

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

**Утверждаю**  
Директор ФГУП «УНИИМ»



С.В. Медведевских

" 30 " 06 2016 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Спектрометры эмиссионные SpectroCheck**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

**МП 79-241-2016**

**Екатеринбург**

**2016**

## **ПРЕДИСЛОВИЕ**

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

**2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** Зеньков Е.О.

**3 УТВЕРЖДЕНА** ФГУП «УНИИМ» в июне 2016 г.

## СОДЕРЖАНИЕ

|          |  |           |
|----------|--|-----------|
| <b>1</b> | <b>ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ</b> .....  | <b>4</b>  |
| <b>2</b> | <b>НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ</b> .....  | <b>4</b>  |
| <b>3</b> | <b>ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ</b> .....  | <b>4</b>  |
| <b>4</b> | <b>СРЕДСТВА ПОВЕРКИ</b> .....  | <b>5</b>  |
| <b>5</b> | <b>ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ</b> ..... | <b>5</b>  |
| <b>6</b> | <b>УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ</b> .....                                      | <b>6</b>  |
| <b>7</b> | <b>ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ</b> .....  | <b>6</b>  |
| <b>8</b> | <b>ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ</b> .....  | <b>6</b>  |
|          | 8.1 Внешний осмотр.....  | 6         |
|          | 8.2 Опробование.....   | 6         |
|          | 8.3 Проверка метрологических характеристик.....                              | 6         |
| <b>9</b> | <b>ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ</b> .....                                  | <b>9</b>  |
|          | <b>ПРИЛОЖЕНИЕ А</b> .....  | <b>10</b> |

|   |                |
|---|----------------|
| Государственная система обеспечения единства измерений<br>Спектрометры эмиссионные SpectroCheck<br>Методика поверки | МП 79-241-2016 |
|---|----------------|

Дата введения в действие: июнь 2016 г

## 1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры эмиссионные SpectroCheck (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 документы:

Приказ Минпромторга России N 1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минтруда России №328н от 24.07.2013 "Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок"

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

ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

## 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 |
| <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                           |  |                       |

| <i>1</i>  | <i>2</i> | <i>3</i> | <i>4</i> |
|---|----------|----------|----------|
| 3.1 Проверка СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений | 8.3.1    | да       | да       |
| 3.2 Проверка относительной погрешности результатов измерений                            | 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:

- стандартные образцы состава сталей углеродистых и легированных: ГСО 4165-91П, ГСО 2489-91 – 2497-91 (аттестованные значения – массовая доля элементов от 0,0022 до 2,23 %, абсолютная погрешность от  $\pm 0,0005$  % до  $\pm 0,01$  %);

- стандартные образцы состава сталей легированных типов ГСО 4506-92П – 4510-92П (аттестованные значения – массовая доля элементов от 0,0057 до 19,75 %, абсолютная погрешность от  $\pm 0,0004$  % до  $\pm 0,06$  %);

- стандартный образец состава меди ГСО 8096-2002 комплект МБ (аттестованные значения – массовая доля элементов от 0,00003 до 0,20 %, абсолютная погрешность от  $\pm 0,00001$  % до  $\pm 0,007$  %);

- стандартные образцы состава латуни ГСО 10742-2016 (аттестованные значения – массовая доля элементов от 0,00134 до 74,0 %, абсолютная погрешность от  $\pm 0,00026$  % до  $\pm 0,4$  %).

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

## **5 Требования безопасности и требования к квалификации поверителей**

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №328н от 24 июля 2013 г., требования ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.2.003.

Поверитель перед проведением поверки спектрометров должен ознакомиться с руководством по эксплуатации на спектрометр и пройти обучение по технике безопасности на месте проведения поверки.

## 6 Условия проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 18 до 25
- относительная влажность воздуха, (при  $t = 20$  °С), %, 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 идентифицируется при включении спектрометра или при обращении к соответствующему подпункту меню. Идентификационное наименование ПО должно соответствовать указанному в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

| Идентификационные данные          | Значение                 |
|-----------------------------------|--------------------------|
| Идентификационное наименование ПО | Spark Analyzer Pro CHECK |
| Номер версии ПО                   | -                        |
| Цифровой идентификатор ПО         | -                        |

8.3 Проверка метрологических характеристик.

8.3.1 Проверка СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений

Проверку СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений массовой доли элементов провести с использованием не менее двух ГСО, указанных в разделе 4 настоящей методики. Выбрать несколько компонентов в разных ГСО так, чтобы массовые доли выбранных для проверки компонентов в ГСО находились в начале, середине и в конце диапазона измерений.

Выполнить не менее 5 измерений массовой доли элементов каждого из используемых ГСО.

По результатам измерений для каждого ГСО рассчитать среднее арифметическое ( $\bar{I}_j$ ) и СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений ( $S_j$ ) по формулам:

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

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

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

$n$  - количество измерений.

### 8.3.2 Проверка относительной погрешности результатов измерений массовой доли элементов

Проверку относительной погрешности результатов измерений массовой доли элементов провести с использованием не менее двух ГСО, указанных в разделе 4 настоящей методики. Выбрать несколько компонентов в разных ГСО так, чтобы массовые доли выбранных для проверки компонентов в ГСО находились в начале, середине и в конце диапазона измерений.

На основании результатов измерений, полученных по 8.3.1, рассчитать относительную погрешность результатов измерений массовой доли элементов по формуле

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

где  $t$  - коэффициент Стьюдента, который зависит от доверительной вероятности  $P$  и числа результатов наблюдений  $n$ , равен 2,78 для  $n=5$   $P=0,95$ ;

$n$  - количество измерений;

$A_i$  и  $\Delta A_i$  - аттестованное значение и абсолютная погрешность массовой доли элемента в ГСО, %;

$S_i$  - СКО результатов измерений массовой доли элементов, рассчитанное по формуле

$$S_i = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_{ij} - \bar{I}_j)^2}{n-1}}. \quad (4)$$

Полученные значения относительной погрешности результатов измерений массовой доли элементов должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

### 8.3.3 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов

Проверку диапазона измерений массовой доли элементов провести одновременно с определением СКО и отн. погрешности по 8.3.1-8.3.2 (провести измерения массовой доли элементов в начале, середине и в конце диапазона измерений).

Полученные значения диапазона измерений массовой доли элементов должны удовлетворять требованиям Таблицы 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики спектрометров

| Наименование характеристики  | Значение характеристики |
|--|-------------------------|
| Диапазон измерений массовой доли элементов, %  | 0,0001 - 50             |
| Предел допускаемого среднего квадратического отклонения случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений для диапазона массовых долей, % |                         |
| от 0,0001 до 0,01 % включ.   | 10                      |
| св. 0,01 до 1 % включ.   | 5                       |
| св. 1 до 50,0 % включ.   | 2                       |
| Пределы допускаемой относительной погрешности результатов измерений в диапазоне, %:  |                         |
| от 0,0001 до 0,01 % включ.   | ± 20                    |
| св. 0,01 до 1 % включ.   | ± 10                    |
| св. 1 до 50,0 % включ.   | ± 5                     |

8.3.4 Если спектрометр используется не в полном диапазоне измерений, допускается поверку проводить в более узком диапазоне измерений с указанием этого диапазона измерений в свидетельстве о поверке. В этом случае проверку СКО и относительной погрешности результатов измерений и диапазона измерений провести в трех точках используемого диапазона измерений (провести измерения в начале, середине и в конце используемого диапазона измерений).



## **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 Приказом Минпромторга № 1815. Знак поверки наносится на лицевую панель спектрометра в соответствии с рисунком 1, приведенным в Описании типа.

9.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство о поверке, гасят клеймо и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815.

**Разработчик:**

**Инженер I категории лаб. 241 ФГУП «УНИИМ»**



**Е.О. Зеньков**

## ПРИЛОЖЕНИЕ А

(рекомендуемое)

### ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № \_\_\_\_\_ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Спектрометр эмиссионный SpectroCheck, зав № \_\_\_\_\_

Документ на поверку: МП 79-241-2016 «ГСИ. Спектрометры эмиссионные SpectroCheck. Методика поверки».

#### Информация об использованных средствах поверки:

#### Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °С \_\_\_\_\_

- относительная влажность воздуха, % \_\_\_\_\_

Результаты внешнего осмотра \_\_\_\_\_

Результаты опробования \_\_\_\_\_

#### Проверка метрологических характеристик

Таблица А.1 – Результаты проверки СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений

| Значение массовой доли компонента в ГСО | № измерения | Результаты измерения массовой доли компонента на спектрометре, % | Среднее арифметическое измеренное значение массовой доли компонента на спектрометре, % | Значение СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений, % | Нормируемое значение СКО случайной составляющей относительной погрешности результатов измерений, % |
|---|-------------|--|--|--|--|
|   | 1           |  |  |  |  |
|   | 2           |  |  |  |  |
|   | 3           |  |  |  |  |
|   | 4           |  |  |  |  |
|   | 5           |  |  |  |  |

Таблица А.2 – Результаты проверки диапазонов измерений массовой доли компонентов

| Полученные значения диапазона измерений, % | Соответствие требованиям<br>Да (+) / Нет (-) |
|--|--|
|  |  |

Результат проведения поверки: \_\_\_\_\_

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ г, № \_\_\_\_\_

Поверитель \_\_\_\_\_

подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку \_\_\_\_\_