

УТВЕРЖДАЮ

Директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»



К.В. Гоголинский

30 сентября 2016 г.

СПЕКТРОМЕТРЫ ОПТИЧЕСКИЕ ЭМИССИОННЫЕ

СЕРИИ S И СЕРИИ E

**модификаций S1 MiniLab, S3 MiniLab, S4 Solaris CCD NF, S5 Solaris CCD Plus,
S7 Metal Lab Plus, S9 Atlantis, E3 Esaport, E4 Esaport Plus**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-2032-2016

Руководитель отдела
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

A handwritten signature in blue ink is written over a horizontal line.

Л.А.Конопелько

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

A handwritten signature in blue ink is written over a horizontal line.

Т.М. Эннанова

Санкт-Петербург

2016

Настоящая методика распространяется на спектрометры оптические эмиссионные серии S и серии E модификаций S1 MiniLab, S3 MiniLab, S4 Solaris CCD NF, S5 Solaris CCD Plus, S7 Metal Lab Plus, S9 Atlantis, E3 Esaport, E4 Esaport Plus, изготавливаемые «G.N.R.s.r.l.», Италия, и устанавливает методы и средства их первичной поверки (до ввода в эксплуатацию или после ремонта) и периодической поверки (в процессе эксплуатации). Интервал между поверками – 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1.

№ п. /п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения операции	
			при первичной поверке	при периодиче- ской поверке
1.	Внешний осмотр	6.1	да	да
2.	Опробование	6.2	да	да
3.	Проверка соответствия ПО	6.3	да	да
4.	Определение метрологических характеристик	6.4	да	да

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.

№ п/ п	Номер пункта МП	Наименование, тип, марка эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки.	ГОСТ, ТУ или основные технические и (или) метрологические характеристики
1	6.4	Стандартные образцы состава сталей углеродистых и легированных	ГСО 10504-2014
		Стандартные образцы состава сталей легированных	ГСО 8876-2007
		Стандартные образцы состава алюминия	ГСО 10462-2014
2	4.1.	Барометр-анероид М-110	ТУ 25.04-1799-75 (№ 3745-73 по Госреестру СИ РФ)
3	4.1.	Термогигрометр любого типа, зарегистрированный в Федеральном информационном фонде по ОЕИ	Диапазон измерений отн. Влажности от 10 до 100 %; абсл. Погрешность не более 3,0 %. Диапазон измерений температуры от +10 до +40 °С; абсл. Погрешность не более 0,5 °С

2.2. Допускается применение средств поверки, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение характеристик поверяемого спектрометра оптического эмиссионного серии S и серии E с требуемой точностью.

2.3. Все средства поверки должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке, а ГСО, - действующие паспорта.

2.4. Стандартные образцы, указанные в п. 1 таблицы 2 выбираются в зависимости от того, какая градуировка (для анализа каких металлов и сплавов) установлена на поверяемом спектрометре.

3. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ И ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.

3.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в руководстве по эксплуатации спектрометра.

3.2. К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие руководство по эксплуатации спектрометра (далее - РЭ) и методику поверки.

Для выполнения измерений при поверке допускается участие операторов или сервис-инженеров, обслуживающих спектрометр (под контролем поверителя).

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ.

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха от 15 до 25 °С;
- атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа;
- относительная влажность окружающего воздуха при температуре 25 °С от 20 до 70%;
- напряжение питания переменного тока (220^{+22}_{-33}) В
- частота переменного тока (50 ± 1) Гц;
- вибрация, тряска, механические воздействия должны отсутствовать;
- внешние электрические и магнитные поля должны отсутствовать, кроме земных;

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.

5.1. Установку и подготовку прибора к поверке, включение соединительных устройств, заземление осуществляют в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в руководстве по эксплуатации на спектрометр оптический эмиссионный серии S и серии E модификаций S1 MiniLab, S3 MiniLab, S4 Solaris CCD NF, S5 Solaris CCD Plus, S7 Metal Lab Plus, S9 Atlantis, E3 Esaport, E4 Esaport Plus (в зависимости от модификации) и руководстве пользователя ПО MetalLab32.

5.2. Включить питание спектрометра от сети переменного тока. Для модификаций спектрометра с внешним компьютером включить питание от сети переменного тока внешнего компьютера. Все процедуры по включению и подготовке спектрометра к проведению измерений проводить в соответствии с разделом «Инструкции по включению спектрометра» руководства по эксплуатации на спектрометр оптический эмиссионный серии S и серии E в зависимости от модификации.

5.3. Подготовить стандартные образцы в соответствии с инструкцией по их применению и руководством по эксплуатации на спектрометр оптический эмиссионный серии S и серии E в зависимости от модификации.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.

6.1. Внешний осмотр.

6.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено отсутствие внешних повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность спектрометра.

6.1.2. Должны быть установлены:

- а) исправность органов управления, настройки и коррекции;
- б) четкость надписей на панели спектрометра.

Прибор считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует всем перечисленным выше требованиям.

6.2. Опробование.

Опробование спектрометра заключается в его включении и загрузке программы для управления прибором.

Результаты опробования считаются удовлетворительными, если на дисплее монитора после загрузки управляющей программы не появляется сообщений об ошибках.

6.3. Подтверждение соответствия ПО.

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

После запуска программы MetalLab32 вызвать меню «Помощь». В всплывающем окне приведено идентификационное название и номер версии ПО MetalLab32. Копия примера окна идентификации приведена на рисунке 1.

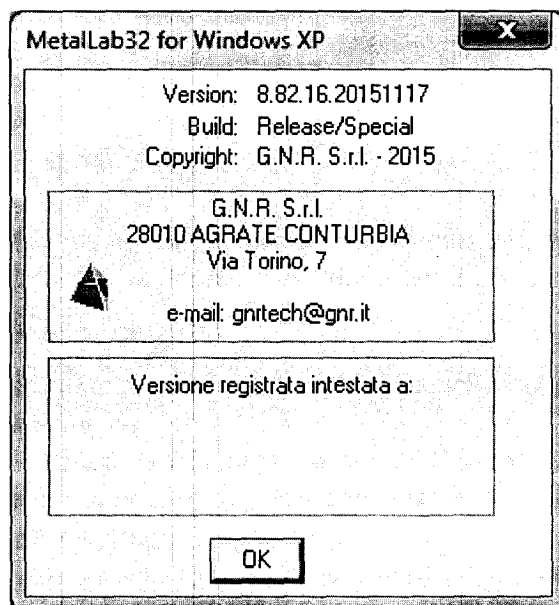


Рисунок 1. Окно с идентификационным названием и номером версии ПО MetalLab32.

6.3.2. Определение цифрового идентификатора программного обеспечения.

Проверка контрольной суммы метрологически значимой части программного обеспечения MetalLab32 осуществляется методом хеширования MD5. Для расчета контрольной суммы необходимо зайти в папку с установленным программным обеспечением (обычно это C:\Program Files\GNR), и запустить файл md5check.bat. Рассчитанное значение будет выведено на экран. Копия примера окна идентификации приведена на рисунке 2.

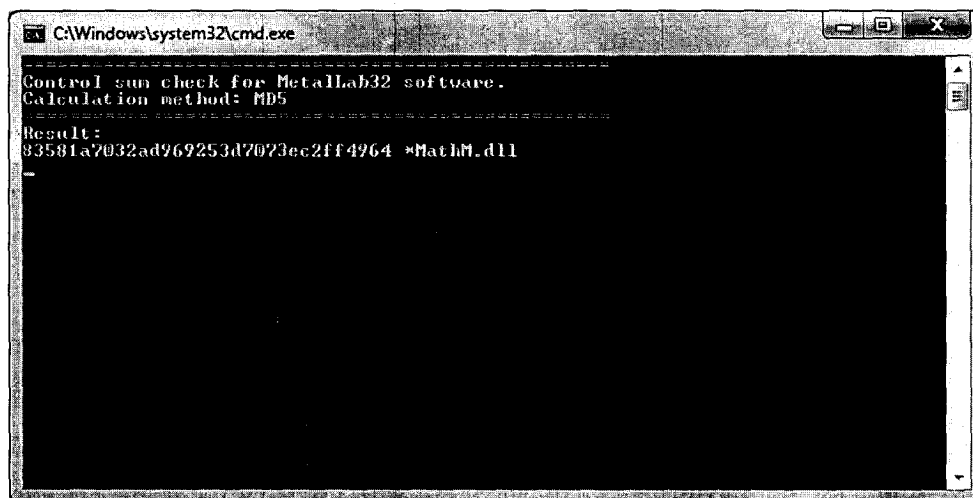


Рисунок 2. Окно с цифровым идентификатором ПО MetalLab32.

6.3.3. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п. 6.3, если полученные идентификационные данные ПО СИ (наименование, номер версии (идентификационный номер) и цифровой идентификатор) соответствуют идентификационным данным, указанным в описании типа спектрометров оптических эмиссионных серии S и серии E модификаций S1 MiniLab, S3 MiniLab, S4 Solaris CCD NF, S5 Solaris CCD Plus, S7 Metal Lab Plus, S9 Atlantis, E3 Esaport, E4 Esaport Plus и в таблице 3 настоящей методики поверки:

Таблица 3.

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	MetalLab32
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 8.82.XX.XX *
Цифровой идентификатор ПО (расчет по алгоритму MD5 для версии 8.82.16.20151117, файл MetalLab32.exe)	83581a7032ad969253d7073ec2ff4964

* версия ПО может иметь дополнительные цифровые суффиксы

6.4. Определение метрологических характеристик.

6.4.1. Проверка чувствительности спектрометра – определение значения выходного сигнала спектрометра в режиме измерения абсолютной интенсивности для спектральной линии титана 337,2 нм.

6.4.1.1. Для проведения измерений по данному пункту применяют стандартные образцы, указанные в п. 1 таблицы 2 настоящей МП либо аналогичные содержание титана в которых не более 0,015% м.д. Проверка проводится по одному из базисов в соответствии с п. 2.4 настоящей МП. Выбрать не менее одного стандартного образца, содержание в котором титана не более 0,015% м.д.

6.4.1.2. Выполнить по 5 параллельных измерений выбранных образцов, перейти на вкладку отображения результатов измерений в виде абсолютной интенсивности. Определить среднее арифметическое (по пяти измерениям) значение абсолютной интенсивности для спектральной линии титана (337,2 нм).

6.4.1.3. Спектрометр оптический эмиссионный серии S и серии E считается прошедшим поверку по п. 6.4.1, если значение абсолютной интенсивности для спектральной линии титана (337,2 нм), измеренное и вычисленное в п.6.4.1.2 не менее 50 000 абс. ед.

6.4.2. Определение относительного СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения массовых долей элементов при измерении содержания хрома в металлах и сплавах.

6.4.2.1. Для проведения измерений по данному пункту применяют стандартные образцы, указанные в п. 1 таблицы 2 настоящей МП либо аналогичные содержание хрома в которых находится диапазоне массовых долей от 1,0 % м.д. и более. Проверка проводится по одному из базисов в соответствии с п. 2.4 настоящей МП. Выбрать не менее трех стандартных образцов, содержание в которых хрома находится в следующем диапазоне массовых долей элементов: от 1,0 % м.д. и более

6.4.2.2. Выполнить по 10 параллельных измерений выбранных образцов в режиме измерения массовых долей элементов.

6.4.2.3. По результатам измерений в п. 6.4.2.2 определить относительное СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения массовых долей элементов по формуле

$$S_{Cr} = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_{Cr}^i - C_{срeдн,Cr})^2}{(n-1)}}}{C_{срeдн,Cr}} \times 100\% \quad (1)$$

где:

C_{Cr}^i – значение i -го измерения массовой хрома ;

$C_{срeдн,Cr}$ – среднеарифметическое значение массовой доли хрома по 10-ти параллельным измерениям;

n – число измерений в серии (в данном случае $n = 10$);

Примечание: Значение S_{Cr} можно определить из распечатки результатов анализа, либо считать с экрана видеомонитора.

6.4.2.4. Спектрометр оптический эмиссионный серии S и серии E считается прошедшим поверку по п. 6.4.2, если значения относительного СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения массовых долей элементов, вычисленные в п.6.4.2.3 для не менее чем трех проверяемых стандартных образцов, не превышают значений, указанных в таблице 4:

Таблица 4

- для модификаций S1 MiniLab, S3 MiniLab, S4 Solaris CCD NF, E3 Esaport, E4 Esaport Plus	2,0 %
- для модификаций S5 Solaris CCD Plus, S7 Metal Lab Plus, S9 Atlantis	1,0 %

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТА ПОВЕРКИ.

7.1. Результаты поверки считаются положительными, если спектрометр удовлетворяет требованиям настоящей методики поверки. При поверке заполняется протокол, форма которого приведена в приложении А.

7.2. Положительные результаты поверки оформляются путем выдачи свидетельства о поверке по установленной форме.

7.3. Результаты поверки считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие прибора хотя бы одному требованию настоящей методики поверки.

7.4. Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещения о непригодности с указанием причин непригодности.

7.5. Знак поверки наносится на боковую поверхность спектрометра.

Протокол поверки

спектрометра оптического эмиссионного серии S и серии E модификации _____,

зав.№ _____

Принадлежит _____ ИНН _____

Поверка проведена по документу _____

С использованием стандартных образцов _____

Условия поверки:

температура окружающей среды _____ °С,

атмосферное давление _____ кПа,

относительная влажность окружающего воздуха _____ %.

Результаты поверки.

Внешний осмотр _____

Опробование _____

Проверка соответствия ПО _____

Результаты определения метрологических характеристик:

Таблица 1.

Метрологическая характеристика	Значение метрологической характеристики	
	Требования по НД	Фактическое значение МХ
Чувствительность - значение выходного сигнала спектрометра в режиме измерения абсолютной интенсивности для спектральной линии титана (337,2 нм) при анализе _____ с содержанием титана не более 0,015% м.д., абс. ед.	не менее 50 000	
Относительное СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения массовых долей элементов при измерении содержания хрома в диапазоне массовых долей от 1,0 % м.д. и более при анализе _____, %	не более	

Поверитель _____

(подпись)

(И.О. Фамилия)