

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ»
(ФГУП «УНИИМ»)**

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»



Медведевских С.В.

« 19 » 04 2019 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Спектрометры ДФС-500, ДФС-500Н, ДФС-500В, ДФС-500Д, МФС-12

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 47-251-2019

Екатеринбург

2019

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** зам. зав. лаб. 251 Мигаль П.В.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** директором ФГУП «УНИИМ» в 2019 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ.....	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	5
5	ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПЕРСОНАЛА	5
6	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....	5
7	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКИ К НЕЙ.....	5
8	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	6
9	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	6
10	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	10
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	11

Государственная система обеспечения единства измерений. Спектрометры ДФС-500, ДФС-500Н, ДФС-500В, ДФС-500Д, МФС-12 Методика поверки	МП 47-251-2019
---	----------------

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры ДФС-500, ДФС-500Н, ДФС-500В, ДФС-500Д, МФС-12 (далее – спектрометры), выпускаемые Обществом с ограниченной ответственностью «ОКБ Спектр» (ООО «ОКБ Спектр»), Россия. Спектрометры подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке.

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:

- ГОСТ 12.2.007.0–75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;
- Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке» с изменениями, утвержденными Приказом Минпромторга России от 28 декабря 2018 г. №5329;
- Приказ Минтруда России от 24.07.2013 № 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

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
1 Внешний осмотр	9.1	да	да
2 Опробование	9.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	9.3	да	да
3.1 Проверка спектрального диапазона и выделяемого спектрального интервала	9.3.1	да	да
3.2 Проверка относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли элементов	9.3.2	да	да
3.3 Проверка предела обнаружения фосфора	9.3.3	да	да
3.4 Проверка предела обнаружения висмута	9.3.4	да	да
3.5 Проверка чувствительности для фосфора	9.3.5	да	да
3.6 Проверка чувствительности для висмута	9.3.6	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций проводится настройка и калибровка (градуировка) спектрометра 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, и выполняются операции по п. 10.3.

3.3 При наличии нескольких штативов допускается проводить поверку спектрометра с использованием только основного штатива.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют:

- ГСО 8383-2003 стандартные образцы сталей углеродистых типов У7А, 20Л, 25Л, А20 (комплект СО УГ69-УГ74) с массовой долей фосфора от 0,002 до 0,1 %, интервал допускаемых значений абсолютной погрешности при $P = 0,95$ от $\pm 0,0012$ до $\pm 0,005$ %;

- ГСО 8193-2002 стандартные образцы сталей типов 08кп, 18ЮА, С375Т, 38Х2МЮА, 60С2, 20ХН4ФА, 4ХЗВМФ, 27ХН2МФЛ (комплект СО РГ24-РГ31), интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0005 до 5 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,0003$ до $\pm 0,08$ %;

- ГСО 3514-86/3519-86 стандартные образцы состава меди типа М2р, М3р, М2, М3 (комплект М94), интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0046 до 0,081 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,0004$ до $\pm 0,007$ %;

- ГСО 8957-2008 стандартные образцы состава меди черновой (комплект VSM1.3), интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,00032 до 1,29 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,00003$ до $\pm 0,08$ %.

4.2 Для контроля внешних влияющих факторов применяют средства измерений температуры и относительной влажности окружающей среды с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 7.

4.3 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

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

5 Требования к квалификации персонала

5.1 К проведению работ по поверке спектрометров допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в установленном порядке в качестве поверителя, изучившие РЭ на спектрометры и настоящую методику поверки.

6 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 № 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

7 Условия поверки и подготовки к ней

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С	от +15 до +25
- относительная влажность, %	не более 80

8 Подготовка к поверке

8.1 Перед проведением поверки спектрометр необходимо подготовить к работе в соответствии с РЭ.

9 Проведение поверки

9.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре необходимо установить:

- отсутствие видимых повреждений;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

9.2 Опробование

9.2.1 Проверку работоспособности органов управления и регулировки спектрометра осуществляют при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

9.2.2 Проводят проверку идентификационных данных ПО спектрометра. Номер версии ПО проверяют следующим образом: в меню ПО спектрометра нажимают вкладку «О программе», в результате на экране отобразится номер версии ПО. Номер версии ПО должен соответствовать указанному в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	WCcd
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 2.4

9.3 Проверка метрологических характеристик

9.3.1 Проверка спектрального диапазона и выделяемого спектрального интервала

9.3.1.1 Проводят запись обзорного спектра эмиссии стандартного образца в диапазонах:

- от 177 до 420 нм для спектрометров моделей ДФС-500, ДФС-500Н, ДФС-500В, ДФС-500Д;
- от 192 до 420 нм для спектрометров моделей ДФС-500Д с дополнительным (воздушным) штативом, МФС-12.

9.3.1.2 Выводят на экран спектральный участок, соответствующий линии железа Fe:

- 178,47 нм – для спектрометров моделей ДФС-500, ДФС-500Н, ДФС-500В, ДФС-500Д;
- 192,58 нм – для спектрометров моделей ДФС-500Д с дополнительным (воздушным) штативом, МФС-12.

9.3.1.3 Убеждаются в наличии сигнала регистрируемой линии, превышающего как минимум в 3 раза уровень фона.

9.3.1.4 Вычисляют выделяемый спектральный интервал, как полуширину линии железа Fe 178,47 нм или 192,58 нм в зависимости от модели спектрометра с помощью программного обеспечения.

9.3.1.5 Выводят на экран спектральный участок, соответствующий линии железа Fe 420,2 нм и убеждаются в наличии сигнала регистрируемой линии, превышающего как минимум в 3 раза уровень фона.

9.3.1.6 Вычисляют выделяемый спектральный интервал, как полуширину линии железа Fe 420,2 нм.

9.3.1.7 Полученные значения выделяемого спектрального интервала должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

9.3.2 Проверка относительного среднего квадратического отклонения (далее - СКО) результата измерений массовой доли элементов

9.3.2.1 Проверку относительного СКО результата измерений массовой доли элементов проводят на стандартном образце с аттестованными значениями массовой доли элементов не менее 0,005 %.

9.3.2.2 Производят не менее 5 измерений¹ массовой доли для не менее 3 элементов². Рассчитывают среднее арифметическое значение массовой доли элемента по формуле

$$\bar{\omega}_i = \frac{\sum_{j=1}^n \omega_{ij}}{n}, \quad (1)$$

где ω_{ij} - j -ый результат измерений массовой доли i -го элемента, %;

n - количество измерений.

9.3.2.3 Рассчитывают относительное СКО результата измерений массовой доли элементов ($\sigma_{\bar{\omega}_i}$) по формуле

$$\sigma_{\bar{\omega}_i} = \frac{100}{\bar{\omega}_i} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (\omega_{ij} - \bar{\omega}_i)^2}{(n-1)}} \quad (2)$$

9.3.2.4 Полученные значения относительного СКО результата измерений массовой доли элементов должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

9.3.3 Проверка предела обнаружения фосфора

9.3.3.1 При необходимости перед определением предела обнаружения фосфора выполняют калибровку спектрометра в соответствии с РЭ.

9.3.3.2 Проверку предела обнаружения фосфора проводят для спектрометров с нижней границей спектрального диапазона 177 нм. Для этого используют образец с массовой долей фосфора не более 0,005 %.

9.3.3.3 Подготавливают образец и производят не менее 5 измерений массовой доли фосфора на длине волны 178,2 нм.

9.3.3.4 Рассчитывают среднее арифметическое значение массовой доли фосфора по формуле

$$\bar{\omega} = \frac{\sum_{i=1}^n \omega_i}{n}, \quad (3)$$

где ω_i - i -ый результат измерений массовой доли фосфора в стандартном образце, %;

n - количество измерений.

9.3.3.5 Рассчитывают СКО результата измерений массовой доли фосфора по формуле

$$\sigma_{\omega} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\omega_i - \bar{\omega})^2}{n-1}}. \quad (4)$$

9.3.3.6 Рассчитывают предел обнаружения фосфора по формуле

$$\omega_{\min} = 3 \cdot \sigma_{\omega}. \quad (5)$$

¹ Рекомендуется после каждого измерения монокристаллические образцы охлаждать в воде, а затем насухо вытирать ветошью.

² Конкретные элементы выбирают исходя из области применения спектрометра и наличия калибровки на эти элементы.

9.3.3.7 Полученное значение предела обнаружения фосфора должно удовлетворять требованиям таблицы 3.

9.3.4 Проверка предела обнаружения висмута

9.3.4.1 При необходимости перед определением предела обнаружения висмута выполняют калибровку спектрометра в соответствии с РЭ.

9.3.4.2 Проверку предела обнаружения висмута проводят для спектрометров с нижней границей спектрального диапазона 192 нм. Для этого используют образец с массовой долей висмута не более 0,005 %.

9.3.4.3 Подготавливают образец и производят не менее 5 измерений массовой доли висмута на длине волны 306,8 нм.

9.3.4.4 Рассчитывают среднее арифметическое значение массовой доли висмута по формуле

$$\bar{\omega} = \frac{\sum_{i=1}^n \omega_i}{n}, \quad (6)$$

где ω_i - i -ый результат измерений массовой доли висмута в стандартном образце, %;
 n - количество измерений.

9.3.4.5 Рассчитывают СКО результата измерений массовой доли висмута по формуле

$$\sigma_{\omega_i} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\omega_j - \bar{\omega}_i)^2}{n-1}}, \quad (7)$$

9.3.4.6 Рассчитывают предел обнаружения висмута по формуле

$$\omega_{\min} = 3 \cdot \sigma_{\omega}. \quad (8)$$

Полученное значение предела обнаружения висмута должно удовлетворять требованиям таблицы 3.

9.3.5 Проверка чувствительности для фосфора

9.3.5.1 Проверку чувствительности для фосфора проводят для спектрометров с нижней границей спектрального диапазона 177 нм.

9.3.5.2 Проверку чувствительности проводят путем измерений относительной интенсивности эмиссионного излучения фосфора с использованием стандартного образца с аттестованным значением массовой доли фосфора в диапазоне от 0,004 до 0,05 %.

9.3.5.3 Проводят не менее 5 измерений относительной интенсивности выходного сигнала для фосфора на длине волны 178,2 нм и рассчитывают чувствительность по формуле

$$S_p = \frac{\bar{I}_p}{A_p} \quad (9)$$

где \bar{I}_p – среднее арифметическое значение относительной интенсивности выходного сигнала фосфора на длине волны 178,2 нм, рассчитанное по формуле

$$\bar{I}_p = \frac{\sum_{i=1}^n I_{p_i}}{n} \quad (10)$$

I_{P_i} - i -ый результат измерений относительной интенсивности выходного сигнала фосфора в стандартном образце;

n - количество измерений;

A_p – аттестованное значение массовой доли фосфора в стандартном образце, %.

9.3.5.4 Полученное значение чувствительности для фосфора должно удовлетворять требованиям таблицы 3.

9.3.6 Проверка чувствительности для висмута

9.3.6.1 Проверка чувствительности для висмута проводят для спектрометров с нижней границей спектрального диапазона 192 нм .

9.3.6.2 Проверку чувствительности проводят путем измерений относительной интенсивности эмиссионного излучения висмута с использованием стандартного образца с аттестованным значением массовой доли висмута в диапазоне от 0,001 до 0,01 %.

9.3.6.3 Проводят не менее 5 измерений относительной интенсивности выходного сигнала для висмута на длине волны 306,8 нм и рассчитывают чувствительность по формуле

$$S_{Bi} = \frac{\bar{I}_{Bi}}{A_{Bi}} \quad (11)$$

где \bar{I}_{Bi} – среднее арифметическое значение относительной интенсивности выходного сигнала висмута на длине волны 306,8 нм, рассчитанное по формуле

$$\bar{I}_{Bi} = \frac{\sum_{i=1}^n I_{Bi_i}}{n} \quad (12)$$

I_{Bi_i} - i -ый результат измерений относительной интенсивности выходного сигнала висмута в стандартном образце;

n - количество измерений;

A_{Bi} – аттестованное значение массовой доли висмута в стандартном образце, %.

9.3.6.4 Полученное значение чувствительности для висмута должно удовлетворять требованиям таблицы 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значения для моделей					
	ДФС-500	ДФС-500Н	ДФС-500В	ДФС-500Д	ДФС-500Д ²⁾	МФС-12
Спектральный диапазон ¹⁾ , нм	от 177 до 420				от 192 до 420	
Выделяемый спектральный интервал, нм, не более	0,03					
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли элементов, % ³⁾	10					
Предел обнаружения фосфора, %, не более	0,001				-	
Предел обнаружения висмута,	-				0,002	

Наименование характеристики	Значения для моделей					
	ДФС-500	ДФС-500Н	ДФС-500В	ДФС-500Д	ДФС-500Д ²⁾	МФС-12
%, не более						
Чувствительность для фосфора, % ⁻¹ , не менее ⁴⁾			1			-
Чувствительность для висмута, % ⁻¹ , не менее ⁵⁾			-			8

¹⁾ По дополнительному заказу спектрометры могут быть оснащены приемником на спектральную область (589±3) нм для анализа натрия
²⁾ При использовании дополнительного (воздушного) штатива
³⁾ Значение нормировано при массовых долях элементов от 0,001 до 0,02 %
⁴⁾ Значение нормировано для фосфора на длине волны 178,2 нм с массовой долей от 0,004 до 0,05 %
⁵⁾ Значение нормировано для висмута на длине волны 306,8 нм с массовой долей от 0,001 до 0,01 %

10 Оформление результатов поверки

10.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения А настоящей методики поверки.

10.2 При положительных результатах поверки спектрометр признают пригодным к применению и выдают свидетельство о поверке согласно Приказа Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 с изменениями утвержденными Приказом Минпромторга России от 28 декабря 2018 г. №5329. Знак поверки наносится на лицевую часть спектрометра.

10.3 При отрицательных результатах поверки выдают извещение о непригодности согласно Приказа Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 с изменениями утвержденными Приказом Минпромторга России от 28 декабря 2018 г. №5329 с указанием причин. Спектрометр к применению не допускают.

Разработчик:

Зам. зав. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ»


Мигаль П.В.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(рекомендуемое)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № _____

Средство измерений: Спектрометр _____, зав.№ _____

Документ на поверку: МП 47-251-2019 «ГСИ. Спектрометры ДФС-500, ДФС-500Н, ДФС-500В, ДФС-500Д, МФС-12. 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 спектрального диапазона и выделяемого спектрального диапазона

Характеристика	Соответствует (+/-)
Спектральный диапазон	
Выделяемый спектральный интервал	

Таблица А.2 - Проверка относительного СКО результата измерений массовой доли элементов

Элемент	Результаты измерений массовой доли, %	Среднее арифметическое значение результатов измерений, %	Значение относительного СКО результата измерений массовой доли элемента, %	Предел допускаемого относительного СКО результата измерений массовой доли элементов, %
				10

Таблица А.3 – Проверка предела обнаружения

Результаты измерений массовой доли, %	Среднее арифметическое значение результатов измерений, %	СКО результатов измерений массовой доли, %	Значение предела обнаружения, %	Нормируемое значение предела обнаружения, %, не более

Таблица А.4 – Проверка чувствительности

Результаты измерений относительной интенсивности выходного сигнала	Среднее арифметическое значение относительной интенсивности выходного сигнала	Аттестованное значение массовой доли фосфора, %	Чувствительность, % ⁻¹	Допускаемое значение чувствительности, % ⁻¹ , не менее

Результат проведения поверки:

Годен / Не годен
(нужное подчеркнуть)

Выдано

Свидетельство о поверке / Извещение о непригодности
(нужное подчеркнуть)

от «_____» _____ 20__ г., № _____

Поверитель

(Ф.И.О.)

(подпись)

Организация, проводившая поверку _____