

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

Государственная система обеспечения единства измерений

Спектрометры эмиссионные
«СПАС 01»

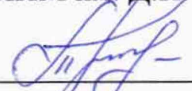
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-2314-2019

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 «СПАС 01» (далее – спектрометры), изготавливаемые ООО «ИВС», 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.

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).
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 абсолют-

	ного 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. 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 «СПАС 01».

4.2. К проведению поверки допускаются лица, изучившие руководство по эксплуатации спектрометров эмиссионных «СПАС 01», 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 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 «СПАС 01» к поверке, включение соединительных устройств, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляют в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в руководстве по эксплуатации спектрометров эмиссионных «СПАС 01» и паспорте на прибор. Перед проведением поверки спектрометр должен быть подготовлен в соответствии и разделом «Подготовка спектрометра к работе» руководства по эксплуатации спектрометров эмиссионных «СПАС 01», должны быть выполнены все операции по проверке правильности показаний спектрометра (в зависимости от используемого при проведении поверки ПО).

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 также в соответствии с рекомендациями, изложенными в руководстве по эксплуатации спектрометров эмиссионных «СПАС 01». На заточенной поверхности монолитного образца не допускаются раковины, поры, трещины, шлаковые включения, цвета побелости 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, чистота разъемов;
- надежность крепления соединительных элементов, кабелей.

7.1.2. Спектрометр эмиссионный «СПАС 01» 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 «СПАС 01» заключается в его включении в соответствии с руководством по эксплуатации и загрузке ПО PPM Pro и/или ПО Spl.

Результаты опробования считаются удовлетворительными, если на дисплее монитора, после загрузки ПО PPM Pro и/или ПО Spl не появляется сообщений об ошибках.

7.3 Подтверждение соответствия ПО

На спектрометрах эмиссионных «СПАС-01» могут быть установлены оба, либо одно из следующих ПО: PPM Pro, Spl. При проведении поверки по данному пункту методики поверки производится проверка идентификационных данных тех ПО, которые установлены на поверяемом приборе.

7.3.1. Определение идентификационных данных ПО PPM Pro.

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

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

Чтобы проверить версию ПО PPM 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 на поверяемый прибор.

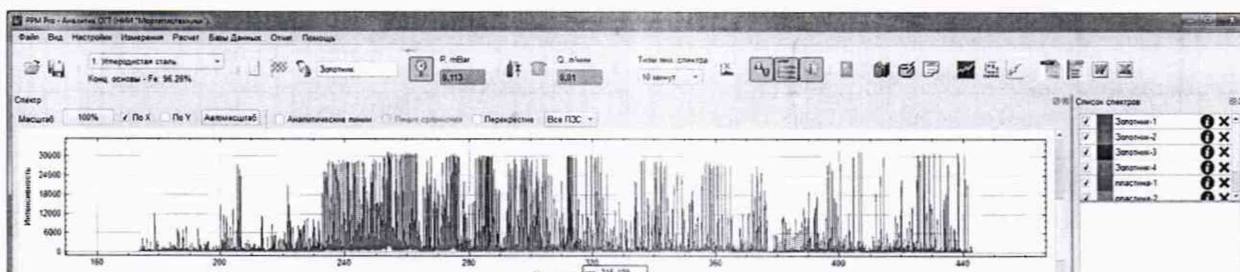


Рисунок 1. Окно с наименованием ПО PPM Pro в верхней строке главного меню.

Программное обеспечение эмиссионных спектрометров PPM Pro	
Версия программы:	3.15.0.1
Сборка	316 [Дес 27 2016 13:32:09]
Контрольная сумма метрологически значимой части	2f207db8d24e6c8ae077dd7e0c9ccb57
Прибор:	Искровой спектрометр
Заводской номер	122 16 51 00 125

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

7.3.2. Определение идентификационных данных ПО Spl.

Определение идентификационного наименования, номера версии (идентификационного номера) ПО Spl и цифрового идентификатора метрологически значимого файла splArc.exe ПО Spl.

Для проверки идентификационных данных программы необходимо открыть служебную папку программы Spl (диск "C", папка "Spark"). Затем щелкнуть правой клавишей мыши по файлу SplArc.exe и в открывшемся меню выбрать "Свойства", выбираем вкладку "Подробно". В открывшейся вкладке содержится наименование программы (рисунок 3) и полный номер ее версии (рисунок 4). В полном номере версии ПО к метрологически значимой части относятся первые пять цифр номера версии. Следующие за ними цифры, относятся к не метрологически значимой части ПО и могут принимать любые значения. Полный номер версии ПО должен соответствовать указанному в паспорте наверяемый прибор.

Проверка цифрового идентификатора программы Spl производится на компьютере, на котором установлена утилита HashTab версии не ниже 5.2.0.14, которая используется при вычислении цифрового идентификатора файла программного обеспечения Spl. Для проверки цифрового идентификатора ПО Spl необходимо открыть служебную папку программы Spl (диск "C", папка "Spark"). Затем щелкнуть правой клавишей мыши по файлу SplArc.exe и в открывшемся меню выбрать "Свойства", выбираем вкладку "Хэш-суммы файлов". Выбираем метод вычисления MD5. Полученный цифровой идентификатор должен соответствовать указанному в паспорте на поверяемый прибор (рисунок 5).

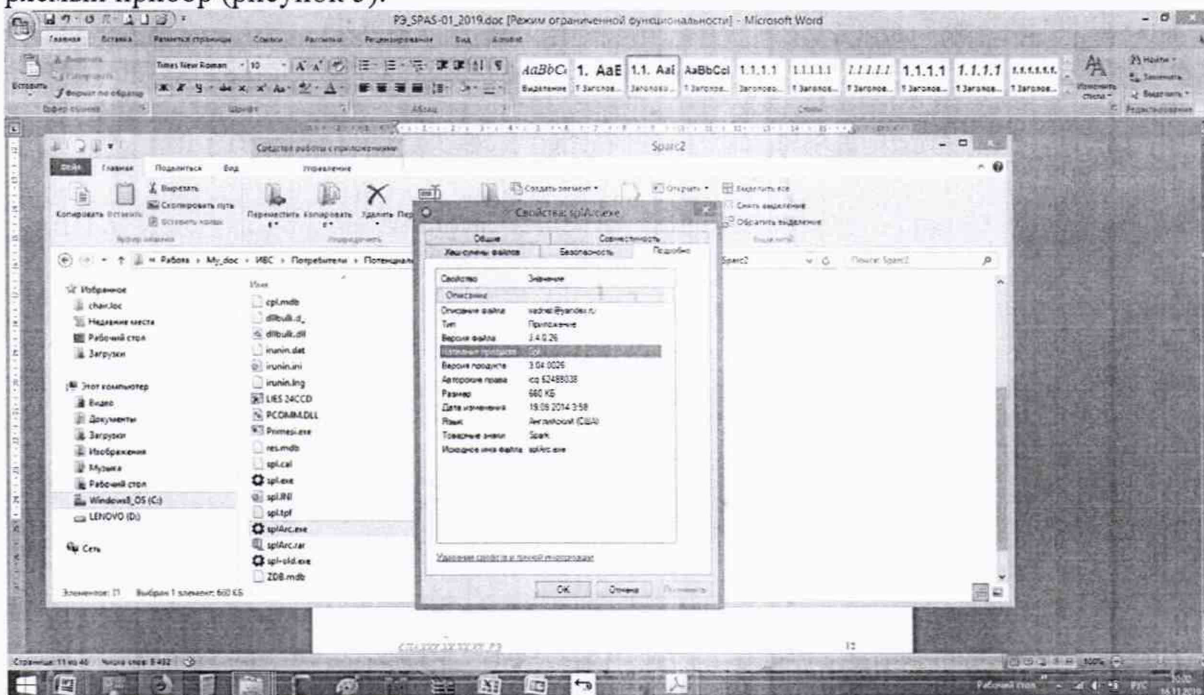


Рисунок 3. Вкладка "Подробно" с наименованием полным и номером версии ПО Spl.

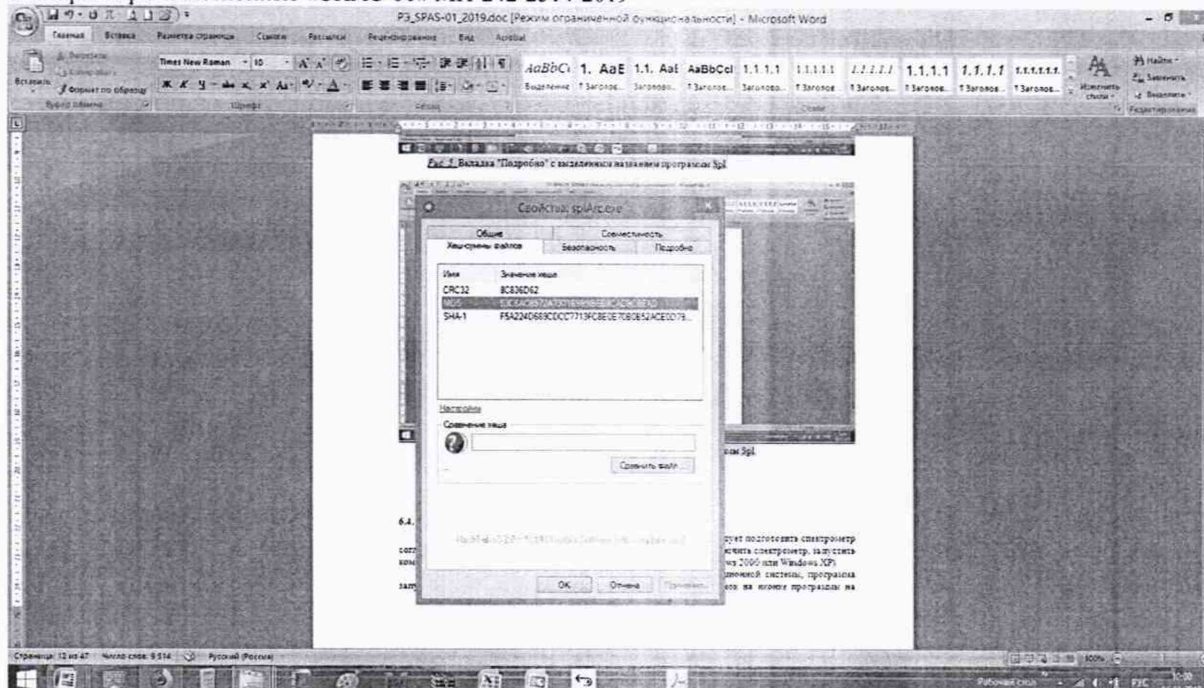


Рисунок 4. Вкладка "Хэш-суммы файлов" с выделенным цифровым идентификатором ПО Sp1 по методу MD5.

7.3.3. Спектрометр эмиссионный «СПАС-01» 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;
- версия ПО Sp1 не ниже 3.04.0026, а полная версия и цифровой идентификатор ПО Sp1 совпадают с указанными в Паспорте на поверяемый прибор.

7.4. Определение метрологических характеристик

7.4.1. Определение рабочего спектрального диапазона.


7.4.1.1. Для проведения измерений по данному пункту применяют ГСО 10504-2014, стандартные образцы состава сталей углеродистых и легированных либо ГСО 8876-2007, стандартные образцы состава сталей легированных. Выбрать один стандартный образец с содержанием хрома не менее 1,7 %.

7.4.1.2. Подготовить спектрометр согласно п. 6.1 настоящей МП и разделом «Подготовка спектрометра к работе» руководства по эксплуатации.

7.4.1.3. Определение рабочего спектрального диапазона может выполняться как в ПО Sp1, так и в ПО PPM Pro:

- при определении рабочего спектрального диапазона с использованием ПО Sp1 переключиться в соответствии с руководством по эксплуатации на аналитическую методику анализа углеродистых или легированных сталей (в зависимости от состава выбранного стандартного образца);
- при определении рабочего спектрального диапазона с использованием ПО PPM Pro переключиться в соответствии с руководством по эксплуатации на аналитическую методику анализа углеродистых или легированных сталей (в зависимости от состава выбранного стандартного образца), либо на аналитическую методику «МП_границы» (если она установлена на поверяемом приборе).

7.4.1.4. Подготовить образец стали с содержанием хрома не менее 1,7 % согласно п. 6.1 настоящей МП путем шлифовки его поверхности на шлифовальном станке, применяя шлифовальную шкурку №40 или №60. Провести серию тестовых измерений образца стали. Убедиться в том, что разряд дает качественное пятно обжига.

7.4.1.5. Произвести одно контрольное измерение образца стали. При использовании ПО Spl нажать кнопку в верхнем ряду панели управления с логотипом  для вывода на экран изображения спектра. В случае использования ПО PPM Pro нажать кнопку «Спектр» на панели кнопок управления, включив тем самым графическое отображение спектра.

7.4.1.6. Для проверки нижней границы спектрального диапазона спектрометра «СПАС-01», составляющей 200 нм, вывести в окне спектра спектральный диапазон 195 – 205 нм. При использовании ПО Spl сравнить визуально картинку спектра с приведенной на рисунке 5, а в случае применения ПО PPM Pro - с картинкой, приведенной на рисунке 6, убеждаемся в наличии контрольной линии Fe 200,038 нм

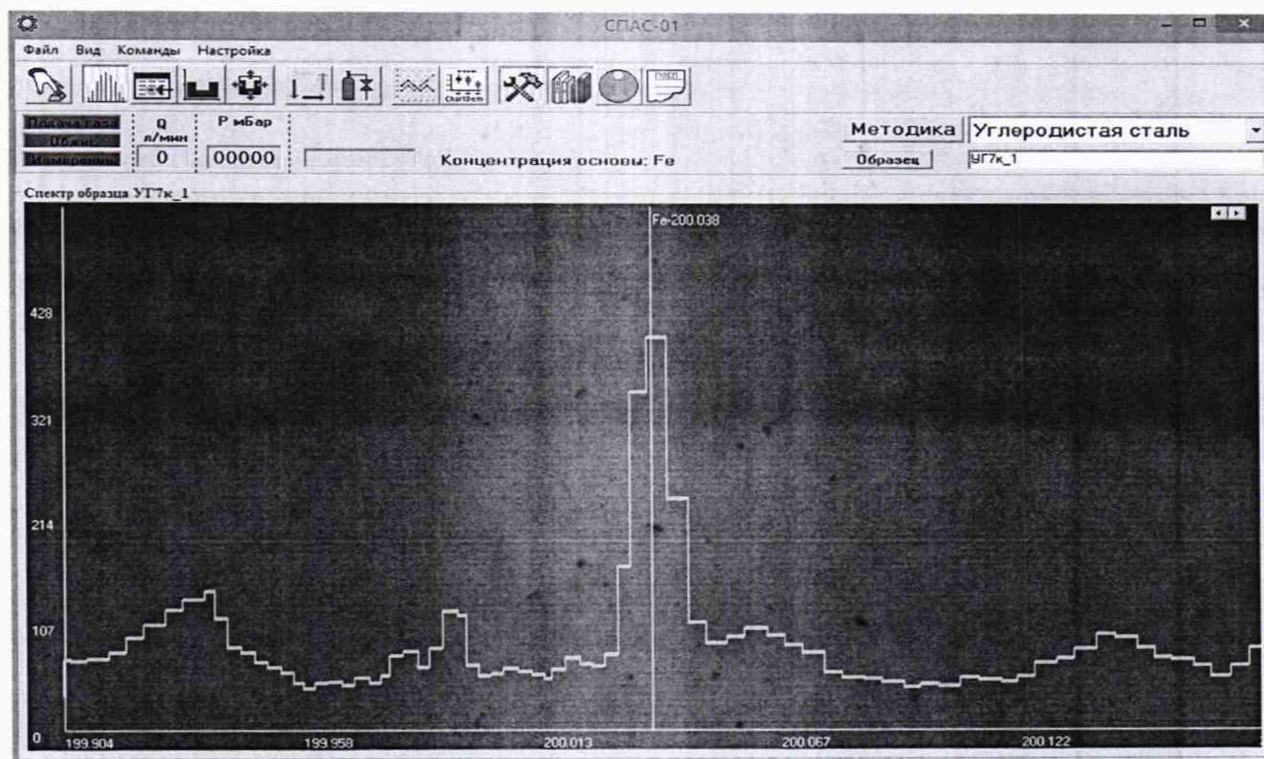


Рисунок 5. Проверка нижней границы спектрального диапазона спектрометра «СПАС-01» при использовании ПО Spl.

7.4.1.7. Для проверки верхней границы спектрального диапазона спектрометра «СПАС-01», составляющей 930 нм, следует вывести на экран спектральную область 924-932 нм. Сравнивая визуально картинку спектра на экране со стандартной распечаткой, приведенной ниже на рисунке 7 (для ПО Spl) или рисунке 8 (для ПО PPM Pro), убеждаемся в наличии контрольной линии Cr 929,044нм.

7.4.1.8. Спектрометр эмиссионный «СПАС-01» считается выдержавшим поверку по п. 7.4.1, если значение нижней границы спектрального диапазона прибора, определенное по п. 7.4.1.6, не более 200 нм, а значение верхней границы спектрального диапазона прибора, определенное по п. 7.4.1.7, не менее 930 нм.

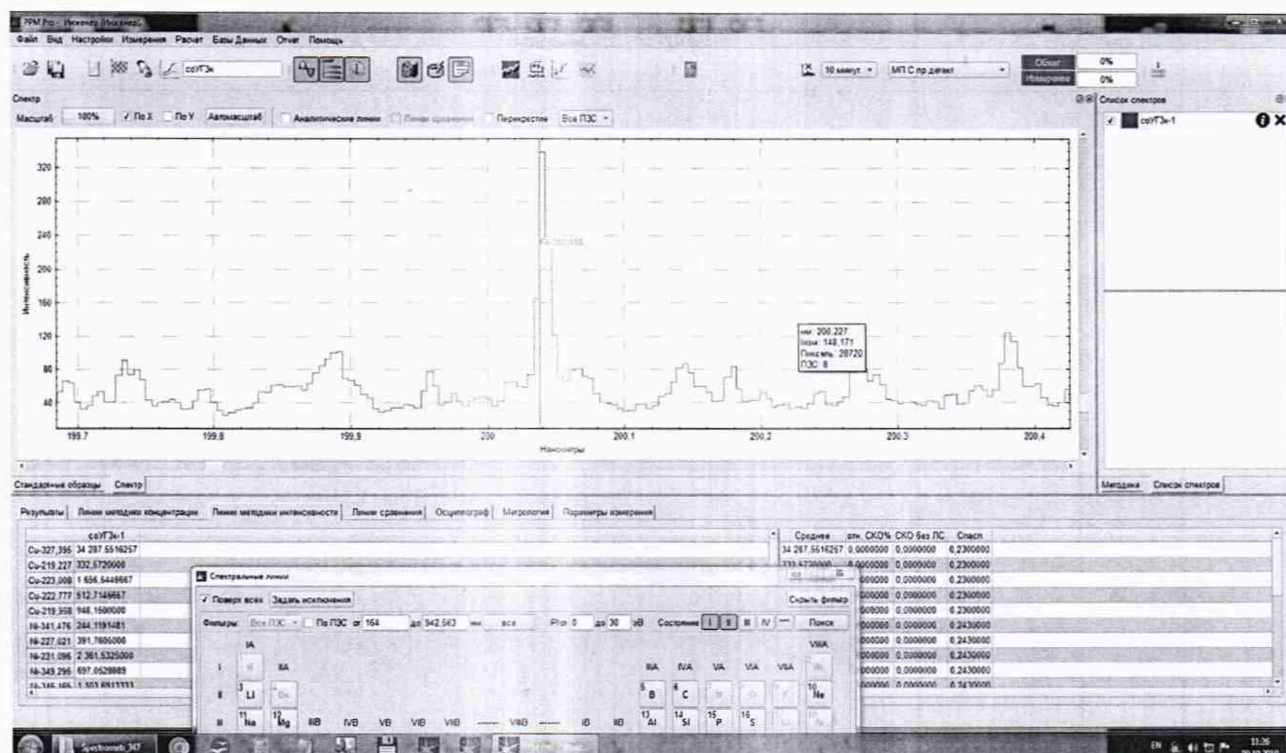


Рисунок 6. Проверка нижней границы спектрального диапазона спектрометра «СПАС-01» при использовании ПО PPM Pro.

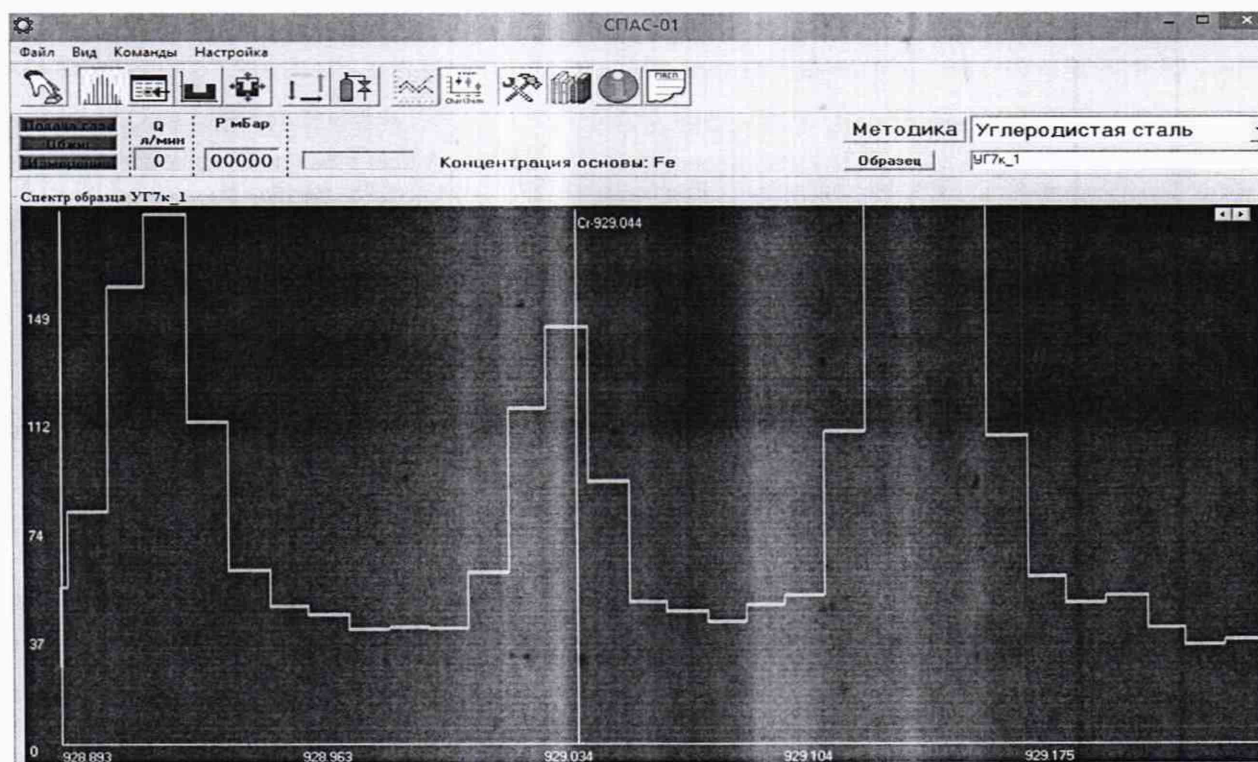


Рисунок 7. Проверка верхней границы спектрального диапазона спектрометра «СПАС-01» при использовании ПО Spl.

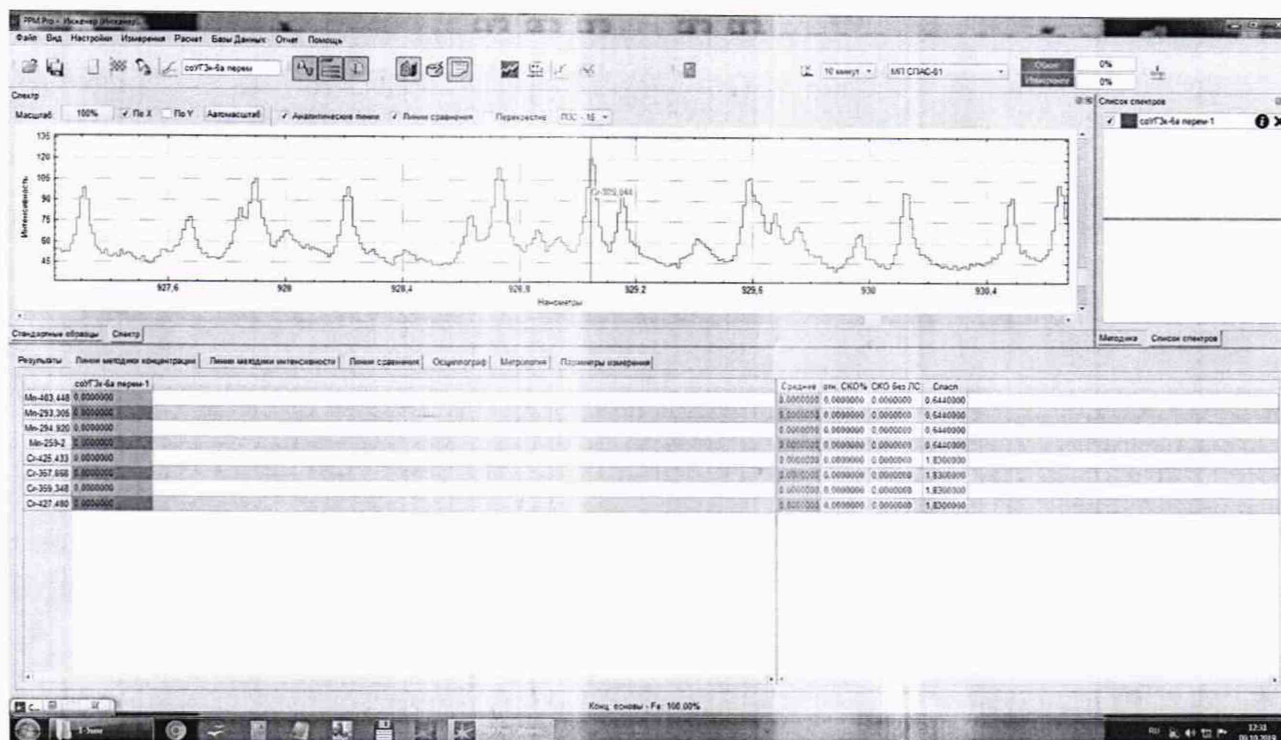


Рисунок 8. Проверка верхней границы спектрального диапазона спектрометра «СПАС-01» при использовании ПО PPM Pro.

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 комплекта СО образец с массовыми долями марганца и хрома в диапазоне от 0,01 % до 1,0 % (допускается применять от одного до двух образцов, удовлетворяющих указанным требованиям). По возможности следует выбирать образцы с наименьшим содержанием указанных элементов. Подготовить образцы стали в соответствии с п. 6.2 МП и требованиями эксплуатационной документации на спектрометр путем шлифовки их поверхности на шлифовальном станке, применяя шлифовальную шкурку №40 или №60.

7.4.2.2. Подготовить спектрометр согласно п. 6.1 настоящей МП и разделом «Подготовка спектрометра к работе» руководства по эксплуатации, если это не было сделано ранее. Определение пределов детектирования легирующих и примесных элементов при анализе сталей производится с использованием ПО PPM Pro. Провести серию тестовых измерений образца стали, если это не было сделано ранее. Убедиться в том, что разряд дает качественное пятно обжига.

7.4.2.3. Переключиться в соответствии с руководством по эксплуатации на специализированную методику «МП_СПР.детектир». Выполнить не менее 10 измерений выбранного стандартного образца в режиме измерения относительных интенсивностей аналитических линий в соответствии с РЭ на спектрометр. 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, установить в окошке «Верхняя граница» значение, равное 0,01, 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:

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

где:

- $\sigma_{\text{ф},j}$ — 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 $3 \times \sigma_{\text{ф},j}$ 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 эмиссионный «СПАС 01» считается выдержавшим поверку по п. 7.4.2, если пределы детектирования легирующих и примесных элементов (марганца, хрома) при анализе сталей, вычисленные в п. 7.4.2.4, не превышают 0,01 %.

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 выбрать из комплектов не менее двух стандартных образцов, содержание в которых марганца и хрома лежит в каждом из следующих диапазонов: от 0,10 % до 1,0 %; свыше 1,0 % до 99,90 %. Подготовить образцы стали в соответствии с п. 6.2 МП и требованиями эксплуатационной документации на спектрометр путем шлифовки их поверхности на шлифовальном станке, применяя шлифовальную шкурку №40 или №60.

7.4.3.2. Подготовить спектрометр согласно п. 6.1 настоящей МП и разделом «Подготовка спектрометра к работе» руководства по эксплуатации, если это не было сделано ранее. Определение относительных СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей может выполняться как в ПО Spl, так и в ПО PPM Pro. Провести серию тестовых измерений образца стали, если это не было сделано ранее. Убедиться в том, что разряд дает качественное пятно обжига.

7.4.3.3. При работе в ПО PPM Pro выбрать специализированную методику «МП_отн СКО по I». При работе в ПО Spl измерения выполняются в главном окне программы (в аналитической методике анализа углеродистых или легированных сталей (в зависимости от состава выбранного стандартного образца). Выполнить не менее десяти 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 образцов 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 эмиссионный «СПАС 01» считается выдержавшим поверку по п. 7.4.3, если значения относительных СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей при определении в сталях содержания марганца и хрома, вычисленные в п. 7.4.3.4, не превышают 12 %.

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.