

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  
М.П.  
" 15 " 10 2019 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

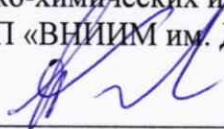
Спектрометры эмиссионные  
«Титан СЛ»

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

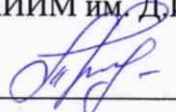
МП-242-1687-2013

с Изменением №1

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.

Настоящая методика распространяется на спектрометры эмиссионные «Титан СЛ» (далее – спектрометры) и устанавливает методы их первичной поверки при вводе в эксплуатацию и после ремонта, периодической поверки в процессе эксплуатации.

## 1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. 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.	6.1	да	да
Опробование и подтверждение соответствия программного обеспечения	6.2	да	да
Определение метрологических характеристик	6.3	да <sup>1)</sup>	да <sup>1)</sup>
Определение метрологических характеристик по документу на методику измерений	-	нет	да <sup>2)</sup>

Примечания: <sup>1)</sup> Проводится:

- при первичной поверке;
- при периодической.

<sup>2)</sup> Допускается проводить при наличии стандартизованной (аттестованной) методики измерений с использованием спектрометра эмиссионного «Титан СЛ».

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

## 2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2 – Средства поверки (Измененная редакция, Изм. № 1)

№ п/п	Наименование и тип средства поверки	Основные технические и (или) метрологические характеристики или номер
1	ГСО 11011-2017/ГСО 11012-2017, стандартные образцы состава титана	Массовая доля водорода от 0,0010 % до 0,0050 %; границы абсолютной погрешности 0,0005 % (при доверительной вероятности P=0,95)
2.	Комплект образцов, входящий в комплект поставки прибора	Массовая доля водорода от 0,0010 % до 0,030 %; границы абсолютной погрешности от 0,0002 % до 0,003 % (при доверительной вероятности P=0,95)
3	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
4.	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

2.2. Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение указанных в таблице 1 характеристик спектрометра с требуемой точностью.

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

### 3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации спектрометров эмиссионных «Титан СЛ» ТСЛ.008.00.000.13 РЭ, паспорте ПС 4434-016-34303137-13.

3.2. При выполнении поверки должны соблюдаться «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденные 13.01.2003 г., и «Правила безопасности при эксплуатации электроустановок», утвержденные 05.01.2003 г.

3.3. Общие требования безопасности при проведении поверки – по ГОСТ12.3.019-80.

3.4. К проведению измерений при поверке допускаются лица:

- обученные в соответствии с ССБТ по ГОСТ 12.0.004-79 и имеющие квалификационную группу не ниже III, согласно «Правилам технической эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденным 13.01.2003 г.;
- знающие основы эмиссионного спектрального анализа;
- имеющие опыт работы с оптико-эмиссионными спектральными средствами измерений;
- изучившие эксплуатационную документацию наверяемый прибор (согласно комплектации) и методику поверки.

3.5. Все блоки спектрометра должны быть заземлены.

3.6. Работы с противоз электродом (зачистка, установка зазора и т.д.) должны проводиться с отключенным источником возбуждения спектра.

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

### 4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- |                                    |                       |
|------------------------------------|-----------------------|
| - температура окружающего воздуха, | от +15 до + 25 °С;    |
| - атмосферное давление,            | от 86,0 до 106,7 кПа; |
| - относительная влажность воздуха, | от 30 до 80 %;        |

4.2. Перед проведением поверки спектрометр следует выдержать при условиях поверки (см. п. 4.1) не менее 2 часов (до подключения спектрометра к сети переменного тока).

### 5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Установка и подготовка прибора к поверке, включение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в эксплуатационной документации на поверяемый прибор (согласно комплектации) и руководстве пользователя программного обеспечения «GradSL».

5.2. Включить питание спектрометра от сети переменного тока и подготовить спектрометр к работе в соответствии с эксплуатационной документацией. Осуществить прогрев прибора в течение не менее 5 мин.

5.3. Подготовка для анализа стандартных образцов осуществляется в соответствии с правилами пробоподготовки, изложенными в руководстве по эксплуатации спектрометра «Титан СЛ» ТСЛ.008.00.000.13 РЭ, либо инструкцией по применению соответствующего комплекта стандартных образцов, являющейся Приложением к Свидетельству на комплект СО, либо разделами по пробоподготовке аттестованных государственных научными метрологическими центрами методик измерений или стандартизованных документов (принятых в виде ГОСТ и введенных в действие постановлением Росстандарта или постановлением Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии.), реализованных на поверяемом приборе.

## 6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

### 6.1. Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- наличие эксплуатационной документации;
- соответствие комплектности прибора спецификации (без запасных частей);
- наличие на боковой панели спектрометра обозначения (наименования), заводского номера, обозначений переключателей и гнезд;
- отсутствие механических повреждений корпуса спектрометра;
- целостность показывающих приборов;
- надежность крепления соединительных элементов;
- правильность размещения спектрометра в лаборатории (согласно эксплуатационной документации наверяемый экземпляр спектрометра, а так же в соответствии с правилами и нормами, регламентированными инструкциями по безопасности труда для лабораторий эмиссионного спектрального анализа, действующими на предприятии).

Спектрометр эмиссионный «Титан СЛ» считается выдержавшим внешний осмотр удовлетворительно, если он соответствует всем перечисленным выше требованиям

### 6.2. Опробование и подтверждение соответствия программного обеспечения.

6.2.1. При опробовании должны быть выполнены следующие операции:

6.2.1.1. Запустить специализированное программное обеспечение спектрометра эмиссионного «Титан СЛ» «GradSL» (загружаемый файл GradSL.exe).

6.2.1.2. В разделе «Проекты» главного меню программы проверить наличие Проекта для анализа содержания водорода в титане и титановых сплавах. Проверить в разделе «Анализ проб» главного меню наличие аналитической методики анализа содержания водорода в титане и титановых сплавах. В случае ее отсутствия выполнить экспорт указанной методики из Проекта в соответствии с руководством пользователя ПО «GradSL». Скопировать Проект для анализа содержания водорода в титане и титановых сплавах без спектров (серий измерений). Изменить имя проекта, вписав в начале «Поверка 20xx», где 20xx – текущий год поверки.

**(Измененная редакция, Изм. № 1)**

6.2.1.3. В соответствии с руководством пользователя ПО «Grad SL» загрузить аналитическую методику анализа содержания водорода в титане или титановых сплавах.

6.2.1.4. Выполнить рекалибровку поверяемого спектрометра «Титан СЛ» по одному образцу из комплектов, указанных в п.п. 1, 2 таблицы 2 настоящей методики в соответствии с руководством пользователя ПО «GradSL».

**(Измененная редакция, Изм. № 1)**

Результаты опробования считаются удовлетворительными, если все результаты проверки по п. 6.2.1 положительные, спектрометр «Титан СЛ» функционирует нормально, - в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на поверяемый экземпляр спектрометра и руководством пользователя ПО «GradSL».

6.2.2. Подтверждение соответствия программного обеспечения.

6.2.2.1. Определение наименования программного обеспечения и номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

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».

6.2.2.2. Определение цифрового идентификатора программного обеспечения «Grad SL».

Для вычисления цифрового идентификатора исполняемого файла *GradSL.exe* (для версий ПО от 1.0.4.20 и выше) использовать программу "NashTab5.0", которая встраивается в операционную

систему WindowsXP sp2 и выше, установленную на компьютере, входящем в комплект спектрометра «Титан СЛ». Для вычисления контрольной суммы файла *GradSL.exe* необходимо в проводнике операционной системы щелкнуть правой кнопкой мыши по ярлыку проверяемого файла и выбрать в контекстном меню строку «Свойства». При этом с помощью алгоритма вычисления цифрового идентификатора программного обеспечения "CRC32" происходит вычисление цифрового идентификатора программы «GradSL» для файла *GradSL.exe*. Его значение отражается на вкладке «Хеш-суммы файлов».

Для вычисления цифрового идентификатора программного обеспечения «GradSL» исполняемого файла *GradSL.exe* (для версий ПО от 1.0.14.10 и выше) так же можно использовать следующий способ: 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 "CRC32" производится его вычисление для файла *GradSL.exe*. Результат подсчета должен совпадать с указанным в паспорте на конкретное изделие.

«Версия ПО» и «Цифровой идентификатор ПО» сравниваются с указанными в Паспорте на конкретное изделие. В случае обновления ПО до новых версий в процессе эксплуатации, все вышеперечисленные значения заносятся в соответствующую графу в Паспорте на изделие представителем завода-изготовителя или лицом, уполномоченным осуществлять подобные изменения.

**(Измененная редакция, Изм. № 1)**

Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считается положительным, если полученные идентификационные данные ПО СИ (наименование, номер версии (идентификационный номер) и цифровой идентификатор) соответствуют идентификационным данным, указанным в описании типа спектрометров эмиссионных «Титан СЛ», версия ПО «GradSL» не ниже 1.0.4.20, полная версия и цифровой идентификатор совпадают с указанными в паспорте на поверяемый прибор.

**(Измененная редакция, Изм. № 1)**

**6.3. Определение метрологических характеристик.**

**6.3.1. Определение рабочего спектрального диапазона спектрометра «Титан СЛ».**

6.3.1.1. В п.6.3 измерения проводятся в разделе «Проекты» программы «GradSL» в проекте «Поверка 20xx»: создать новую серию измерений в соответствии с руководством пользователя ПО «GradSL», назвав её «Спектры для поверки 20xx», где 20xx – текущий год.

Выполнить три параллельных измерения одного образца из комплектов, указанных в п.п. 1, 2 таблицы 2 настоящей методики и перейти в режим просмотра спектра (раздел «Спектры» главного меню ПО).

**(Измененная редакция, Изм. № 1)**

6.3.1.2. Для проверки нижней границы спектрального диапазона спектрометра, составляющей 550 нм, вывести в окне спектра спектральный диапазон 550-590 нм. Сравнивая визуально картинку спектра на экране со стандартными распечатками, приведенными ниже на рис. 1, убеждаемся в наличии одной из контрольных линий титана: 568,0 нм либо 579,1 нм.

**(Измененная редакция, Изм. № 1)**

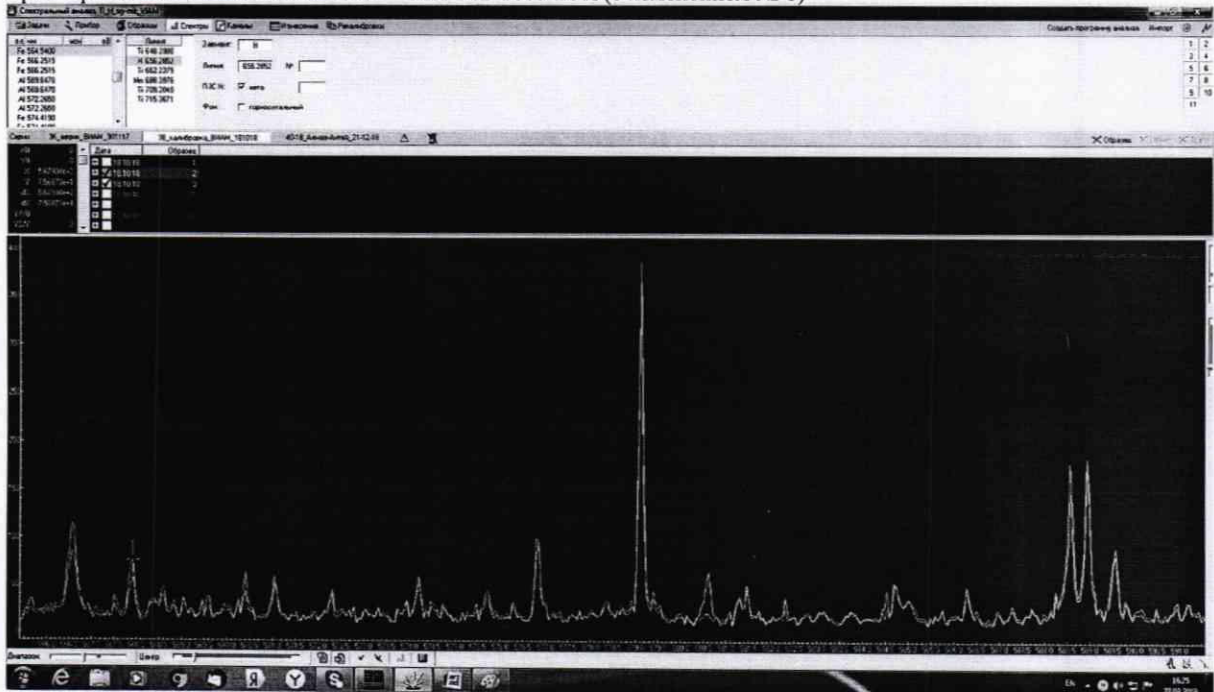


Рис. 1. Проверка нижней границы спектрального диапазона спектрометра «Титан СЛ».

6.3.1.3. Для проверки верхней границы спектрального диапазона спектрометра, составляющей 750 нм, вывести в окне спектра спектральный диапазон 695-750 нм. Сравнивая визуально картинку спектра на экране со стандартными распечатками, приведенными ниже на рис. 2а и рис. 2б, убеждаемся в наличии одной из контрольных линий: аргона 696,5 нм, аргона 706,4 нм, титана 737,0 нм, аргона 738,4 нм. **(Измененная редакция, Изм. № 1)**

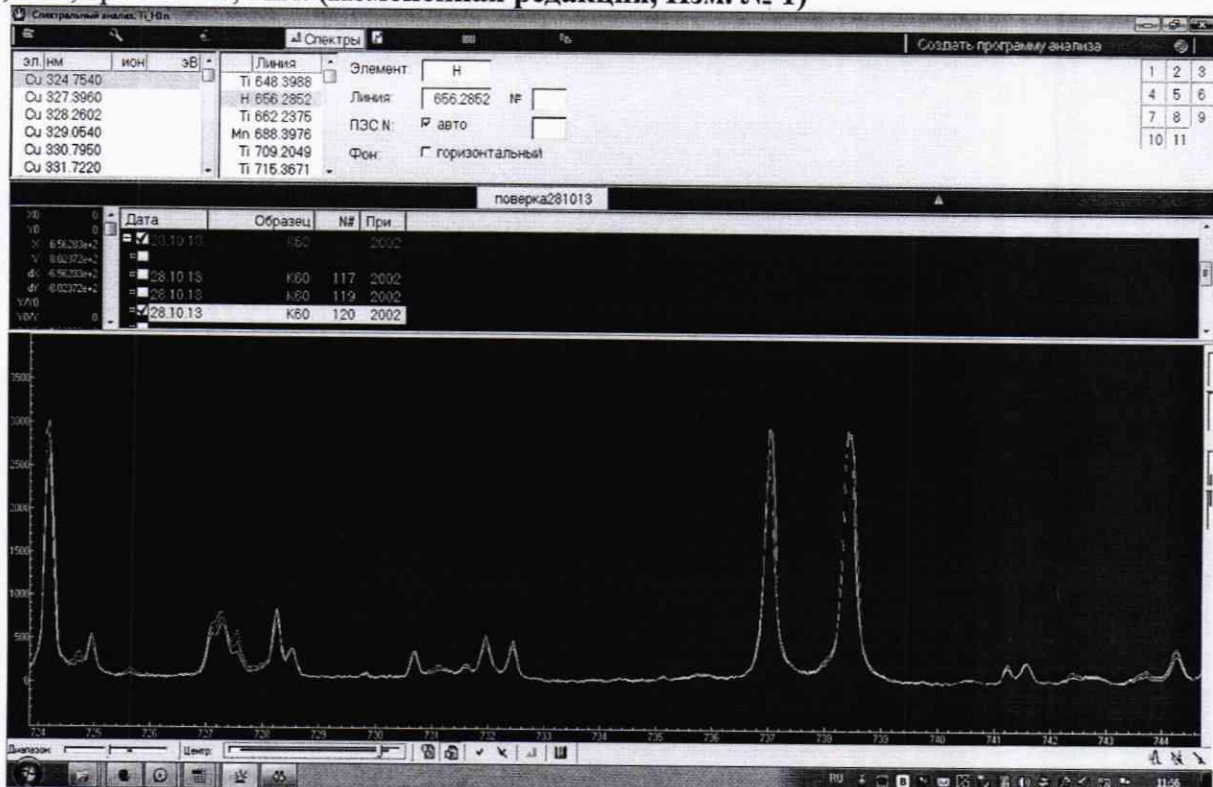


Рис. 2а. Проверка верхней границы спектрального диапазона спектрометра «Титан СЛ» (линии титана 737,0 нм, аргона 738,4 нм)

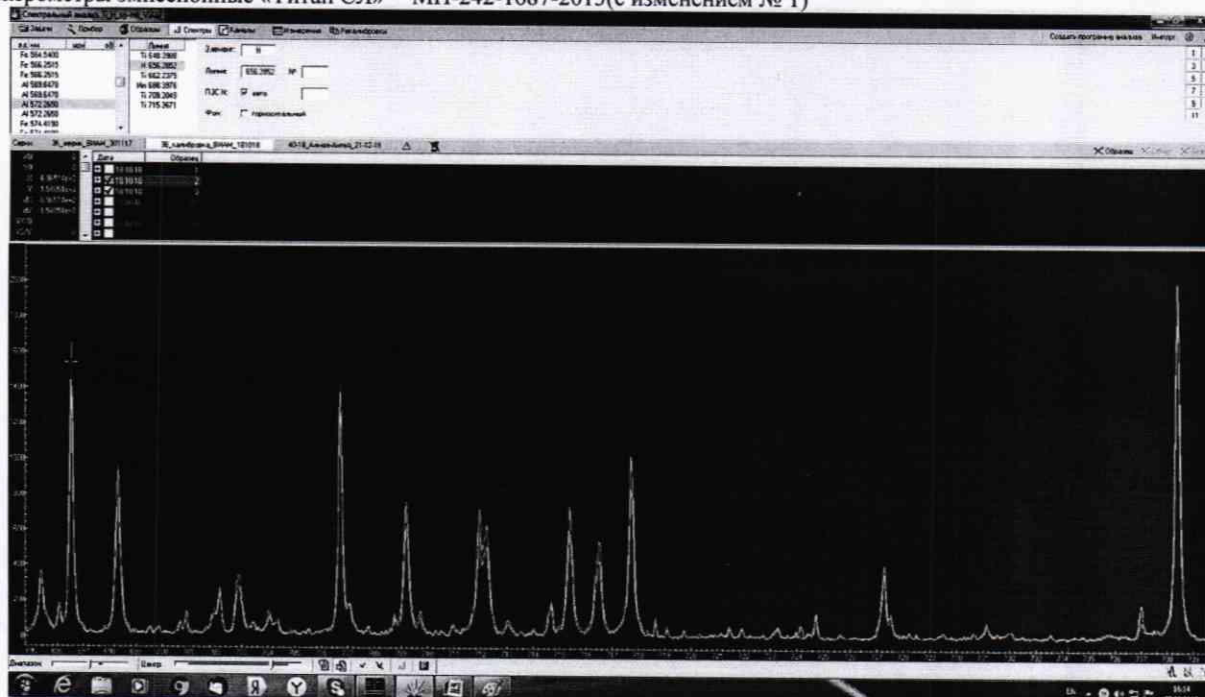


Рис.26. Проверка верхней границы спектрального диапазона спектрометра «Титан СЛ» (линии аргона 696,5 нм, аргона 706,4 нм)

6.3.1.4. Спектрометр эмиссионный «Титан СЛ» считается выдержавшими проверку по п. 6.3.1, если, значение нижней границы спектрального диапазона спектрометра не более 550 нм (что удостоверяется наличием одной из контрольных линий титана: 568,0 нм либо 579,1 нм), а значение верхней границы спектрального диапазона спектрометра не менее 750 нм (что удостоверяется наличием одной из контрольных линий: аргона 696,5 нм, аргона 706,4 нм, титана 737,0 нм, аргона 738,4 нм).

6.3.2. *Определение относительного СКО выходного сигнала спектрометра «Титан СЛ» в режиме измерения относительных интенсивностей при анализе титана и титановых сплавов.*

6.3.2.1. Для определения относительного СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей выбрать из комплектов стандартных образцов, указанных в п.п. 1, 2 таблицы 2 настоящей МП, стандартные образцы, которые не применялись в п. 6.2.1.4 настоящей МП (для рекалибровки спектрометра), минимум по одному образцу с содержанием массовой доли водорода от 0,0010 % до 0,010 % включ. и массовой долей водорода св. 0,010 %.

**(Измененная редакция, Изм. № 1)**

6.3.2.2. Создать новую серию измерений в соответствии с разделом «8.5 Измерения» руководства пользователя ПО «GradSL», назвав её «Поверка 20xx». Выполнить по 10 параллельных измерений выбранных стандартных образцов в режиме измерения относительных интенсивностей. **(Измененная редакция, Изм. № 1)**

6.3.2.3. По результатам измерений в п. 6.3.2.2 определить относительное СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей по формуле:

$$S_r = \frac{\sqrt{\sum_{i=1}^n (I_i - I_{cp})^2}}{(n-1) I_{cp}} \times 100\% \quad (1)$$

где:

$I_i$  – значение  $i$ -го измерения относительной интенсивности анализируемой аналитической линии водорода (656,279 нм);

$I_{cp}$  – среднеарифметическое значение относительной интенсивности анализируемой аналитической линии водорода (656,279 нм) по 10-ти параллельным определениям;  
 $n$  – число измерений в серии (в данном случае  $n = 10$ ).

6.3.2.4. Спектрометр эмиссионный «Титан СЛ» считается прошедшим поверку по п. 6.3.2, если значения относительных СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей для аналитической линии водорода на длине волны 656,297 нм, вычисленные в п.6.3.2.3, не превышают 30,0 % для образцов с содержанием водорода от 0,0010 % до 0,010 % включ. и 20,0 % для образцов с содержанием водорода св. 0,010 %.

*Примечание:* По согласованию с заказчиком периодическую проверку спектрометров эмиссионных «Титан СЛ» допускается проводить в соответствии с МИ 2531-99 «ГСИ. Анализаторы состава веществ и материалов универсальные. Общие требования к методикам поверки в условиях эксплуатации». При этом при проведении периодической поверки по аттестованным методикам измерений либо ГОСТам на спектральный анализ титана и титановых сплавов в качестве средств поверки использовать стандартные образцы, указанные в п. 4 таблицы 2 настоящей методики поверки (либо руководствоваться п. 2.2); а на спектральный анализ алюминия и алюминиевых сплавов, - стандартные образцы, аттестованные в установленном законодательством РФ порядке, на содержание водорода в алюминии и алюминиевых сплавах, анализируемых спектральным методом.

## 7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.

7.1 При проведении поверки спектрометра эмиссионного «Титан СЛ» оформляют протокол результатов поверки произвольной формы. В протоколе поверки должны быть указаны следующие данные:

- дата проведения поверки;
- заводской номер поверяемого спектрометра;
- условия проведения поверки;
- используемые средства поверки;
- результаты проведения поверки;
- подпись поверителя.

7.2 Спектрометр «Титан СЛ», удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, делают соответствующую отметку в технической документации (при первичной поверке) и/или оформляют свидетельство о поверке (при первичной и периодической поверке) по установленной форме.

7.3 На оборотной стороне свидетельства о поверке должны быть указаны следующие данные:

- наименование документа, в соответствии с которым проведена поверка;
- результаты внешнего осмотра;
- результаты опробования;
- результаты определения метрологических характеристик с указанием максимальных значений контролируемых характеристик, полученных в ходе поверки;
- основные средства поверки;
- условия, при которых проведена поверка;
- подпись поверителя.

7.4 При отрицательных результатах спектрометры не допускают к применению и направляют в ремонт. В технической документации спектрометра делают отметку о непригодности, выдают извещение о непригодности установленной формы.

7.5 Знак поверки наносится на боковую панель спектрометра и (или) на свидетельство о поверке. **(Измененная редакция, Изм. № 1)**



**ПРИЛОЖЕНИЕ А**  
**(рекомендуемое)**  
**Форма протокола поверки**

Протокол № \_\_\_\_\_  
поверки Спектрометра эмиссионного «Титан СЛ»

Зав.№ \_\_\_\_\_  
Принадлежит \_\_\_\_\_  
Дата изготовления \_\_\_\_\_  
Дата поверки \_\_\_\_\_

## Условия поверки:

температура окружающей среды \_\_\_\_\_ °С,  
атмосферное давление \_\_\_\_\_ кПа,  
относительная влажность \_\_\_\_\_ %.

**Результаты поверки.**

1. Результаты внешнего осмотра \_\_\_\_\_
2. Результаты опробования \_\_\_\_\_
3. Результаты определения метрологических характеристик:

Метрологическая характеристика	Значение характеристики	
	по НД на прибор	действительное

4. Поверка проведена с помощью комплекта ГСО \_\_\_\_\_  
(указывают номера комплектов используемых образцов и срок их годности)
5. Заключение \_\_\_\_\_

Поверитель \_\_\_\_\_  
(подпись) \_\_\_\_\_ (И.О. Фамилия)

**ПРИЛОЖЕНИЕ Б****(рекомендуемое)****Форма оборотной стороны свидетельства о поверке****ПОВЕРКА ПРОИЗВЕДЕНА****с применением стандартных образцов:**

ГСО \_\_\_\_\_ состава \_\_\_\_\_.

**при следующих значениях влияющих факторов:**

Температура —

Относительная влажность —

Атмосферное давление —

Напряжение питания —

**Внешний осмотр.**

Спектрометр эмиссионный «Титан СЛ», зав. № \_\_\_\_\_ соответствует требованиям технической документации (ТУ 4434-015-34303137-13; эксплуатационная документация в соответствии с комплектацией прибора), дефекты отсутствуют.

**Опробование.**

Прибор функционирует нормально, - в соответствии с требованиями ТУ 4434-015-34303137-13. Идентификационные данные ПО СИ: идентификационное наименование \_\_\_\_\_; номер версии (идентификационный номер) \_\_\_\_\_; цифровой идентификатор исполняемого файла GradSL.exe \_\_\_\_\_.

**Метрологические характеристики:**

Метрологическая характеристика	Значение метрологической характеристики	
	Требования по НД	Фактическое значение МХ
Рабочий спектральный диапазон, нм		
Относительное СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей при анализе титана и титановых сплавов (для спектральной линии водорода 656,279 нм), %, не более - в диапазоне массовой доли водорода от 0,0010 % до 0,010 % - в диапазоне массовой доли водорода свыше 0,010 %	не более	

**Вывод:** метрологические характеристики спектрометра эмиссионного «Титан СЛ», зав. № \_\_\_\_\_, не превышают пределов, нормированных в технической документации (ТУ 4434-015-34303137-13) и соответствуют требованиям утвержденной методики поверки МП-242-1687-2013.

Поверитель

(Дата поверки)