

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

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»



С.В. Медведевских

«26» мая 2018 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА
ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

Анализаторы металлов и сплавов М4000

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 98-251-2018

г. Екатеринбург

2018 г.

ПРЕДИСЛОВИЕ

1. РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
2. ИСПОЛНИТЕЛЬ и.о. зав. лаб. 251, к.х.н. Собина Е.П.
3. УТВЕРЖДЕНА директором ФГУП «УНИИМ» в _____ 2018 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Область применения	4
2	Нормативные ссылки	4
3	Операции поверки	4
4	Средства поверки	4
5	Требования к квалификации поверителя	5
6	Требования безопасности	5
7	Условия поверки	5
8	Подготовка к поверке	5
9	Проведение поверки	6
9.1	Внешний осмотр	6
9.2	Опробование	6
9.3	Проверка метрологических характеристик	6
10	Оформление результатов поверки	7
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	9

Дата введения в действие: «__» _____ 2018 г.

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы металлов и сплавов М4000 (далее – анализаторы) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

Интервал между поверками – 1 год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;

Приказ Минтруда России от 24.07.2013 г. №328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 №1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке».

3 Операции поверки

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

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	9.1	да	да
2 Опробование	9.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик:	9.3	-	-
3.1 Проверка спектрального диапазона	9.3.1	да	да
3.2 Проверка относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	9.3.2	да	да
3.3 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов	9.3.3	да	нет
3.4 Проверка чувствительности	9.3.4	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка и градуировка анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

3.3 Допускается проводить поверку в ограниченном диапазоне измерений, а также с применением стандартных образцов только с теми матрицами, для которых предполагается использовать анализатор. Данную информацию приводят на обороте свидетельства о поверке.

4 Средства поверки

4.1 При поверке анализатора применяют следующие средства поверки:

- ГСО 8876-2007 стандартный образец стали легированной типа ХН35ВТ (ЛГ59): интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0083 до 35,1 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,0003$ до $\pm 0,1$ %;

- ГСО 10231-2013 стандартный образец стали углеродистой типа 10ХСНД (УГ120): интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0078 до 0,96 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,0005$ до $\pm 0,01$ %;

- ГСО 6569+6573-93 стандартный образец состава бронзы оловянной типа БрОФ7-0,2 (комплект М183): интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0033 до 7,96 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,0004$ до $\pm 0,18$ %;

- ГСО 7080-93 стандартный образец состава сплава алюминиевого литейного типа АК5М2 (комплект М207): интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,068 до 7,03 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,003$ до $\pm 0,29$ %;

- ГСО 8957-2008 стандартный образец состава меди черновой (vsm1.3-3): интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,00158 до 0,306 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,00012$ до $\pm 0,014$ %.

4.2 Для контроля внешних влияющих факторов применяют средства измерений температуры и относительной влажности окружающей среды с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 7.

4.3 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены, а СО должны иметь действующие паспорта.

4.4 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого анализатора с требуемой точностью.

5 Требования к квалификации поверителя

К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в порядке, установленном Росстандартом, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на анализатор.

6 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 №328н, требования ГОСТ 12.2.007.0-75, требования безопасности, указанные в РЭ анализатора.

7 Условия поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С 22 ± 5
- относительная влажность, % от 20 до 80

7.2 Анализатор должен быть установлен вдали от источников магнитных и электрических полей.

8 Подготовка к поверке

8.1 Анализатор подготовить к работе в соответствии с РЭ.

8.2 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготовить в соответствии с их эксплуатационной документацией.

9 Проведение поверки

9.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре установить:

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

9.2 Опробование

9.2.1 Включить анализатор и проверить работоспособность органов управления и регулировки анализатора в соответствии с РЭ.

9.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора.

Идентификационное наименование ПО, номер версии ПО идентифицируется при включении анализатора, запуска ПО и дальнейшего вывода из ПО на экран монитора номера версии ПО и его идентификационного наименования. ПО должно соответствовать приведенным в таблице 2 идентификационным данным.

Таблица 2 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Element Analysis Expert
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	не ниже EA expert.P004.V02A.001
Цифровой идентификатор ПО	-

9.3 Проверка метрологических характеристик

Проверку метрологических характеристик проводят при помощи стандартных образцов по п. 4.1.

9.3.1 Проверка спектрального диапазона

Проверку спектрального диапазона проводят при помощи одного из ГСО по п. 4.1. Проводят анализ ГСО в соответствии с РЭ анализатора. В программе просмотра спектра загружают файл спектра ГСО, выбирают режим просмотра «CCD». Меняя значения CCD от CCD_3 до CCD_14, убеждаются в наличии сигнала в спектральном диапазоне, соответствующем таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение для модификации	
	M4000 S	M4000 N
Спектральный диапазон, нм	от 200 до 520	от 175 до 520
Диапазон измерений массовой доли элементов, %	от 0,001 до 100	
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала, %, в поддиапазонах измерений:		
- от 0,001 до 0,01 включ., %	12	
- св. 0,01 до 0,1 включ., %	10	
- св. 0,1 до 1,0 включ., %	6	
- св. 1,0 до 5,0 включ., %	3	
- св. 5,0 до 100 включ., %	2	
Чувствительность, у.е./%, не менее ¹⁾	1500	

¹⁾ Значение нормировано для линии Mn ($\lambda=293$ нм) с массовой долей от 0,1 до 1,5 %.

Анализатор считается прошедшим операцию поверки, если спектральный диапазон соответствует данным, приведенным в таблице 3.

9.3.2 Проверка относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала

Применяемыми ГСО необходимо обеспечить наличие хотя бы одного элемента в каждом проверяемом поддиапазоне измерений.

Проводят не менее 5 измерений интенсивности выходного сигнала для выбранных элементов (длина волны эмиссии для выбранных элементов устанавливается автоматически при помощи ПО анализатора). Рассчитывают среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала j -го элемента \bar{I}_j , у.е., по формуле

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

где I_{ij} – i -результат измерения интенсивности для j -го элемента, у.е.;
 n – число измерений интенсивности.

Относительное среднее квадратическое отклонение (СКО) результатов измерения выходного сигнала j -го элемента σ_j , %, рассчитывают в ПО анализатора, либо по формуле

$$\sigma_j = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_{ij} - \bar{I}_j)^2}{n-1}} \cdot \frac{100}{\bar{I}_j}. \quad (2)$$

Анализатор считается прошедшим операцию поверки, если полученные значения относительного СКО выходного сигнала, рассчитанные по формуле (2), для всех выбранных элементов находятся в пределах допустимых значений относительного СКО выходного сигнала, приведенных в таблице 3.

9.3.3 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов

За диапазон измерений принимают данные по таблице 3, если относительное СКО результатов измерений выходного сигнала не превышают пределов, указанных в таблице 3.

9.3.4 Проверка чувствительности

Проверку чувствительности анализатора проводят при помощи одного из стандартных образцов по п. 4.1 путем измерения интенсивности эмиссионного излучения Мп ($\lambda=293$ нм), массовая доля которого в ГСО составляет не менее 0,1 % и не более 1,5 %. Проводят не менее 5 измерений интенсивности выходного сигнала для Мп ($\lambda=293$ нм). Чувствительность S_{Mn} , у.е./%, рассчитывают по формуле

$$S_{Mn} = \frac{\bar{I}_{Mn}}{A_{Mn}}, \quad (3)$$

где \bar{I}_{Mn} – среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала Мп ($\lambda=293$ нм), у.е., рассчитанное по формуле (1);

A_{Mn} – аттестованное значение массовой доли Мп в ГСО, %.

Анализатор считается прошедшим операцию поверки, если полученное значение чувствительности соответствует данным, приведенным в таблице 3.

10 Оформление результатов поверки

10.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения А.

10.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815. Знак поверки наносится на правую боковую панель анализатора.

10.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению, свидетельство о поверке аннулируют, и выписывают извещение о

непригодности к применению с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815.

Разработчик:

И.о. зав. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ», к.х.н.



Е.П. Собина

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(рекомендуемое)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализатор металлов и сплавов М4000, модификация _____ зав. № _____

Документ на поверку:

МП 98-251-2018 «ГСИ. Анализаторы металлов и сплавов М 4000. Методика поверки»

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающей среды, °C _____
- относительная влажность, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица А1 – Результаты проверки спектрального диапазона

Характеристика	Соответствует (+/-)
Спектральный диапазон	

Таблица А2 – Результаты проверки относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

ГСО / Индекс СО в составе комплекта	Элемент / Длина волны, нм	Аттестованное значение массовой доли элемента в ГСО, %	Результаты измерений интенсивности выходного сигнала, у.е.	Среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала, у.е.	Относительное СКО результатов измерений выходного сигнала, %	Предел допускаемого относительного СКО результатов измерений выходного сигнала, %
1	2	3	4	5	6	7

Таблица А3 – Результаты проверки диапазона измерений массовой доли элементов

Характеристика	Соответствует (+/-)
Диапазона измерений массовой доли элементов	

Таблица А4 – Проверка чувствительности

ГСО / Индекс СО в составе комплекта	Элемент / Длина волны, нм	Аттестованное значение массовой доли элемента в ГСО, %	Результаты измерений интенсивности выходного сигнала, у.е.	Среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала, у.е	Чувствительность, у.е./%	Допускаемое значение чувствительности, у.е./%, не менее
1	2	3	4	5	6	7
	Мп / 293 нм					1500

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г., № _____

Поверитель _____
Подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____