

**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»

М.П.

" 16 " 10

А.Н. Пронин



Государственная система обеспечения единства измерений

**Спектрометры оптико-эмиссионные  
моделей ARTUS 8, MERLIN 4**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

**МП-242-2294-2019**

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 оптико-эмиссионные модели ARTUS 8, MERLIN 4 (далее – спектрометры), изготавливаемые ARUN Technology Ltd., Соединенное Королевство Великобритании и Северной Ирландии. Спектрометры подлежат первичной поверке до ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверке в процессе эксплуатации. Интервал между поверками – 1 год.

## 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 спектрального диапазона	7.4.1	да	нет
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.

2.3. Методикой поверки предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов или на меньшем числе поддиапазонов измерений в соответствии с запросом потребителя и в зависимости от того, методики анализа каких материалов установлены на спектрометре: анализ сталей и сплавов на основе железа; анализ чугунов; анализ меди и сплавов на основе меди; анализ алюминия и сплавов на основе алюминия; анализ никеля и сплавов на основе никеля; анализ кобальта и сплавов на основе кобальта; анализ титана и сплавов на основе титана; анализ магния и сплавов на основе магния; анализ свинца и сплавов на основе свинца; анализ олова и сплавов на основе олова; иные.

2.4. Возможно проведение поверки отдельных измерительных каналов согласно МИ 2531-99 «ГСИ. Анализаторы состава веществ и материалов универсальные. Общие требования к методикам поверки в условиях эксплуатации» в соответствии с разделами «Контроль точности (погрешности, прецизионности, неопределенности)» или «Обработка результатов измерений» аттестованных методик измерений.

### **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  ГСО 8876-2007, стандартные образцы состава сталей легированных  ГСО 9975-2011, стандартные образцы состава сталей легированных	Массовые доли элементов от 0,0006 % до 2,28 %; границы абсолютной погрешности от 0,0001 % до 0,02 % (при доверительной вероятности Р=0,95)  Массовые доли элементов от 0,0023 % до 35,1 %; границы абсолютной погрешности от 0,0002 % до 0,1 % (при доверительной вероятности Р=0,95).  Массовые доли элементов от 0,0010 % до 16,9 %; границы абсолютной погрешности от 0,0004 % до 0,1 % (при доверительной вероятности Р=0,95)
2.	Термогигрометр электронный CENTER, № в Федеральном информационном фонде 22129-09	Диапазон измерений отн. влажности от 10 до 100 %; пределы допускаемой основной абсолютной погрешности $\pm 3\%$ . Диапазон измерений температуры от -20 до +60 °C; пределы допускаемой основной абсолютной погрешности $\pm 0,8\%$ .

3.2. Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик спектрометра с требуемой точностью.

3.3. В случае проведения поверки спектрометра в соответствии с п.п. 2.3 и 2.4 настоящей методики поверки вместо стандартных образцов, указанных в п. 1 таблицы 2 применяются стандартные образцы соответствующего состава, обеспечивающие определение метрологических характеристик спектрометра с требуемой точностью в соответствии с требованиями МИ 2531-99 и аттестованными методиками измерений.

3.4. 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 оптико-эмиссионных моделей ARTUS 8, MERLIN 4.

4.2. К проведению поверки допускаются лица, изучившие руководство по эксплуатации спектрометров оптико-эмиссионных моделей ARTUS 8, MERLIN 4, методику поверки МП-242-2294-2019, допущенные к выполнению поверки по данному виду измерений и прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

4.4. При проведении работ по подготовке проб следует руководствоваться правилами и нормами, регламентированными инструкциями по безопасности труда для лабораторий рентгеноспектрального анализа, действующими на предприятии.

4.5. 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, °C от +15 до +25;
  - относительная влажность при температуре +25 °C, % не более 80

## 6. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

6.1. Подготовку спектрометра оптико-эмиссионного моделей ARTUS 8, MERLIN 4 к поверке, включение соединительных устройств, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляют в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в руководстве по эксплуатации спектрометров оптико-эмиссионных моделей ARTUS 8, MERLIN 4.

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 так же в соответствии с рекомендациями, изложенными в руководстве по эксплуатации спектрометров оптико-эмиссионных моделей ARTUS 8, MERLIN 4. На заточенной поверхности монолитного образца не допускаются раковины, поры, трещины, шлаковые включения, цвета побежалости 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, чистоту разъемов;
- надежность крепления соединительных элементов, кабелей.

7.1.2. Спектрометр оптико-эмиссионный моделей ARTUS 8, MERLIN 4 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 оптико-эмиссионного моделей ARTUS 8, MERLIN 4 заключается в его включении в соответствии с руководством по эксплуатации и руководством пользователя ПО и загрузке ПО Analytical.

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

### 7.3 Подтверждение соответствия ПО

7.3.1. Определение идентификационных данных ПО Analytical.

7.3.1.1. Определение идентификационного наименования и номера версии (идентификационного номера) ПО Analytical возможно двумя способами:

1) Идентификационное наименование ПО Analytical отображается в заставке на экране монитора в процессе загрузки ПО. В главном меню окна программы в разделе Help (Помощь) нажать на подменю About (О программе), вызвав вкладку, в которой отображаются: наименование спектрометра, наименование ПО, номер версии ПО. Формат отображения версии ПО на данной вкладке следующий: VX.Y.ZZ UniLng.

Пример окна для данного способа идентификации приведен на рисунке 1.

2) В проводнике операционной системы выделить исполняемый файл AnalSpek.exe, нажав правой кнопкой мыши, и с помощью контекстного меню открыть раздел «Свойства». На вкладке «Подробно» в строке «Название продукта» отображается идентификационное наименование ПО, в строке «Версия файла» отображается номер версии ПО. Формат отображения версии ПО на данной вкладке следующий: X.Y.0.ZZ.

Пример окна для данного способа идентификации приведена на рисунке 2.

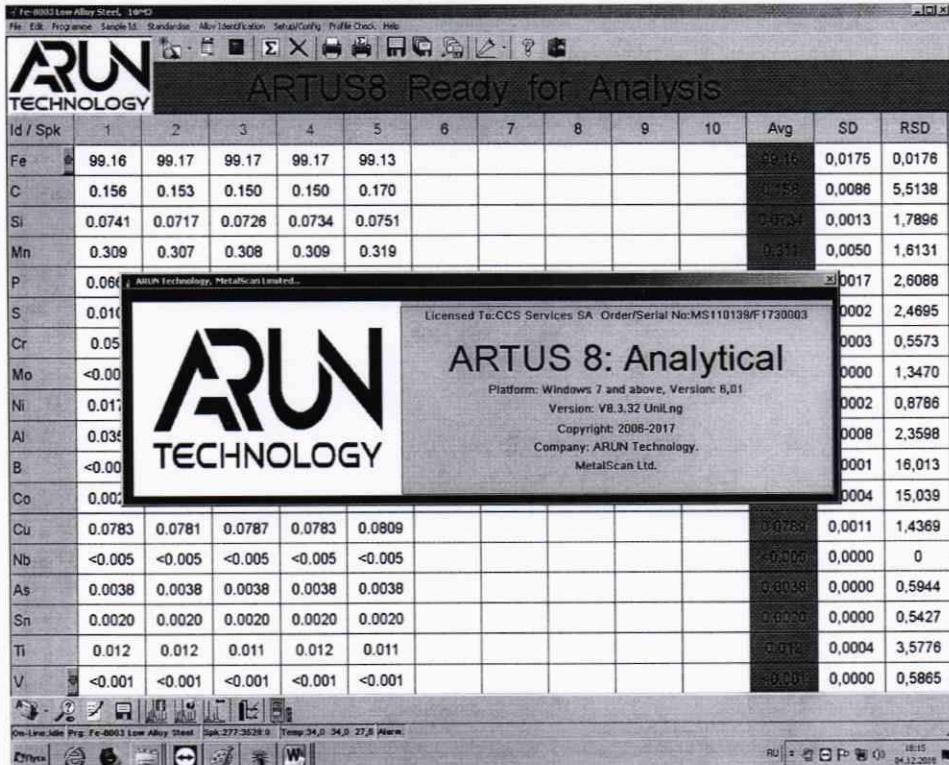


Рисунок 1. Окно с наименованием и номером версии ПО Analytical при открытии меню программы.

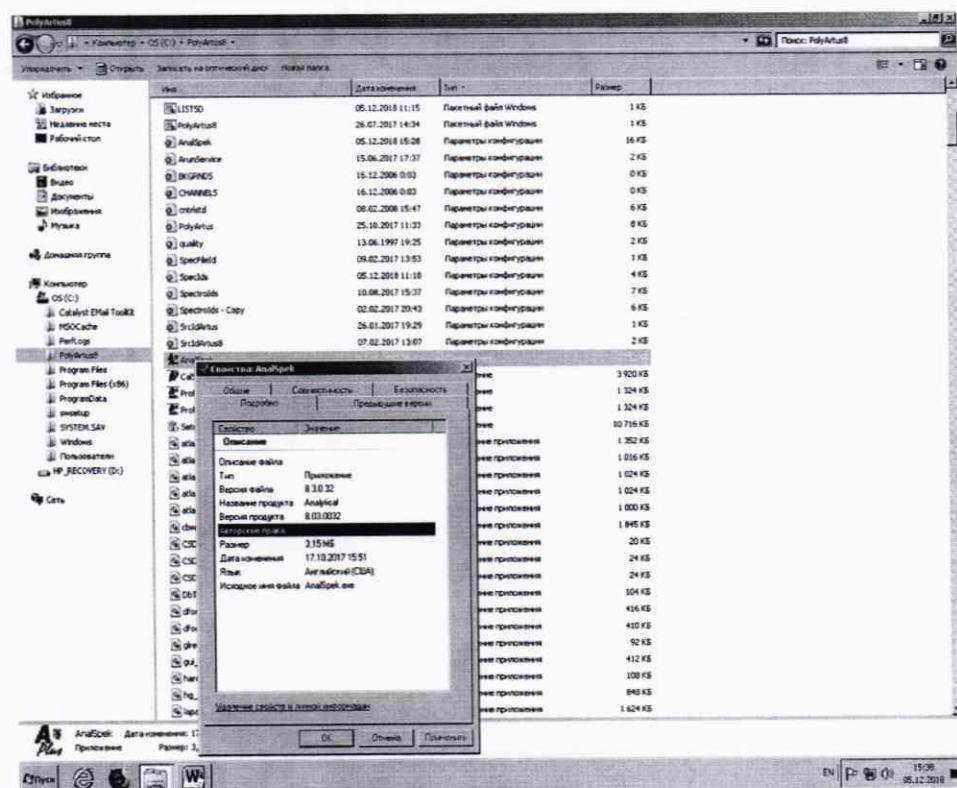


Рисунок 2. Окно с наименованием и номером версии ПО Analytical при открытии вкладки «Свойства» исполняемого файла AnalSpek.exe.

### 7.3.1.2. Определение цифрового идентификатора метрологически значимого файла AnalSpek.exe ПО Analytical.

Для вычисления цифрового идентификатора (ЦИП) метрологически значимого исполняемого файла AnalSpek.exe применяется ПО «HashTab» версии 5.0 или выше, установленное на ПК. В проводнике операционной системы выбрать исполняемый файл AnalSpek.exe и с помо-

щью контекстного меню открыть раздел «Свойства». Во вкладке «Хэш-суммы файлов» приведено значение цифрового идентификатора метрологически значимого файла AnalSpek.exe ПО Analytical, вычисленное по алгоритму MD5. Цифровой идентификатор должен соответствовать указанному в Паспорте на поверяемый прибор. Пример определения цифрового идентификатора приведен на рисунке 3.



Рисунок 3. Окно определения цифрового идентификатора метрологически значимого исполнемого файла AnalSpek.exe ПО Analytical.

7.3.2. Спектрометр оптико-эмиссионный моделей ARTUS 8, MERLIN 4 считается выдержавшим поверку по п. 7.3, если версия ПО Analytical не ниже V8.3.32 UniLng<sup>1)</sup> (1) - версия ПО может иметь дополнительные цифровые суффиксы от 0 до 99; буква V перед номером версии и буквы UniLng после номера версии (в зависимости от способа отображения) могут отсутствовать), а полная версия и цифровой идентификатор ПО Analytical совпадают с указанными в Паспорте на поверяемый прибор.

## 7.4. Определение метрологических характеристик

### 7.4.1. Определение спектрального диапазона.

7.4.1.1. Для проведения измерений по данному пункту применяют ГСО 9975-2011, стандартные образцы состава сталей легированных, или ГСО 8876-2007, стандартные образцы состава сталей легированных, или ГСО10504-2014, стандартные образцы состава сталей углеродистых и легированных. В качестве источника излучения для проверки спектрального диапазона используется искровой разряд, генерируемый между подставным электродом и стандартным образцом.

В случае поверки спектрометра, настроенного для анализа иных материалов (не сталей) в соответствии с п.п. 2.3 и 2.4 настоящей МП, применяют стандартные образцы, содержание в которых элементов, по которым контролируются границы спектрального диапазона, достаточно для четкой идентификации спектральной линии контрольного элемента.

7.4.1.2. Для проверки нижней и верхней границ спектрального диапазона следует использовать стандартный образец с достаточно большим содержанием элемента, соответствующего нижней (коротковолновой) и верхней (длинноволновой) границам спектрального диапазона поверяемого спектрометра, и, желательно, с бедным спектром других элементов в поддиапазоне  $\pm 10$  нм по отношению к анализируемой аналитической линии. Контроль спектрального диапазона проводится на следующих аналитических линиях:

- азота 149,3 нм при анализе сталей для проверки нижней границы спектрального диапазона спектрометра оптико-эмиссионного модели ARTUS 8 модификации ARTUS 8 Ultimate;

- фосфора 178,3 нм при анализе сталей для проверки нижних границ спектрального диапазона спектрометра оптико-эмиссионного модели MERLIN 4 и спектрометра оптико-эмиссионного модели ARTUS 8 модификации ARTUS 8 Standart;
- меди 510,6 нм при анализе сталей для проверки верхней границы спектрального диапазона спектрометра оптико-эмиссионного модели MERLIN 4;
- лития 670,7 нм либо натрия 589,0 нм при анализе сталей для проверки верхней границы спектрального диапазона спектрометра оптико-эмиссионного модели ARTUS 8.

7.4.1.3. Подготовить выбранный в соответствии с п.п. 7.4.1.1 и 7.4.1.2 настоящей МП стандартный образец путем шлифовки его поверхности в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на спектрометр. Запустить программное обеспечение Analytical, войти в раздел анализа спектров. Открыть таблицу контрольных линий установленной на приборе градуировочной характеристики, отражающую длины волн для контрольных линий и соответствующие им значения в пикселях. Выбрать методику анализа сталей (либо иную в зависимости от того, методика анализа каких материалов установлена на приборе). Провести одно измерение образца.

7.4.1.4. Перейти на вкладку, отражающую спектр измеренного образца.

7.4.1.4.1. Для проверки нижней границы спектрального диапазона спектрометра модели ARTUS 8 модификации ARTUS 8 Ultimate, составляющей 146 нм, вывести в окне спектра спектральный поддиапазон от 146 до 152 нм. Анализируя визуально картинку спектра на экране и столбец спектральных линий в правой части экрана убедиться в наличии контрольной линии азота 149,3 нм.

Для проверки нижней границы спектрального диапазона спектрометра модели ARTUS 8 модификации ARTUS 8 Standart, составляющей 174 нм, и спектрометра модели MERLIN 4, составляющей 175 нм, вывести в окне спектра спектральный поддиапазон от 176 до 181 нм. Анализируя визуально картинку спектра на экране и столбец спектральных линий в правой части экрана убедиться в наличии контрольной линии фосфора 178,3 нм.

7.4.1.4.2. Для проверки верхней границы спектрального диапазона спектрометра модели MERLIN 4, составляющей 521 нм, вывести в окне спектра спектральный поддиапазон от 508 до 512 нм. Анализируя визуально картинку спектра на экране и столбец спектральных линий в правой части экрана убедиться в наличии контрольной линии меди 510,6 нм.

Для проверки верхней границы спектрального диапазона спектрометра модели ARTUS 8 модификации ARTUS 8 Standart и модификации ARTUS 8 Ultimate, составляющей 680 нм, вывести в окне спектра спектральный поддиапазон от 668 до 672 нм (либо от 587 до 592 нм). Анализируя визуально картинку спектра на экране убедиться в наличии контрольной линии лития 670,7 нм (либо натрия 589,0 нм).

7.4.1.5. Спектрометр оптико-эмиссионный моделей ARTUS 8, MERLIN 4 считается выдержавшим поверку, если, значения спектральных диапазонов для соответствующих модификаций, определенные по п.п. 7.4.1.4.1 и 7.4.1.4.2, соответствуют указанным в таблице 3 настоящей МП и в Паспорте на проверяемый экземпляр спектрометра:

Таблица 3 – Спектральные диапазоны спектрометров оптико-эмиссионный моделей ARTUS 8, MERLIN 4

Модель спектрометра	Спектральный диапазон, нм
MERLIN 4	от 175 до 521
ARTUS 8	
модификации ARTUS 8 Standart	от 174 до 680
модификации ARTUS 8 Ultimate	от 146 до 680

**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. Выбрать из комплектов СО образцы, содержание в которых не менее 3-х элементов из ряда: углерод, медь, марганец, никель, кремний, – лежат в диапазоне от 0,002 % до 1,0 %. По возможности следует выбирать образцы с наименьшим содержанием указанных элементов. Подготовить образцы стали путем шлифовки поверхностей в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на спектрометр.

**7.4.2.2.** В соответствии с руководством по эксплуатации и руководством пользователя ПО выбрать методику анализа сталей низколегированных и перейти на вкладку анализа.

**7.4.2.3.** Выполнить измерения относительных интенсивностей выбранных аналитических линий для всех стандартных образцов. На миллиметровой бумаге, либо в электронном виде на ПК, построить линейные градуировочные графики в координатах  $I$ ,  $C$  (где  $I$  – среднее арифметическое значение из 5-ти результатов определения относительных интенсивностей аналитических линий – откладывается по оси ординат,  $C$  – значения массового содержания элемента в стандартном образце, указанные в свидетельстве об аттестации стандартного образца – откладывается по оси абсцисс). Продолжить градуировочный график до пересечения с осью « $I$ » и определить значение  $I_\phi$  как величину отрезка между началом координат и точкой пересечения графика с осью « $I$ ». Определить по градуировочному графику значение  $C_\phi$ , соответствующее сигналу ( $2 \times I_\phi$ ) в заданном масштабе массовых долей элементов.

**Примечание:** В соответствии с правилом подобия треугольников более простым способом определения  $C_\phi$  является следующий: продолжить градуировочный график до пересечения с осью « $C$ » и определить значение  $C_\phi$  как величину отрезка между началом координат и точкой пересечения графика с осью « $C$ » в заданном масштабе массовых долей элементов.

Выполнить не менее 8 измерений выбранных в п. 7.4.2.1 стандартных образцов в режиме измерения относительных интенсивностей. Если данные измерения (либо их часть) уже были выполнены на этапе построения градуировочных графиков, можно воспользоваться результатами этих измерений. Рассчитать относительные СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей для указанных в п. 7.4.2.1 элементов ( $j$ ) по формуле (1):

$$S_j = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_j^i - I_{\text{средн},j})^2}{(n-1)}} \times 100\% \quad (1)$$

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.

**Примечание:** Значение  $S_j$  можно определить из распечатки результатов анализа, либо считать с экрана монитора (из столбца под названием «RSD, %»).

Для указанных в п. 7.4.2.1 элементов ( $j$ ) рассчитать пределы детектирования  $C_L$  по формуле:

$$C_{L,j} = \frac{3 \times C_{\phi,j} \times S_j}{100} \quad (2)$$

$C_{\phi j}$  – значение массовой доли для  $j$  – ого элемента, которое было определено из градуировочных графиков;  
 $S_j$  – относительное СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей для  $j$  – ого элемента, которое было определено по формуле (1).

4.2.4. Спектрометр считается выдержавшим поверку, если пределы детектирования легирующих и примесных элементов при анализе сталей, вычисленные в п. 7.4.2.3, не превышают значений, указанных в таблице 4 настоящей МП:

Таблица 4 – Пределы детектирования легирующих и примесных элементов при анализе сталей спектрометров оптико-эмиссионный моделей ARTUS 8, MERLIN 4

Элемент	Спектрометры оптико-эмиссионные модели	
	MERLIN 4	ARTUS 8
C	0,010 %	0,005 %
Cu	0,005 %	0,002 %
Mn	0,005 %	0,002 %
Ni	0,010 %	0,005 %
Si	0,050 %	0,020 %

#### 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; ГСО 9975-2011, стандартные образцы состава сталей легированных. Для определения относительных СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей при анализе сталей выбрать из комплектов стандартные образцы, содержание в которых не менее чем одного элемента лежит в диапазоне от 0,002 % до 0,1 % (для спектрометров модели ARTUS 8) и в диапазоне от 0,005 % до 0,1 % (для спектрометров модели MERLIN 4); и не менее двух элементов для каждой модели лежат в каждом из ниже указанных диапазонов: свыше 0,1 % до 1,0 %; свыше 1,0 % до 50,0 %.

7.4.3.2. Выполнить не менее 5 измерений выбранных стандартных образцов в режиме измерения относительных интенсивностей.

7.4.3.3. По результатам измерений в п. 7.4.3.2 определить относительные СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей для выбранных в п. 7.4.3.1 элементов ( $j$ ) по формуле (1) в п. 7.4.2.3 настоящей МП (значения относительных СКО  $S_j$  можно определить из распечатки результатов измерений, либо считать с экрана монитора (из столбца под названием «RSD, %»)).

7.4.3.4. Спектрометр считается выдержавшим поверку, если значения относительных СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей, вычисленные в п. 7.4.3.3, для не менее чем одного элемента, содержание которого лежит в диапазоне от 0,002 % до 0,1 % (для спектрометров модели ARTUS 8) и в диапазоне от 0,005 % до 0,1 % (для спектрометров модели MERLIN 4); и не менее, чем по два элемента (для обоих моделей), содержание которых лежат в каждом из ниже указанных диапазонов: свыше 0,1 % до 1,0 %; свыше 1,0 % до 50,0 %, - не превышают значений, указанных в таблице 5 настоящей МП:

Таблица 5 – Относительные СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей при анализе сталей спектрометров оптико-эмиссионный моделей ARTUS 8, MERLIN 4

Спектрометры оптико-эмиссионные модели	Относительные СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей при анализе сталей, %
MERLIN 4	30
ARTUS 8	
- модификация ARTUS 8 Standart	30
- модификация ARTUS 8 Ultimate	25

## 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 годным, 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.