

Министерство образования и науки Российской Федерации

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«САРАТОВСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ Н.Г. ЧЕРНЫШЕВСКОГО»

Кафедра материаловедения, технологии и управления качеством

**ПОДГОТОВКА ПРОВЕДЕНИЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ
ВТОРИЧНО-ИОННОЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЙ
УСТАНОВКИ**

АВТОРЕФЕРАТ ДИПЛОМНОЙ РАБОТЫ

студента 6 курса 637 группы
специальности 220501 «Управление качеством»
факультета nano- и биомедицинских технологий
Ловейко Федора Андреевича

Научный руководитель

доцент, к.т.н.

должность, уч. степень, уч. звание

подпись, дата

А.Г. Жуков

инициалы, фамилия

Зав. кафедрой

профессор, д.ф.-м.н.

должность, уч. степень, уч.
звание

подпись, дата

С.Б. Вениг

инициалы, фамилия

Саратов, 2016

ВВЕДЕНИЕ

Проблема повышения качества продукции актуальна для любого предприятия, особенно на современном этапе, когда в повышении производства все большую роль играет такой фактор как «качество продукции», обеспечивающий ее конкурентоспособность. Проблема качества зародилась и проявилась с развитием общественного производства. На первых порах промышленной революции предметы труда создавались отдельными лицами или небольшими группами людей, которые знали запросы немногочисленных потребителей. С развитием промышленного производства и разделения труда перечень работ возрос настолько, что рабочий потерял из виду конечный продукт труда. В результате резко возросла проблема качества.

Проблема качества никогда не теряет своей актуальности, она, по существу, постоянна. Качество, сегодня воспринимается уже не как абстрактная категория, а как стратегическая задача, от успешного решения которой во многом зависит стабильность российской экономики, ее место в мировом производстве и распределении.

Одной из основных проблем, стоящих сегодня перед российскими предприятиями, является успешная адаптация к условиям рыночной экономики. Решение этой проблемы является важнейшим условием для их выживания и дальнейшего развития. Современная рыночная экономика предъявляет принципиально иные требования к качеству выпускаемой продукции. В настоящее время выживаемость любой фирмы, ее устойчивое положение на рынке товаров и услуг определяются уровнем конкурентоспособности. В свою очередь конкурентоспособность связана с двумя показателями – уровнем цены и уровнем качества продукции. Причем второй показатель постепенно выходит на первое место. Производительность труда и экономия всех видов ресурсов уступают место качеству продукции. Концепция национальной политики России в области качества продукции и

услуг справедливо подчеркивает, что главной задачей отечественной экономики в XXI веке является рост конкурентоспособности за счет роста качества. Качество - это авторитет фирмы, увеличение прибыли, рост процветания, поэтому работа по управлению качеством фирмы является важнейшим видом деятельности для всего персонала, от руководителя до конкретного исполнителя. Качество можно представить в виде пирамиды. В рамках обеспечения качества в целом не последнюю роль играет обеспечение качественных измерений величин, необходимых для описания исследуемых явлений и процессов. Зачастую стандартизованные средства измерений, предлагаемые современными производителями и, прошедшие сертификацию, не подходят для решения конкретных, узконаправленных задач. В таких случаях внедряются нестандартизованные средства измерений, разработанные в единичных экземплярах. Однако, для этого необходимо принять ряд мер, направленных на обеспечение единства и точности измерений. Речь в данной работе пойдет о метрологической аттестации нестандартизованных средств измерений. А целью работы является подготовка к проведению метрологической аттестации для вторично-ионного масс-спектрометра.

I. Структура дипломной работы

ВВЕДЕНИЕ

1 ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

- 1.2 Средство измерений
- 1.3 Классификация средств измерений
- 1.4 Метрологические характеристики средств измерений
- 1.5 Поверка и сертификация средств измерений
- 1.6 Свидетельство об утверждении типа средств измерений
- 1.7 Добровольная система сертификации средств измерения
- 1.8 Нестандартизованные средства измерений (НСИ)
- 1.9 Организация работ по метрологической аттестации
- 1.10 Порядок проведения метрологической аттестации и оформление результатов
- 1.11 Общие требования к разработке программы метрологической аттестации НСИ

2 ПРАКТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

- 2.1 Описание установки вторично-ионной масс-спектрометрии
- 2.2 Подготовка к проведению метрологической аттестации
- 2.3 Проведение измерений
- 2.4 Обработка результатов

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

II. Используемая теоретическая база

В Российской Федерации средства измерений используются для определения величин, единицы которых допущены в установленном порядке к применению в Российской Федерации и должны соответствовать условиям эксплуатации и установленным требованиям.

Решения об отнесении технического устройства к средствам измерений, внесении его в государственный реестр средств измерений, допущенных к использованию в Российской Федерации и об установлении интервалов между поверками принимает Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии.

На средство измерений утверждённого типа оформляется свидетельство (ранее - сертификат) об утверждении типа средств измерений.

Поверке подлежат только средства измерений, внесенные в государственный реестр средств измерений, допущенных к использованию в Российской Федерации. После процедуры поверки оформляется свидетельство о поверке. Остальные технические устройства подлежат калибровке. После процедуры калибровки оформляется сертификат калибровки.

Сертификация средств измерений требует оформления Свидетельства об утверждении типа средств измерений.

Сертификация средств измерений (СИ) состоит из процедур подтверждения безопасности устройства, электромагнитной совместимости и внесения типа средства измерения в соответствующий государственный реестр. Поэтому для многих видов измерительных приборов и устройств обязательным является наличие двух сертификатов соответствия:

- сертификата соответствия в системе обязательной сертификации ГОСТ Р или декларации о соответствии ГОСТ Р (декларирование в большей степени в настоящее время относится к средствам измерений);

- сертификата утверждения типа средств измерения.

Установлен порядок метрологического обеспечения эксплуатации нестандартизованных средств измерений, который распространяется также на:

ввозимые из-за границы единичными экземплярами;
единичные экземпляры серийных средств измерений, отличающиеся от условий, для которых нормированы их метрологические характеристики;
серийно выпускаемые образцы, в схему и конструкцию которых внесены изменения, влияющие на их метрологические характеристики.

Нестандартизованными могут быть как рабочие, так и образцовые средства измерений.

Задачами метрологического обеспечения НСИ являются:

1. Исследование метрологических характеристик и установление соответствия НСИ требованиям технических заданий, либо паспорту (проекту) завода изготовителя.

2. Установление рациональной номенклатуры НСИ.

3. Обеспечение НСИ средствами аттестации, поверки (НТД по поверке) при их разработке, изготовлении и эксплуатации.

4. Обеспечение постоянной пригодности НСИ к применению по назначению с нормированной для них точностью.

5. Сокращение сроков и снижение затрат на разработку, изготовление и эксплуатацию.

Основным методом исследования в данной работе является метод вторично-ионной масс-спектрометрии. Для масс-спектрометрических исследований используется установка на базе масс-спектрометра МИ-1305, снабженная дополнительным окном в камере образцов для подсветки мишени. Поскольку данная установка была разработана и собрана силами лаборатории в единичном экземпляре, она относится к категории нестандартизованных средств измерений. Этот факт свидетельствует об отсутствии нормативно-технической документации, регламентирующей работу установки, что в свою очередь усложняет подтверждение качества

проводимых измерений. В связи с этим было принято решение о проведении подготовительных работ по метрологической аттестации.

III. Измерения и обработка результатов

Перед началом проведения измерений в камеру установки были помещены образцы. Далее произведена откачка воздуха из камеры.

После получения рабочего режима установки были записаны масс-спектры эталонного образца (Рисунки 1 и 2) и неизвестного образца (Рисунки 3 и 4)

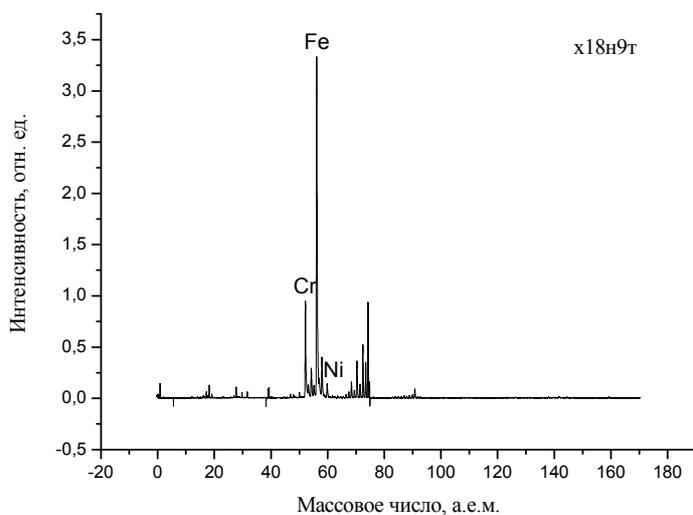


Рисунок 1 Масс-спектр эталонного образца

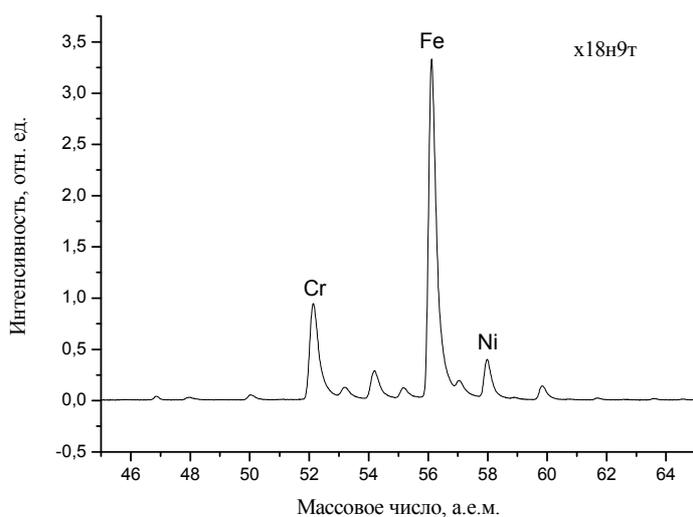


Рисунок 2 Участок масс-спектра эталонного образца

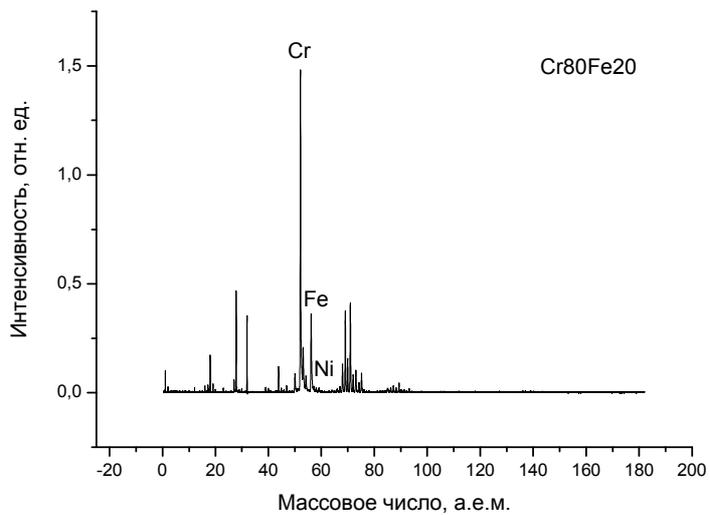


Рисунок 3 Масс-спектр неизвестного образца

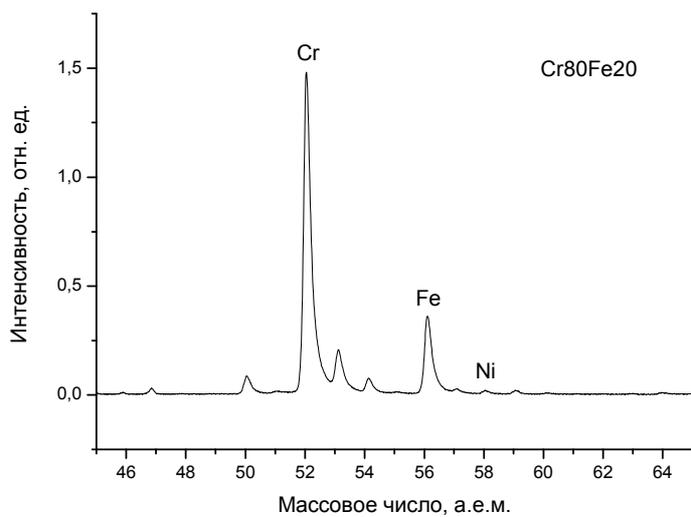


Рисунок 4 Участок масс-спектра неизвестного образца

Из полученных масс-спектров измерены интенсивности пиков основных элементов в образцах, значения которых приведены в таблице 1

Таблица 1

Элемент	Массовое число	Интенсивность, отн. ед.	
		Эталон	Образец
Cr	52	0,945	1,4825
Fe	56	3,3275	0,3575
Ni	58	0,4025	0

Концентрации основных элементов вычислялись по формуле:

$$C = \frac{J_i \sum_{i=1}^3 \frac{J_i}{K_i}}{K_i} \times 100$$

Где J_i – интенсивность, K_i – коэффициент

Результат представлен в таблице 2

Таблица 2XЭлемент	Конц., %	
	Эталон	Образец
Cr	18,01	78,27
Fe	72,99	21,73
Ni	9,01	0,00

Паспортное значение концентраций элементов в образце:

Cr=80%, Fe=20%

Сравнение измеренного и паспортного химического состава позволяет определить погрешность измерения:

80F	Cr	Изме р, %	Паспорт, %	Погр, %
	Cr	78,3	80	2,2
	Fe	21,7	20	7,9

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В рамках проведения выпускной квалификационной работы была поставлена цель – провести подготовку к метрологической аттестации вторично-ионной масс-спектрометрической установки. В ходе проведения данной работы были рассмотрены и описаны основные теоретические материалы, связанные как с измерениями в целом, так и с обеспечением их единства в частности. В том числе изучена информация, необходимая для проведения метрологической аттестации нестандартизованных средств измерений. Так же была описана методика и принцип проведения измерений на вторично-ионном масс-спектрометре. После чего были произведены непосредственно измерения двух образцов: эталонного и образца с неизвестным составом. Полученные в результате данные были обработаны и занесены в таблицы. Эти данные позволили произвести расчет погрешности измерений проводимых на данной установке. Значение погрешности говорит о том, что измерения произведены с достаточно высокой точностью. Это позволяет сделать вывод о том, что применяемая установка и методика измерений, пригодны для осуществления как качественного, так и количественного анализа химического состава веществ.