

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора по инновациям
ФГУП «ВНИИОФИ»



И.С. Филимонов
«25» марта 2020 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**Спектрометры оптические эмиссионные
PDA-MF и PDA-MF Plus**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 043.Д4-20**

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода
«25» марта 2020 г.

Главный научный сотрудник
ФГУП «ВНИИОФИ»

В.Н. Крутиков
« 25 » марта 2020 г.

Москва
2020 г.

1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры оптические эмиссионные PDA-MF и PDA-MF Plus (далее – спектрометры), предназначенные для измерений массовой доли элементов в металлах и сплавах в соответствии с аттестованными методиками (методами) измерений (при использовании в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений), и устанавливает порядок, методы и средства проведения первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками 1 год.

Метрологические характеристики спектрометров указаны в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение	
	PDA-MF	PDA-MF Plus
Диапазон измерений массовой доли элементов, %: - в сплавах на основе алюминия - в сплавах на основе меди - в сплавах на основе железа	от 0,01 до 9,0 от 0,0012 до 34,0 от 0,005 до 2,28	от 0,01 до 9,0 от 0,0012 до 34,0 от 0,005 до 2,28
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли элементов в диапазоне, %, не более: - от 0,0012 до 0,009 % включ. - св. 0,009 до 0,1 % включ. - св. 0,1 до 4,0 % включ. - св. 4,0 до 34,0 %		$\pm 0,0011$ $\pm 0,01$ $\pm 0,1$ $\pm 1,0$

2 Операции поверки

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

Таблица 2 – Операции выполнения поверок

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта НД по поверке	Обязательность выполнения операции при поверке	
			первичной	периодической
1	Внешний осмотр	8.1	Да	Да
2	Опробование	8.2	Да	Да
3	Проверка идентификации программного обеспечения	8.3	Да	Да
4	Определение метрологических характеристик	8.4		
5	Определение диапазона измерений массовой доли элементов	8.4.1	Да	Да
6	Расчет абсолютной погрешности измерений массовой доли элементов	8.4.2	Да	Да

2.2 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается.

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

3 Средства поверки

3.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть применены средства, указанные в таблице 3.

Таблица 3 - Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки	Основные технические и (или) метрологические характеристики
8.4.1 – 8.4.2	Стандартный образец состава сплава алюминиевого типа В-1977 системы легирования Al-Zn-Mg-Cu (комплект) ГСО 10596-2015	Массовая доля Ве от 0,0001 до 0,012 %; Границы допускаемых значений абсолютной погрешности массовой доли Ве при $P=0,95 \pm 0,001$ %; Массовая доля Zn от 6,0 до 10,6 %; Границы допускаемых значений абсолютной погрешности массовой доли Zn при $P=0,95 \pm 0,6$ %.
	Стандартный образец состава мельхиора типа МНЖМц30-1-1 (комплект М35) ГСО 551-86П/555-86П	Массовая доля Вi от 0,0012 до 0,0036 %; Границы допускаемых значений абсолютной погрешности массовой доли Вi при $P=0,95$ от $\pm 0,0001$ до $\pm 0,0003$ %; Массовая доля Ni от 28,1 до 34,0 %; Границы допускаемых значений абсолютной погрешности массовой доли Ni при $P=0,95$ от $\pm 0,4$ до $\pm 0,6$ %.
	Стандартные образцы сталей углеродистых и легированных типов 13X, 60С2, 05кп, 11ХФ, 60С2Г, 12Х1МФ, 25Х1МФ, 30ХН2МФА, 12МХ, В2Ф (комплект СО УГ0-УГ9) ГСО 4165-91П, 2489-91П/2497-91П	Массовая доля Ni от 0,01 до 3,1 %; Границы допускаемых значений абсолютной погрешности массовой доли Ni при $P=0,95$ от $\pm 0,0024$ до $\pm 0,07$ %; Массовая доля V от 0,003 до 1,2 %; Границы допускаемых значений абсолютной погрешности массовой доли V при $P=0,95$ от $\pm 0,0010$ до $\pm 0,05$ %.
	Вспомогательное оборудование: Баллон со сжатым газообразным аргоном по ГОСТ 10157-2016	Объемная доля аргона не менее 99,987 %

3.2 Средства поверки, указанные в таблице 3, должны быть аттестованы (поверены) в установленном порядке. Допускается также применение других средств, не приведенных в таблице 3, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых спектрометров с требуемой точностью.

4 Требования к квалификации поверителей

К проведению поверки допускают лиц, изучивших настоящую методику поверки и руководство по эксплуатации спектрометров, имеющих квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328н и прошедшие полный инструктаж по технике безопасности, прошедших обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений.

5 Требования безопасности

5.1 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ Р 12.1.031-2010, ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда и эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328н. 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.

5.2 Система электрического питания приборов должна быть защищена от колебаний и пиков сетевого напряжения, искровые генераторы не должны устанавливаться вблизи приборов.

5.3 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.

5.4 На спектрометре запрещено работать лицам, пользующимся кардиостимулятором. Вследствие искрового разряда на кардиостимулятор могут быть наведены помехи.

5.5 Баллон со сжатым газообразным аргоном по ГОСТ 10157-2016, применяющимся при проведении измерений на спектрометрах, следует устанавливать за пределами здания, укрыв его от прямого солнечного света и обеспечив хорошую вентиляцию. Внутри помещения газ следует подавать по трубкам. Следите, чтобы температура газового баллона не поднималась выше 40 °С.

5.6 Обеспечьте помещению, где используется газ под высоким давлением, хорошую вентиляцию. Если произойдет утечка аргона, немедленно провентилируйте рабочее помещение, а магистрали проверьте на предмет течи. Накопление аргона в воздухе может привести к кислородному голоданию.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от + 10 до + 28;

- относительная влажность воздуха, % от 15 до 70

6.2 Спектрометры не должны подвергаться прямому воздействию солнечных лучей. Не устанавливайте их около окна.

6.3 Рядом со спектрометрами не должно быть источников тепла, таких как газовая горелка, электронагреватель, печь и т.п. Допускаемый перепад температуры в течение суток – не более 2 °С.

6.4 Не кладите на подложку для образцов спектрометра предметы тяжелее 5 кг. Она может деформироваться.

7 Подготовка к поверке

7.1 Перед выполнением поверки выполните подготовку спектрометр в соответствии с руководством по эксплуатации п. 3.2.1 «Подготовка перед выполнением анализа»

7.2 Установить на подложку спектрометра образец для очистки электрода разрядом из комплектности спектрометра (см. рисунок 1).

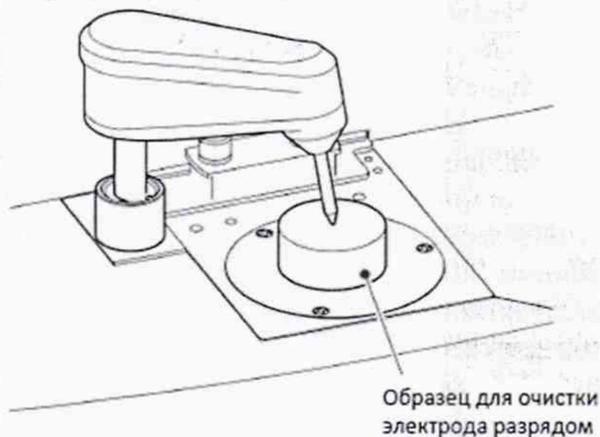


Рисунок 1

7.3 Включите главный сетевой выключатель на левой боковой панели спектрометра. После включения главного сетевого выключателя начнет медленно мигать выключатель, пока идет подготовка.

7.4 Выдержать спектрометр в течение двух часов в условиях, указанных в п. 6.1 настоящей методики поверки.

7.5 Включите электропитание ПК. Дважды кликните по значку (PDA-S)  на рабочем столе. Появится экран входа в программное обеспечение «PDA-S» (далее - ПО), указанный на рисунке 2. Введите логин и пароль прилагаемые к программному обеспечению, входящего в комплект поставки спектрометра.

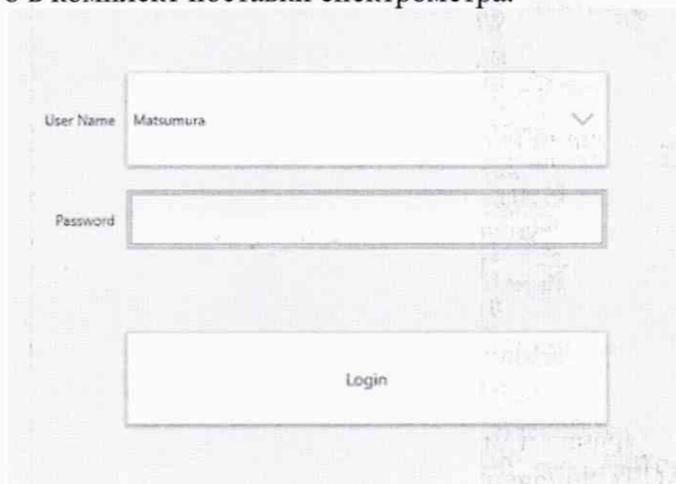


Рисунок 2

7.6 Выполните разряд для очистки электрода. Для этого откройте окно холостого разряда (Waste Discharge) кликнув в главном окне ПО по «Maintenance» и выбрав «Waste Discharge». Кликните по «Analysis Start» (см. рисунок 3). Снимите образец с подложки и очистите кончик электрода специальной кистью из состава спектрометра.



Рисунок 3

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Внешним осмотром спектрометра должно быть установлено:

- наличие маркировки, подтверждающей тип и заводской номер спектрометра;
- соответствие комплектности спектрометра требованиям нормативно-технической документации (руководство по эксплуатации и описание типа);
- отсутствие на наружных поверхностях спектрометра повреждений, влияющих на его работоспособность;

8.1.2 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если они соответствуют всем перечисленным выше требованиям.

8.2 Опробование

8.2.1 В главном окне ПО кликните по «Quant. Anal.», откроется окно количественного анализа (см. рисунок 4).

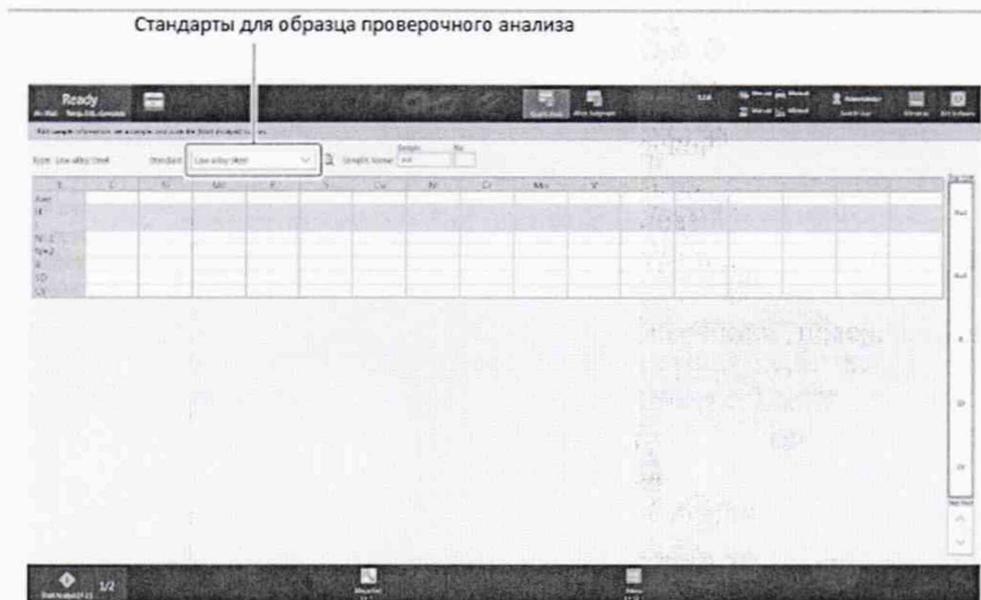


Рисунок 4

8.2.2 В разделе «Standards» (Стандарты) выберете основу для образца (Al, Cu, Fe) проверочного анализа (см. рисунок 5). В списке стандартов выбрать калибровочный образец в соответствии с калибровочным образцом «SHIMADZU CORPORATION» из

состава спектрометра. Установить границы диапазона массовых долей элементов калибровочного образца в соответствии с таблицей Руководства по эксплуатации п. 9.1.2.

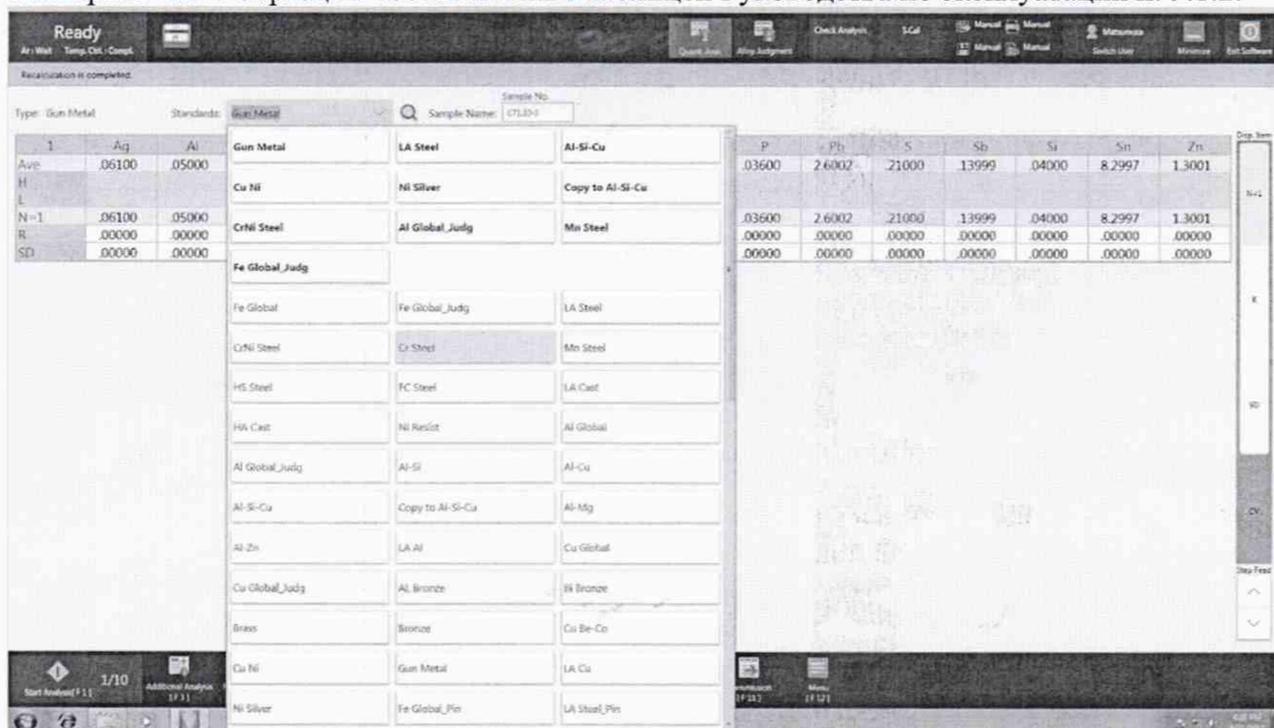


Рисунок 5

8.2.3 Кликните по «Check Analysis», откроется окно проверочного анализа.

8.2.4 Установите на подложку образец для проверочного анализа (калибровочный образец «SHIMADZU CORPORATION» из состава спектрометра).

8.2.5 Кликните по «Start Analysis». Начнется выполнение анализа. По завершении анализа отобразятся его результаты (см. рисунок 6). Если значения результатов анализа лежат за пределами сконфигурированного диапазона допустимости, то автоматически выполнится калибровка.

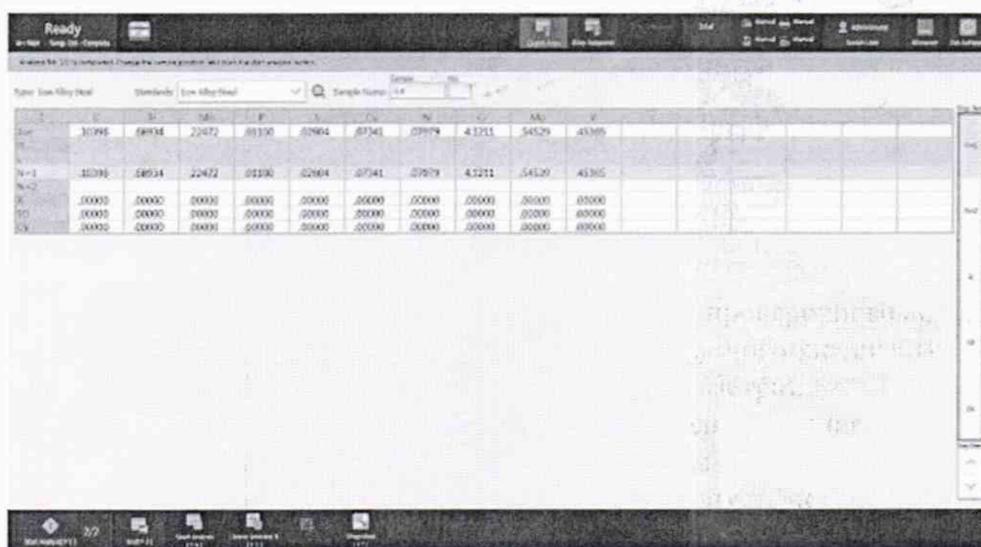


Рисунок 6

8.2.6 После проведения калибровки очистите кончик электрода предназначенной для этого кистью, смените участок выполнения анализа на поверхности образца и повторите 8.2.5.

8.2.7 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если значения массовых долей элементов калибровочного образца «SHIMADZU CORPORATION» находятся в пределах диапазона массовых долей элементов калибровочного образца «SHIMADZU CORPORATION» указанных в Руководстве по эксплуатации п. 9.1.2. входящего в комплект спектрометра.

8.3 Проверка идентификации программного обеспечения

8.3.1 Проверить соответствие идентификационных данных программного обеспечения сведениям, приведенным в описании типа на спектрометры.

8.3.2 Для просмотра идентификационных данных программного обеспечения, установленного на ПК, необходимо дважды кликнуть по значку (PDA-S)  на рабочем столе.

Перед экраном входа в систему появится экран с наименованием и номером версии ПО (см. рисунок 7).



Рисунок 7

8.3.3 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 - Идентификационные данные

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	PDA-S
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	1.03
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение диапазона измерений массовой доли элементов

8.4.1.1 Определение диапазона массовой доли элементов производят при помощи измерения начальной и конечной точки диапазона (Be, Zn для ГСО 10596-2015; Bi, Ni для ГСО 551-86П/555-86П и V, Ni для ГСО 4165-91П, 2489-91П/2497-91П). Поочередно установите на подложку и проведите пятикратные измерения массовой доли элементов образцов сплавов из состава ГСО 10596-2015, ГСО 551-86П/555-86П, ГСО 4165-91П, 2489-91П/2497-91П по 8.2.2-8.2.6, меняя участок проведения анализа на поверхности образца перед каждым измерением.

8.4.1.2 Вычислить среднее арифметическое значение массовой доли элементов по формуле (1):

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

где $\bar{\omega}_i$ - результат измерения массовой доли элемента, %;
n – число измерений.

8.4.1.3 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если диапазон измерения массовой доли элементов составляет от 0,01 до 9,0 % в сплавах на основе алюминия, от 0,0012 до 34,0 % в сплавах на основе меди, от 0,005 до 2,28 % сплавах на основе железа.

8.4.2 Расчет абсолютной погрешности измерений массовой доли элементов

8.4.2.1 Рассчитать абсолютную погрешность измерений массовой доли элементов по формуле (2):

$$\delta_{\omega} = \bar{\omega} - \omega_{AT} \quad (2)$$

где ω_{AT} – аттестованное значение массовой доли элемента, приведенное в паспорте на ГСО, %

8.4.2.2 Спектрометры считаются прошедшими операцию поверки, если абсолютная погрешность измерений массовой доли элементов не превышает значений, указанных в таблице 5.

Таблица 5 - Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли элементов

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли элементов в диапазоне, %, не более:	
- от 0,0012 до 0,009 % включ.	$\pm 0,0011$
- св. 0,009 до 0,1 % включ.	$\pm 0,01$
- св. 0,1 до 4,0 % включ.	$\pm 0,1$
- св. 4,0 до 34,0 %	$\pm 1,0$

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты поверки оформляются протоколом (Приложение А). Сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»



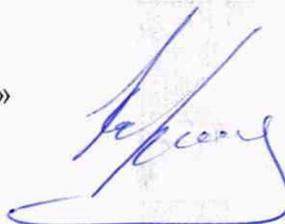
А.В. Иванов

Начальник сектора ФГУП «ВНИИОФИ»



А.Н. Шобина

Инженер 2 категории ФГУП «ВНИИОФИ»



В.А. Кормилицына

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(Обязательное)
к Методике поверки МП 043.Д4-20
«ГСИ. Спектрометры оптические эмиссионные
PDA-MF и PDA-MF Plus. Методика поверки»

ПРОТОКОЛ
первичной / периодической поверки
от « _____ » _____ **201** года

Средство измерений: Спектрометры оптические эмиссионные PDA-MF и PDA-MF Plus
(Наименование СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков)

_____ то приводят их перечень (наименования) и типы с разделением знаком «косая дробь» /)

Зав.№ _____ **№/№** _____

_____ Заводские номера блоков

Принадлежащее _____

_____ Наименование юридического лица, ИНН

Поверено в соответствии с методикой поверки МП 043.Д4-20 «ГСИ. Спектрометры оптические эмиссионные PDA-MF и PDA-MF Plus. Методика поверки», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» 25 марта 2020 г.

_____ Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата

С применением эталонов _____

_____ (наименование, заводской номер, разряд, класс точности или погрешность)

При следующих значениях влияющих факторов:

_____ (приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

- температура окружающего воздуха, °С
- относительная влажность воздуха, %

Внешний осмотр: _____

Проверка идентификации программного обеспечения:

Таблица 1 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	PDA-S
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	1.03

Опробование: _____

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Характеристика	Результат	Требования методики поверки	
		PDA-MF	PDA-MF Plus
Диапазон измерений массовой доли элементов, % - в сплавах на основе алюминия - в сплавах на основе меди - в сплавах на основе железа		от 0,01 до 9,0 от 0,0012 до 34,0 от 0,005 до 2,28	от 0,01 до 9,0 от 0,0012 до 34,0 от 0,005 до 2,28

<p>Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли элементов в диапазоне, %, не более:</p> <ul style="list-style-type: none"> - от 0,0012 до 0,009 % включ. - св. 0,009 до 0,1 % включ. - св. 0,1 до 4,0 % включ. - св. 4,0 до 34,0 % 		<p style="text-align: right;">± 0,0011 ± 0,01 ± 0,1 ± 1,0</p>
--	--	---

Рекомендации

Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители:

подписи, ФИО, должность