

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

УТВЕРЖДАЮ

И.о. директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



А.Н. Пронин

« 23 » 12 2019 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**Спектрометры эмиссионные
ИСКРОЛАЙН**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-2333-2019

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

А.В. Колобова

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

Т.М. Эннанова

Санкт-Петербург
2019 г.

1. ВВЕДЕНИЕ

Настоящая методика распространяется на спектрометры эмиссионные ИСКРОЛАЙН (далее – спектрометры), изготавливаемые ООО «ИСКРОЛАЙН Пром Групп Рус», Россия, г. Санкт-Петербург. Спектрометры подлежат первичной поверке до ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверке в процессе эксплуатации.

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		
Определение рабочего спектрального диапазона	7.4.1	да	да
Определение пределов детектирования легирующих и примесных элементов при анализе сталей	7.4.2	да	да
Определение относительных СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей при анализе сталей	7.4.3	да	да

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

2.3. Методикой поверки предусмотрена возможность проведения поверки по отдельным определяемым элементам или на меньшем числе поддиапазонов измерений в соответствии с запросом потребителя и в зависимости от того, методики анализа каких материалов установлены на спектрометре: анализ сталей и сплавов на основе железа; анализ чугунов; анализ меди и сплавов на основе меди; анализ алюминия и сплавов на основе алюминия; анализ никеля и сплавов на основе никеля; анализ кобальта и сплавов на основе кобальта; анализ титана и сплавов на основе титана; анализ магния и сплавов на основе магния; анализ свинца и сплавов на основе свинца; анализ олова и сплавов на основе олова; иные.

2.4. Поверка по отдельным определяемым элементам или на меньшем числе поддиапазонов измерений проводится 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 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 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)
2.	Прибор комбинированный утвержденного типа, зарегистрированный в Федеральном информационном фонде по ОЕИ	Диапазон измерений температуры от -10 до +60 °С; предел допускаемой погрешности измерений температуры $\pm 0,4$ °С. Диапазон измерений относительной влажности от 10 до 95 %; предел допускаемой погрешности измерений относительной влажности ± 3 %. Диапазон измерений абсолютного давления от 300 до 1200 гПа; предел допускаемой погрешности измерений абсолютного давления ± 5 гПа.

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

3.3. В случае проведения поверки спектрометра в соответствии с п.п. 2.3 и 2.4 настоящей методики поверки вместо стандартных образцов, указанных в п. 1 таблицы 2 применяются стандартные образцы соответствующего состава, обеспечивающие определение метрологических характеристик спектрометра с требуемой точностью в соответствии с требованиями МИ 2531-99 и аттестованными методиками измерений.

3.4. 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 ИСКРОЛАЙН.

4.2. К проведению поверки допускаются лица, изучившие руководство по эксплуатации спектрометров эмиссионных ИСКРОЛАЙН, настоящую методику поверки, допущенные к выполнению поверки по данному виду измерений и прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

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

4.4. 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;
- относительная влажность при температуре +25 °С, % не более 80

6. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

6.1. Подготовку спектрометра эмиссионного ИСКРОЛАЙН к поверке, включение соединительных устройств, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляют в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в руководстве по эксплуатации соответствующей модификации спектрометров эмиссионных ИСКРОЛАЙН.

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, а так же в соответствии с рекомендациями, изложенными в руководстве по эксплуатации спектрометров эмиссионных ИСКРОЛАЙН. На заточенной поверхности монолитного 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 ИСКРОЛАЙН 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 ИСКРОЛАЙН заключается в его включении в соответствии с руководством по эксплуатации и описанием программного обеспечения РРМ Pro и загрузке ПО РРМ Pro.

Результаты опробования считаются удовлетворительными, если на дисплее монитора, после загрузки ПО РРМ Pro не появляется сообщений об ошибках.

7.3 Подтверждение соответствия ПО

7.3.1. Определение идентификационных данных ПО РРМ Pro.

7.3.1.1. Определение идентификационного наименования, номера версии (идентификационного номера) ПО РРМ Pro и цифрового идентификатора метрологически значимого модуля (файла) metrology.dll ПО РРМ Pro.

После запуска ПО РРМ Pro, в верхней строке главного меню написано идентификационное название ПО РРМ Pro (рисунок 1).

Чтобы проверить версию ПО РРМ Pro, необходимо нажать кнопку «Помощь» главного меню ПО и в выпадающем списке выбрать пункт «О программе». В открывшемся окне будет приведен номер версии ПО (рисунок 2), который должен совпадать с указанным в паспорте на поверяемый прибор.

Цифровой идентификатор метрологически значимого файла ПО PPM Pro metrology.dll рассчитывается по алгоритму MD5 и указан в окне «О программе» ПО PPM Pro в строке «Контрольная сумма метрологически значимой части» (рисунок 2). Он должен совпадать со значением, указанным в паспорте наверяемый прибор.

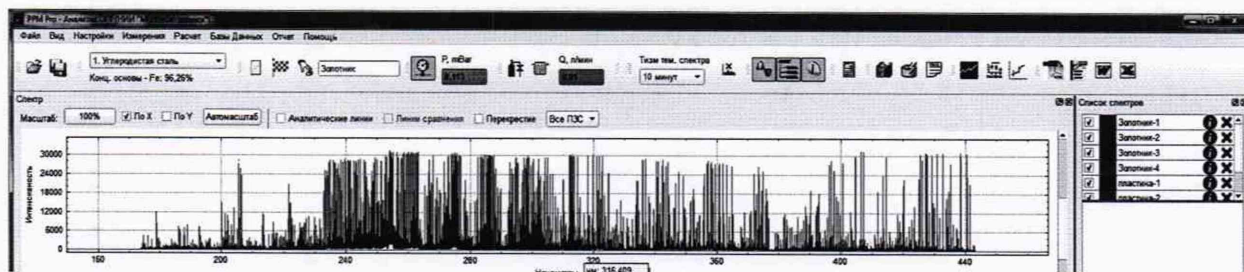


Рисунок 1. Окно с наименованием ПО PPM Pro в верхней строке главного меню.



Рисунок 2. Окно с номером версии ПО PPM Pro и цифровым идентификатором метрологически значимого файла

7.3.2. Спектрометр эмиссионный ИСКРОЛАЙН считается выдержавшим поверку по п. 7.3, если версия ПО PPM Pro не ниже 3.15.0.1, а полная версия и цифровой идентификатор ПО PPM Pro 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 в зависимости от модификации спектрометра и контролируемых аналитических линий применяют ГСО 6530-92/6534-92, стандартные образцы состава сплавов алюминиевых; ГСО 10504-2014, стандартные образцы состава сталей углеродистых и легированных; ГСО 8876-2007, стандартные образцы состава сталей легированных.

В случае поверки спектрометра, настроенного для анализа иных материалов (не сталей) в соответствии с п.п. 2.3 и 2.4 настоящей МП, применяют стандартные образцы, содержание в которых элементов, по которым контролируются границы спектрального диапазона, достаточно для четкой идентификации спектральной линии контрольного элемента.

7.4.1.2. Для проверки нижней и верхней границ рабочего спектрального диапазона следует использовать стандартный образец с достаточно большим содержанием элемента, соответствующего нижней (коротковолновой) и верхней (длинноволновой) границам рабочего спектрального диапазона испытываемого спектрометра, и, желательно, с бедным спектром других элементов в

поддиапазоне ± 10 нм по отношению к анализируемой аналитической линии. Контроль рабочего спектрального диапазона проводится на следующих аналитических линиях:

- кремния 120,651 нм (или алюминия 121,19 нм, или водорода 121,567 нм) при анализе сплавов алюминиевых с содержанием кремния не менее 5,0 % для проверки нижней границы спектрального диапазона спектрометров эмиссионных ИСКРОЛАЙН модификаций 250, 300;
- кремния 129,896 нм (или 130,437 нм, или 130,927 нм) при анализе сплавов алюминиевых с содержанием кремния не менее 5,0 % для проверки нижней границы спектрального диапазона спектрометров эмиссионных ИСКРОЛАЙН модификации 100М;
- железа 167,079 нм (или 167,346 нм, или 167,472 нм) при анализе сталей углеродистых для проверки нижней границы спектрального диапазона спектрометров эмиссионных ИСКРОЛАЙН модификаций 100, 250К, 300К, 500, 500М;
- железа 174,165 нм (или 174,682 нм, или 174,922 нм) при анализе сталей углеродистых для проверки нижней границы спектрального диапазона спектрометров эмиссионных ИСКРОЛАЙН модификации 60;
- железа 185,153 нм (или 186,005 нм, или 186,475 нм) при анализе сталей углеродистых для проверки нижней границы спектрального диапазона спектрометров эмиссионных ИСКРОЛАЙН модификаций 100В, 1000, 1000М;
- железа 189,873 нм (или 190,479 нм, или 192,624 нм) при анализе сталей углеродистых для проверки нижней границы спектрального диапазона спектрометров эмиссионных ИСКРОЛАЙН модификаций 500В, 500МВ;
- железа 435,176 нм (или 435,273 нм, или 436,977 нм) при анализе сталей углеродистых для проверки верхней границы спектрального диапазона спектрометров эмиссионных ИСКРОЛАЙН модификации 60;
- железа 435,237 нм (или 433,705 нм, или 438,354 нм) при анализе сталей углеродистых для проверки верхней границы спектрального диапазона спектрометров эмиссионных ИСКРОЛАЙН модификаций 500, 500В;
- железа 460,294 нм (или 459,265 нм, или 461,128 нм) при анализе сталей углеродистых для проверки верхней границы спектрального диапазона спектрометров эмиссионных ИСКРОЛАЙН модификаций 100, 100В, 100М;
- железа 579,819 нм (или 580,663 нм, или 581,607 нм) при анализе сталей углеродистых для проверки верхней границы спектрального диапазона спектрометров эмиссионных ИСКРОЛАЙН модификаций 500М, 500МВ;
- аргона 800,616 нм (или 801,479 нм, или 799,894 нм) при анализе сталей углеродистых (в среде аргона чистотой не ниже 99,998 %) для проверки верхней границы спектрального диапазона спектрометров эмиссионных ИСКРОЛАЙН модификаций 250, 250К;
- хрома 929,044 нм (или аргона 925,878 нм, или аргона 935,046 нм) при анализе сталей легированных (в среде аргона чистотой не ниже 99,998 %) с содержанием хрома не менее 8,0 % для проверки верхней границы спектрального диапазона спектрометров эмиссионных ИСКРОЛАЙН модификаций 300, 300К;
- хрома 929,044 нм (или хрома 929,415 нм, или железа 928,222 нм) при анализе сталей легированных с содержанием хрома не менее 8,0 % для проверки верхней границы спектрального диапазона спектрометров эмиссионных ИСКРОЛАЙН модификаций 1000, 1000М.

Подготовить выбранный в соответствии с п.п. 7.4.1.1 и 7.4.1.2 настоящей МП стандартный образец путем шлифовки его поверхности в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на спектрометр.

7.4.1.3. Запустить программное обеспечение РРМ Pro. Провести серию тестовых измерений образца, проверяя каждый раз качество пятна обжига согласно Руководству по эксплуатации. Убедиться в том, что разряд дает качественное пятно обжига.

7.4.1.4. Переключиться на аналитическую методику «МП_границы». Провести одно измерение образца. Нажать кнопку «Спектр» на панели кнопок управления, включив тем самым графическое отображение спектра.

7.4.1.5. Для проверки нижней границы рабочего спектрального диапазона спектрометров эмиссионных ИСКРОЛАЙН

– модификаций 250, 300, составляющей 120 нм, вывести в окне спектра спектральный поддиапазон от 120 до 123 нм. Анализируя визуально картинку спектра на экране убедиться в наличии контрольной линии кремния 120,651 нм (или алюминия 121,19 нм, или водорода 121,567 нм) при анализе сплавов алюминиевых;

– модификации 100М, составляющей 130 нм, вывести в окне спектра спектральный поддиапазон от 129 до 132 нм. Анализируя визуально картинку спектра на экране убедиться в наличии контрольной линии кремния 129,896 нм (или 130,437 нм, или 130,927 нм) при анализе сплавов алюминиевых;

– модификаций 100, 250К, 300К, 500, 500М, составляющей 167 нм, вывести в окне спектра спектральный поддиапазон от 166 до 168 нм. Анализируя визуально картинку спектра на экране убедиться в наличии контрольной линии железа 167,079 нм (или 167,346 нм, или 167,472 нм) при анализе сталей углеродистых;

– модификации 60, составляющей 174 нм, вывести в окне спектра спектральный поддиапазон от 173 до 176 нм. Анализируя визуально картинку спектра на экране убедиться в наличии контрольной линии железа 174,165 нм (или 174,862 нм, или 174,922 нм) при анализе сталей углеродистых;

– модификаций 100В, 1000, 1000М, составляющей 185 нм, вывести в окне спектра спектральный поддиапазон от 184 до 187 нм. Анализируя визуально картинку спектра на экране убедиться в наличии контрольной линии железа 185,153 нм (или 186,005 нм, или 186,475 нм) при анализе сталей углеродистых;

– модификаций 500В, 500МВ, составляющей 190 нм, вывести в окне спектра спектральный поддиапазон от 188 до 192 нм. Анализируя визуально картинку спектра на экране убедиться в наличии контрольной линии железа 189,873 нм (или 190,479 нм, или 192,624 нм) при анализе сталей углеродистых.

7.4.1.6. Для проверки верхней границы рабочего спектрального диапазона спектрометров эмиссионных ИСКРОЛАЙН

– модификаций 500, 500В, составляющей 435 нм, вывести в окне спектра спектральный поддиапазон от 433 до 437 нм. Анализируя визуально картинку спектра на экране убедиться в наличии контрольной линии железа 435,237 нм (или 435,705 нм, или 438,354 нм) при анализе сталей углеродистых;

– модификаций 100, 100В, 100М, составляющей 460 нм, вывести в окне спектра спектральный поддиапазон от 459 до 462 нм. Анализируя визуально картинку спектра на экране убедиться в наличии контрольной линии железа 460,294 нм (или 459,265 нм, или 461,128 нм) при анализе сталей углеродистых;

– модификаций 500М, 500МВ, составляющей 580 нм, вывести в окне спектра спектральный поддиапазон от 578 до 582 нм. Анализируя визуально картинку спектра на экране убедиться в наличии контрольной линии железа 579,819 нм (или 580,663 нм, или 581,607 нм) при анализе сталей углеродистых;

– модификаций 250, 250К, составляющей 800 нм, вывести в окне спектра спектральный поддиапазон от 798 до 803 нм. Анализируя визуально картинку спектра на экране убедиться в наличии контрольной линии аргона 800,616 нм (или 801,479 нм, или 799,894 нм) при анализе сталей углеродистых;

– модификаций 300, 300К, составляющей 930 нм, вывести в окне спектра спектральный поддиапазон от 920 до 936 нм. Анализируя визуально картинку спектра на экране убедиться в наличии контрольной линии хрома 929,044 нм (или аргона 925,878 нм, или аргона 935,046 нм) при анализе сталей легированных;

– модификаций 1000, 1000М, составляющей 930 нм, вывести в окне спектра спектральный поддиапазон от 920 до 936 нм. Анализируя визуально картинку спектра на экране убедиться в наличии контрольной линии хрома 929,044 нм (или хрома 929,415 нм, или железа 928,222 нм) при анализе сталей легированных.

7.4.1.7. Спектрометр эмиссионный ИСКРОЛАЙН считается выдержавшим поверку, если, значения спектральных диапазонов для соответствующих модификаций, определенные по п.п. 7.4.1.4 – 7.4.1.6, соответствуют указанным в таблице 3 настоящей МП и в Паспорте на поверяемый экземпляр спектрометра.

Таблица 3 – Спектральные диапазоны спектрометров эмиссионный ИСКРОЛАЙН

Модификация спектрометра	Спектральный диапазон, нм
- модификация 60	от 174 до 435
- модификация 100	от 167 до 460
- модификация 100В	от 185 до 460
- модификация 100М	от 130 до 460
- модификация 250	от 120 до 800
- модификация 250К	от 167 до 800
- модификация 300	от 120 до 930
- модификация 300К	от 167 до 930
- модификация 500	от 167 до 435
- модификация 500В	от 190 до 435
- модификация 500М	от 167 до 580
- модификация 500МВ	от 190 до 580
- модификации 1000, 1000М	от 185 до 930

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

7.4.2.1. Для проведения измерений по данному пункту применяют ГСО 10504-2014, стандартные образцы состава сталей углеродистых и легированных либо аналогичные. Выбрать из комплектов СО образцы, содержание в которых не менее четырех элементов (либо в соответствии с п. 2.3 МП) из ряда: углерод, хром, марганец, титан, кремний, никель, медь, ванадий, – лежат в диапазоне от 0,0001 % до 1,0 %. 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. Выполнить операции по п. 7.4.1.3 настоящей МП, если они не были сделаны ранее.

7.4.2.3. Выбрать специализированную методику «МП_СПР.детектир». Выполнить не менее 5 параллельных измерений выбранного стандартного образца в режиме измерения интенсивностей аналитических линий. Сохранить полученный спектр в созданной для этого папке.

7.4.2.4. В окне главного меню «Измерение» открыть вкладку «Метрология». Ввести в поле «Имя образца» имя измеренного образца и нажать кнопку «Рассчитать».

Расчет предела детектирования производится программой автоматически. Результат отображается в колонке «Предел детектирования». Зеленым цветом окрашены ячейки, не превышающие верхнюю границу предела детектирования, заданную в поле «Верхняя граница».

Для расчета предела детектирования используется формула:

$$C_{\text{по}} = \frac{3 \times \sigma_{\phi j}}{I_j} \times C_j, \quad (1)$$

где:

– $\sigma_{\phi j}$ — среднее квадратичное отклонение (СКО) интенсивности фона под контуром аналитической линии j-го элемента. Значение интенсивности фона под контуром аналитической линии определяется аппроксимацией значений фона, измеренного справа и слева от аналитической линии в точках спектра, свободных от каких-либо спектральных линий;

- I_j — среднее арифметическое значение абсолютной интенсивности (за вычетом интенсивности фона) аналитической линии j -го элемента по нескольким параллельным измерениям;
- C_j — аттестованное значение содержания j -го элемента по данным свидетельства на стандартные образцы;
- величина $3 \times \sigma_{\phi_j}$ является шумовой характеристикой интенсивности спектрального фона;
- отношение C_j/I_j представляет собой тангенс угла наклона градуировочной характеристики (ГХ) j -го элемента $C_j(I_j)$ (при условии ее линейности) и характеризует чувствительность спектрометра как средства измерения содержаний элементов в анализируемых веществах.

7.4.2.5. Спектрометр считается выдержавшим поверку, если пределы детектирования легирующих и примесных элементов при анализе сталей, вычисленные в п. 7.4.2.4, для не менее, чем пяти элементов не превышают значений, указанных в таблице 4 настоящей МП.

Таблица 4 – Пределы детектирования легирующих и примесных элементов при анализе сталей спектрометров эмиссионных ИСКРОЛАЙН

Спектрометры эмиссионные ИСКРОЛАЙН модификаций	Пределы детектирования легирующих и примесных элементов (углерода, хрома, марганца, титана, кремния, никеля, меди, ванадия) при анализе сталей, %
– 60	0,0005
– 100, 100В, 100М, 250, 250К, 300, 300К	0,0001
– 500, 500В, 500М, 500МВ, 1000, 1000М	0,0010

7.4.3. Определение относительных СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей при анализе сталей

7.4.3.1. Для проведения измерений по данному пункту применяют ГСО 10504-2014, стандартные образцы состава сталей углеродистых и легированных; ГСО 8876-2007, стандартные образцы состава сталей легированных, либо аналогичные. Для определения относительных СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей при анализе сталей выбрать из комплектов стандартные образцы, содержание в которых не менее чем одного элемента лежит в диапазоне от 0,0001 % до 0,01 % включ. (для спектрометров модификаций 60, 100, 100В, 100М, 250, 250К, 300, 300К, 500, 500В, 500М, 500МВ) и в диапазоне от 0,001 % до 0,01 % включ. (для спектрометров модификаций 1000 и 1000М); и не менее двух элементов для каждой модификации лежат в каждом из ниже указанных диапазонов: св. 0,01 % до 0,1 % включ.; св. 0,1 % до 1,0 % включ.; св. 1,0 % до 99,9 %. Подготовить образцы стали путем шлифовки поверхностей в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на спектрометр.

7.4.3.2. Выполнить операции по п. 7.4.1.3 настоящей МП, если они не были сделаны ранее

7.4.3.3. Выбрать специализированную методику «МП_отн СКО по I». Выполнить не менее 5 измерений выбранных стандартных образцов в режиме измерения относительных интенсивностей. Сохранить полученные спектры в созданной для этого папке.

7.4.3.4. По результатам измерений в п. 7.4.3.3 определить относительные СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей для выбранных в п. 7.4.3.1 элементов (j) по формуле (2) в п. 7.4.3.4 настоящей МП (значения относительных СКО S_j можно определить из распечатки результатов измерений, либо считать с экрана монитора (из столбца под названием «отн. СКО%»)).

Для расчета используется формула:

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

где:

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

7.4.3.5. Спектрометр считается выдержавшим поверку, если значения относительных СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей, вычисленные в п. 7.4.3.4, для не менее чем одного элемента, содержание которого лежит в диапазоне от 0,0001 % до 0,01 % включ. (для спектрометров модификаций 60, 100, 100В, 100М, 250, 250К, 300, 300К, 500, 500В, 500М, 500МВ) и в диапазоне от 0,001 % до 0,01 % включ. (для спектрометров модификаций 1000 и 1000М); и не менее двух элементов для каждой модификации лежат в каждом из ниже указанных диапазонов: св. 0,01 % до 0,1 % включ.; св. 0,1 % до 1,0 % включ.; св. 1,0 % до 99,9 %, - не превышают значений, указанных в таблице 5 настоящей МП.

Таблица 5 – Относительные СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей при анализе сталей спектрометров эмиссионный ИСКРОЛАЙН

Спектрометры эмиссионные ИСКРОЛАЙН модификаций	Относительные СКО, %
- для модификаций 60, 100, 100В, 100М, 250, 250К, 300, 300К, 500, 500В, 500М, 500МВ:	
- в диапазоне массовых долей элементов от 0,0001 % до 0,01 % включ.	30
- в диапазоне массовых долей элементов св. 0,01 % до 0,1 % включ.	10
- в диапазоне массовых долей элементов св. 0,1 % до 1,0 % включ.	5
- в диапазоне массовых долей элементов св. 1,0 % до 99,9 %	1
- для модификаций 1000, 1000М	
- в диапазоне массовых долей элементов от 0,0010 % до 0,01 % включ.	40
- в диапазоне массовых долей элементов св. 0,01 % до 0,1 % включ.	15
- в диапазоне массовых долей элементов св. 0,1 % до 1,0 % включ.	12
- в диапазоне массовых долей элементов св. 1,0 % до 99,9 %	10

8. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТА ПОВЕРКИ.

8.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку.

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

8.3. Спектрометр, 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.