

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель генерального директора

ФБУ «Тест-С-Петербург»


Р.В. Павлов

« 30 » 2019 г.



СПЕКТРОМЕТРЫ МФС-11

Методика поверки

436-165-2019МП

Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры МФС-11 (в дальнейшем – спектрометры), предназначенные для измерений концентраций (массовых долей) элементов в растворах и маслах, устанавливает методы их первичной поверки при выпуске из производства, 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

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1. Внешний осмотр	7.1	Да	Да
2. Проверка соответствия ПО	7.2	Да	Да
3. Опробование	7.3	Да	Да
4. Определение метрологических характеристик	7.4		
4.1 Определение относительной погрешности измерений	7.4.1	Да	Да
4.2 Определение относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений	7.4.2	Да	Да

1.2 При получении отрицательного результата при проведении какой-либо из операций поверка прекращается.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2

Номер пункта	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные характеристики средства поверки
7.4	Психрометр аспирационный М34, ТУ 25-2607.054-85, температура от -25 до +50 °С, влажность от 10 до 100 % при температуре от 5 до 40 °С
	Барометр-анероид БАММ-1, ТУ 25-04-1513-79, от 80 до 106 кПа, ПГ ±0,2 кПа
	ГСО 7272-96 (Стандартный образец состава водного раствора ионов металлов РМ-2 (железо, никель, свинец, марганец, цинк))

2.2 Допускается применение других стандартных образцов (в соответствии с градуировкой), обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.

2.3 Допускается проведение поверки на меньшем количестве элементов в соответствии с заявлением владельца СИ, с обязательным указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

3 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

3.2 Поверку спектрометров имеет право осуществить лицо, имеющее высшее образование, практический опыт работы с приборами данного класса и аттестованное в качестве поверителя.

3.3 Перед началом поверки поверитель должен ознакомиться с Руководство по эксплуатации спектрометров и программным документом «Программа WScsd. Руководство оператора».

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.2 При проведении поверки должны соблюдаться требования безопасности, изложенные:

- в требованиях техники безопасности для защиты персонала от поражения электрическим током согласно ГОСТ 12.2.007.0-75;
- в Руководстве по эксплуатации спектрометров;
- в эксплуатационных документах средств измерений, используемых при поверке.

4.3 При обслуживании спектрометров должны соблюдаться «Правила эксплуатации электроустановок», «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей», «Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденные Госэнергонадзором России.

4.4 В помещении, в котором производится работа со спектрометром, должен быть обеспечен вывод выходящего из спектрометра аргона.

4.5 Источником повышенной опасности поражения электрическим током является штатив, поэтому категорически запрещается запускать генератор, не установив пробу или стандартный образец на столик штатива.

4.6 Переустановку пробы можно производить после окончания экспозиции, убедившись в отсутствии разряда.

4.7 При работе со спектрометром следует избегать попадания излучения, даже отраженного в кожухе штатива, в глаза.

4.8 Во избежание поражения оператора электрическим током и выхода спектрометра из строя запрещается использовать для подключения спектрометра к сети розетку без контактов заземления.

5 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- относительная влажность воздуха до 80 %;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа.

6 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

Перед проведением поверки следует выполнить следующие подготовительные работы:

- а) подготовить спектрометры к работе в соответствии с требованиями Руководства по эксплуатации;
- б) подготовить к работе средства поверки в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на них;
- в) выдержать спектрометры в помещении, в котором проводится поверка, в течение не менее 6 ч;
- г) включить и прогреть спектрометры не менее 30 минут;

д) настроить спектрометр на заказанную потребителем аналитическую программу и отградуировать по стандартным образцам состава, используемого при эксплуатации, согласно «Руководству по эксплуатации».

7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.2 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено отсутствие на наружных поверхностях спектрометров повреждений и дефектов, влияющих на их работу.

7.3 Проверка соответствия ПО

7.3.1 Для проверки соответствия ПО необходимо запустить программу при помощи файла WCcd.exe, установленного на рабочем столе Windows, либо из меню «Пуск».

7.3.2 В строке меню программы выбрать «Справка», затем – «О программе».

7.3.3 На экране появится изображение с идентификационными данными

7.3.4 Проверить соответствие идентификационных данных метрологически значимой части ПО CcdMain, не имеющей версии, указанным в Описании типа

7.3.5 Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считается положительным, если идентификационное наименование и контрольная сумма соответствуют приведенным на рисунке ниже.



7.4 Опробование.

7.4.1 Подать сетевое питание на спектрометр и его составляющие части при помощи клавиш, расположенных на панели управления.

7.4.2 Результат считать положительным, если загорелась световая индикация с надписями: «Сеть».

7.5 Определение метрологических характеристик

7.5.1 Определение относительной погрешности измерений

7.5.1.1 Произвести по пять измерений массовых долей элементов для трех концентраций (по одной в каждом поддиапазоне измерений)

7.5.1.2 Вычислить среднее арифметическое значение результатов измерений по каждому элементу и каждой серии измерений по формуле (1).

$$\bar{C} = \frac{\sum_{i=1}^5 C_i}{5}, \text{ г/дм}^3 \quad (1)$$

где: C_i - результат i -того измерения в серии из 5 параллельных измерений, г/дм³.

7.5.1.3 Вычислить относительную погрешность измерений по каждому элементу и каждой серии измерений по формуле (2).

$$\delta = \frac{\bar{C} - C_n}{C_n} * 100, \% \quad (2)$$

где: C_n - действительное значение массовой доли контролируемого элемента, г/дм³.

7.5.1.4 Результаты поверки считать положительными, если относительные погрешности измерений для каждого контрольного элемента находятся в пределах, указанных в таблице 3.

Таблица 3

Диапазон концентраций элементов, г/дм ³	Пределы допускаемой относительной погрешности, %
- в водных растворах - от 0,001 до 0,005 г/дм ³ включ.;	±40
- в водных растворах – св. 0,005 до 0,04 г/дм ³ включ.	±25
- в водных растворах – св. 0,04 до 0,5 г/дм ³ включ.	±20

7.5.2 Определение относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений

7.5.2.1 По результатам выполнения п.7.5.1 вычислить относительное среднее квадратическое отклонение результатов измерений по каждому элементу и в каждой серии по формуле (3).

$$S = \frac{100}{\bar{C}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^5 (C_i - \bar{C})^2}{4}}, \% \quad (3)$$

7.5.2.2 Результаты поверки считать положительными, если относительные средние квадратические отклонения результатов измерений не превышают значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4

Диапазон концентраций элементов, г/дм ³	ОСКО, %
- в водных растворах - от 0,001 до 0,005 г/дм ³ включ.;	30
- в водных растворах – св. 0,005 до 0,04 г/дм ³ включ.	20
- в водных растворах – св. 0,04 до 0,5 г/дм ³ включ.	15

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.2 В процессе проведения поверки оформляется протокол.

8.3 Положительные результаты первичной поверки оформляются нанесением поверительного клейма в разделе «Свидетельство о приемке» Руководства по эксплуатации.

8.4 Положительные результаты периодической поверки спектрометра МФС-11 оформляется свидетельством о поверке установленной формы и нанесением знака поверки в виде наклейки на лицевую панель.

8.5 Отрицательные результаты поверки оформляют извещением о непригодности.

Ведущий инженер по метрологии отдела №436



И.Д. Баранова