

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО
ПРЕДПРИЯТИЯ «ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»)

СОГЛАСОВАНО

Директор УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Е.П. Собина

"09" марта 2022 г.



Мигаль П.В.
доверенность № 2

«ГСИ. Спектрограф кварцевый ИСП-30.
Методика поверки»
МП 118-251-2021

Екатеринбург
2022 г.

ПРЕДИСЛОВИЕ

1. РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)
2. ИСПОЛНИТЕЛЬ зам. зав. лаб 251 Вострокнутова Е.В.
3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» в 2022 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения	4
2	Нормативные ссылки	4
3	Перечень операций поверки	5
4	Требования к специалистам, осуществляющим поверку	5
5	Метрологические и технические требования к средствам поверки	5
6	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	6
7	Внешний осмотр средства измерений	6
8	Подготовка к поверке и опробование средства измерений	6
9	Требования к условиям проведения поверки	7
10	Определение метрологических характеристик средства измерений	7
11	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	7
12	Оформление результатов поверки	7

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрограф кварцевый ИСП-30 (далее – спектрограф), изготовленную ГП «ЛОМО», Россия. Спектрограф подлежит первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке. Поверка спектрографа должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость спектрографа к ГЭТ 3-2020 «Государственному первичному эталону единицы массы (килограмму)» в соответствии с приказом Росстандарта № 2818 от 29.12.2018 г. «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы».

1.3 В настоящей методике реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки спектрографа, используемого в качестве рабочего средства измерений. В результате поверки должны быть подтверждены следующие метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические требования

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой доли бора, %	от 0,00001 до 0,001
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли бора, %, в поддиапазонах измерений:	
- от 0,00001 до 0,0001 включ., %	±40
- св. 0,0001 до 0,001 включ., %	±25

2 Нормативные ссылки

2.1 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 РФ от 28.08.2020 г. № 2905 «Об утверждении порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, порядка утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений, внесения изменений в сведения о них, порядка выдачи сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, формы сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений и порядка их нанесения».

Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

Приказ Минпромторга РФ от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений».

ОИ 001.656-2008 «Цирконий и его сплавы. Спектральная атомно-эмиссионная методика измерения содержания примесей».

Приказ Росстандарта от 29.12.2018 г. № 2818 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы».

3 Перечень операций поверки

3.1 Для поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 - Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер пункта методики поверки раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1 Внешний осмотр	да	да	7
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	8
3 Определение метрологических характеристик средства измерений	да	да	10
4 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	11

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка спектрографа в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, спектрограф бракуется и выполняются операции по п. 12.3.

3.3 На основании письменного заявления владельца спектрографа, оформленного в произвольной форме, допускается проводить периодическую поверку для меньшего числа величин и на меньшем числе поддиапазонов измерений (поверка в сокращенном объеме). Данную информацию приводят в свидетельстве о поверке.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению работ по поверке спектрографа допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие РЭ спектрографа и настоящую методику поверки.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяют средства поверки, метрологические и технические характеристики которых приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Операции поверки, метрологические и технические требования к средствам поверки, перечень рекомендуемых средств поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Средства поверки, метрологические и технические требования к средствам поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 10 настоящей методики поверки	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от +15 до +28 °С. Средства измерений относительной влажности в диапазоне от 0 до 80 %	Термогигрометры электронные «CENTER» 313, рег. № 22129-09
Раздел 10 настоящей методики	Стандартные образцы состава оксида циркония с интервалом аттестованных значений массовой доли бора от $2,00 \cdot 10^{-5}$	ГСО 2376-82/2380-82 стандартный образец состава оксида циркония

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Средства поверки, метрологические и технические требования к средствам поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
поверки	до $1,01 \cdot 10^{-3}$ %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ от $0,10 \cdot 10^{-5}$ до $0,02 \cdot 10^{-3}$ %.	(комплект СОЦ-17)
Раздел 10 настоящей методики поверки	Весы аналитические I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011, погрешность взвешивания не более $\pm 0,001$ г.	Весы аналитические XS 64, НмПВ 0,01 г, НПВ 61 г, дискретность 0,1 мг, пределы допускаемой погрешности $\pm 0,5$ мг, рег. № 26022-06

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

5.3 Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида спектрографа сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений спектрографа;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- наличие обозначения и заводского номера, четкость маркировки, а также отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность спектрографа.

7.2 В случае, если при внешнем осмотре спектрографа выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с таблицей 3.

8.2 Перед проведением поверки спектрограф и готовят к работе в соответствии с РЭ.

8.3 Спектрограф должен быть отградуирован во всем проверяемом диапазоне измерений с помощью стандартных образцов с аттестованными значениями массовых долей бора (таблица 3). Градуировка проводится в соответствии с РЭ спектрографа и алгоритмам, приведенным в документе ОИ 001.656-2008 «Цирконий и его сплавы. Спектральная атомно-эмиссионная методика измерения содержания примесей».

8.4 Условия проведения поверки: температура окружающей среды и относительная влажность должны соответствовать указанным в разделе 10 настоящей методики поверки.

9 Требования к условиям проведения поверки

9.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от + 15 до +35
- относительная влажность, %, не более 75

9.2 Спектрограф должен быть установлен вдали от источников магнитных и электрических полей.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Навеску стандартного образца с аттестованным значением массовой доли бора (п. 1 таблицы 2) (далее – СО) массой $(0,020 \pm 0,001)$ г, отобранную на весах (по п. 3 таблицы 2) помещают в графитовый электрод. Электрод устанавливают в штатив спектрографа и запускают анализ. На одну фотопластину фиксируют излучение при длине волны 249,77 нм не менее трех раз для j -го СО (S_{Bij} , $i=1...n$, $n \geq 3$) и не менее трех раз фоновое излучение графитового электрода (S_{0i} , $i=1...n$, $n \geq 3$). Определяют почернение фотопластины с помощью микроденситометра MD-100 и рассчитывают разность почернения по формуле

$$\Delta S_j = \overline{S_{Bj}} - \overline{S_0}, \quad (1)$$

где $\overline{S_{Bj}}$ и $\overline{S_0}$ – средние значения соответствующих величин рассчитанные по формулам:

$$\overline{S_{Bj}} = \frac{\sum_1^n S_{Bij}}{n}, \quad (2)$$

$$\overline{S_0} = \frac{\sum_1^n S_{0i}}{n}, \quad (3)$$

10.2 По градуировочному графику, построенному в координатах $\Delta S_j - \lg \omega_{cj}$ ($\lg \omega_{cj}$ – логарифм аттестованного значения массовой доли бора в j -м СО) (допускается использование специализированного программного обеспечения MS Excel), находят результат измерения массовой доли бора в j -м СО (ω_j , %). Результаты измерений заносят в протокол.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 По данным, полученным по п. 10.1, рассчитывают относительную погрешность измерений массовой доли бора (δ_j , %) по формуле

$$\delta_j = \frac{\omega_j - \omega_{cj}}{\omega_{cj}} \cdot 100, \quad (4)$$

где ω_j – результат измерения массовой доли бора в j -м СО, %;

ω_{cj} – аттестованное значение массовой доли бора в j -м СО, %.

11.2 Полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли бора должны соответствовать требованиям таблицы 1. За диапазон измерений принимают диапазон, указанный в таблице 1, если относительная погрешность результатов измерений массовой доли бора (ω_j , %) по п. 11.1 не превышает пределов, указанных в таблице 1.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

12.2 При положительных результатах поверки спектрограф признают пригодным к применению и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о

поверке», или в соответствии с действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

12.3 Нанесение знака поверки на спектрограф не предусмотрено. Пломбирование спектрографа не предусмотрено.

12.4 При отрицательных результатах поверки спектрограф признают непригодным к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 30.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» или действующими на момент проведения поверки нормативными актами в области обеспечения единства измерений.

12.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений» или действующими на момент проведения поверки нормативными актами в области обеспечения единства измерений.

**Зам. зав. лаб. 251 УНИИМ-филиала ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**



Вострокнутова Е.В.