

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

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУП «УНИИМ»
С.В. Медведевских
"25" ноября 2016 г.



ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Спектрометр эмиссионный ARL 3460
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 168-251-2016

Екатеринбург

2016

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ зав. лаб. 251, к.х.н., Собина Е.П.
- 3 УТВЕРЖДЕНА директором ФГУП «УНИИМ» в 2016 г.

СОДЕРЖАНИЕ

| | | |
|-----|---|---|
| 1 | ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ | 4 |
| 2 | НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ | 4 |
| 3 | ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ | 4 |
| 4 | СРЕДСТВА ПОВЕРКИ | 4 |
| 5 | ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ | 5 |
| 6 | УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ | 5 |
| 7 | ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ | 5 |
| 8 | ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ | 5 |
| 8.1 | ВНЕШНИЙ ОСМОТР | 5 |
| 8.2 | ОПРОБОВАНИЕ | 5 |
| 8.3 | ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК | 6 |
| 9 | ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ | 7 |
| | ПРИЛОЖЕНИЕ А (ОБЯЗАТЕЛЬНОЕ) ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ | 8 |

| | |
|--|-----------------|
| Государственная система обеспечения единства измерений. Спектрометр эмиссионный ARL 3460. Методика поверки | МП 168-251-2016 |
|--|-----------------|

Дата введения в действие: ноябрь 2016 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометр эмиссионный ARL 3460, выпущенный фирмой «Applied Research Laboratories S.A.», Швейцария, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка спектрометра 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 N 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 |
| <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 | да | да |
| 3.1 Проверка относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли элементов | 8.3.1 | да | да |
| 3.2 Проверка нестабильности результатов измерений массовой доли элементов за 6 часов непрерывной работы | 8.3.2 | да | да |

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций проводится настройка и градуировка спектрометров 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, спектрометр бракуется.

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

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

Рабочие эталоны по ГОСТ Р 8.735.0-2011:

- стандартные образцы состава цинка марок ЦВО-ЦЗ ГСО 5016-89-5023-89 (интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,00015 до 1,96 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,00002$ до $\pm 0,1$ %);

- стандартные образцы состава цинка ГСО 8743-2006 (интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,00010 до 0,975 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,00002$ до $\pm 0,034$ %).

4.2 Допускается применение других стандартных образцов утвержденных типов состава металлов и сплавов на основе Zn, имеющих аттестованные значения в интервале массовой доли элементов от 0,0001 до 0,6 %, границы относительной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,3$ до ± 20 %).

5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 N 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 20 ± 5
- относительная влажность воздуха, (при $t=20$ °С), % от 20 до 80
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106,7

6.2 Спектрометр устанавливается вдали от источников магнитных и электрических полей. Спектрометр должен находиться на ровной и устойчивой поверхности, без возможности тряски; необходимо соблюдать дистанцию между задней панелью спектрометра и стеной в соответствии с РЭ. Спектрометр не должен находиться в комнате химического анализа.

7 Подготовка к поверке

7.1 Спектрометр подготовить к работе в соответствии с 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, номер версии ПО идентифицируется при включении спектрометра путем вывода на экран номера версии во вкладке о программе. Наименование ПО спектрометра в зависимости от модели должно соответствовать приведенным в таблице 2 идентификационным данным.

Таблица 2 - Идентификационные данные программного обеспечения

| Идентификационные данные (признаки) | Значение |
|---|--------------------------------------|
| Идентификационное наименование ПО | WinOE |
| Номер версии ПО (идентификационный номер ПО) | 2.1.-3 |
| Цифровой идентификатор ПО | 9A097EE25961AD20B C59D96566A15618 |
| Другие идентификационные данные (алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО) | MD5 (sys_man.exe) |

8.3 Проверка метрологических характеристик

8.3.1 Проверка относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли элементов

8.3.1.1 Проверку относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли элементов провести с использованием стандартных образцов утвержденных типов, приведенных в 4.1.

8.3.1.2 Для каждого ГСО провести не менее пяти измерений массовой доли элементов на спектрометре (общее количество анализируемых элементов не менее 5 элементов для обоих ГСО в диапазоне массовых долей элементов от 0,0001 до 0,6 %). Рассчитать относительное СКО результата измерений массовой доли элементов, S_i , % для каждого результата измерений массовой доли элемента по формуле

$$S_i = \frac{100}{A_i} \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (C_{ij} - \bar{C}_i)^2}{n-1}}, \quad (1)$$

где C_{ij} - j -й результат массовой доли i -го элемента в ГСО, %;

A_i - аттестованное значение массовой доли i -го элемента в ГСО, %;

$\bar{C}_i = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n C_{ij}$ - среднеарифметическое результатов измерений массовой доли i -го элемента в ГСО, %.

Значения относительных СКО результата измерений массовой доли элементов, полученные по формуле (1) для всех результатов измерений должны находиться в пределах допустимых значений относительных СКО, приведенных в таблице 3.

8.3.2 Проверка нестабильности результатов измерений массовой доли элементов за 6 часов непрерывной работы

Провести 5 измерений одного из элементов ГСО, массовая доля которого более 0.3 % через каждый час в течение 6 часов непрерывной работы спектрометра. Нестабильность результатов измерений массовой доли элементов за 6 часов непрерывной работы, S_w , % рассчитывают по формуле

$$S_w = \frac{100}{A_i} \sqrt{\frac{\sum_{v=1}^n (\bar{C}_{iv} - \bar{C}_i)^2}{n-1}}, \quad (2)$$

где A_i - аттестованное значение массовой доли i -го элемента в ГСО, %;

\bar{C}_{iv} - среднеарифметическое результатов измерений массовой доли i -го элемента в ГСО в v -й час, %.

$$\bar{\bar{C}}_i = \frac{1}{\nu} \sum_{i=1}^{\nu} \bar{C}_{i\nu} - \text{среднеарифметическое результатов измерений массовой доли } i\text{-го}$$

элемента в ГСО за 6 часов непрерывной работы, %.

Полученные значения нестабильности результатов измерений массовой доли элементов за 6 часов непрерывной работы, рассчитанное по формуле (2) не должно превышать предела, приведенного в таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики

| Наименование характеристики | Значение |
|---|------------------|
| Спектральный диапазон, нм | от 170 до 800 |
| Диапазон измерений массовой доли элементов, % | от 0,0001 до 0,6 |
| Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли элементов, % | 5 |
| Нестабильность результатов измерений массовой доли элементов за 6 часов непрерывной работы, % | 2 |

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 России от 02.07.2015 № 1815. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке и на спектрометр в соответствии с рисунком внешнего вида, приведенном в описании типа.

9.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство, гасят клеймо и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815.

Зав. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ», к.х.н.

 Е.П. Соби́на

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)
ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ
ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Спектрометр эмиссионный ARL 3460, зав № _____

Документ на поверку: МП ХХ-251-2016 «ГСИ. Спектрометр эмиссионный ARL 3460. 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 - Проверка относительного СКО результатов измерений

| Элемент | Результаты измерений массовой доли элемента, % | Относительное СКО результатов измерений массовой доли элемента, % | Предел допускаемого относительного СКО результатов измерений массовой доли элемента, % |
|---------|--|--|---|
| | | | 5 |
| | | | |
| | | | |
| ... | | | 5 |
| | | | |
| | | | |

Таблица А.2 - Проверка нестабильности результатов измерений за 6 часов непрерывной работы

| Время/ Час | Результаты измерений массовой доли элемента, % | Среднеариф- метическое результатов измерений массовой доли элемента. % | Нестабильность результатов измерений за 6 часов непрерывной работы, % | Предел нестабильности результатов измерений за 6 часов непрерывной работы, % |
|---------------|---|--|---|---|
| 1 | | | | 2 |
| ... | | | | |
| 6 | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |

Результат проведения поверки:

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «...» 20... г, №

Поверитель

Подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку