поверки

Спектрометр эмиссионный МСА

модификация _____

Зав.№ _____

Принадлежит _____ ИНН _____

Поверка проведена по документу _____

С использованием стандартных образцов _____

Условия поверки:

температура окружающей среды _____ °С,

атмосферное давление _____ кПа,

относительная влажность окружающего воздуха _____ %.

Результаты поверки.

Внешний осмотр _____

Опробование _____

Проверка соответствия ПО _____

Результаты определения метрологических характеристик:

Таблица 1.

Метрологическая характеристика	Значение метрологической характеристики	
	Требования по НД	Фактическое значение МХ
Спектральный диапазон, нм		
Пределы детектирования легирующих и примесных элементов при анализе _____, %	не более	
Относительные СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей при анализе _____, % в диапазоне массовых долей элементов - от 0,0005 % до 0,01 % включ. - свыше 0,01 % до 0,1 % включ. - свыше 0,1 % до 1,0 % включ. - свыше 1,0 % до 49,9 %	не более	

При поверке согласно МИ 2531-99 результаты определения метрологических характеристик оформляются согласно таблице 2.

Таблица 2.

Метрологическая характеристика	Значение метрологической характеристики	
	Требования по НД	Фактическое значение МХ
МХ в соответствии с разделами «Контроль точности (погрешности, прецизионности, неопределенности)» или «Обработка результатов измерений» аттестованных и стандартизированных методик измерений	не более	

Поверитель _____

(подпись)

(И.О. Фамилия)