

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. Соби́на

«23» мая 2022 г.

**«ГСИ. Спектрометры оптико-эмиссионные портативные
ferro.lyte. Методика поверки»**

МП 08-251-2022

**г. 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: ст. инженер лаб. 251 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» А.С. Засухин.

3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в мае 2022 г.

СОДЕРЖАНИЕ

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

Дата введения в действие:

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры оптико-эмиссионные портативные ferro.lyte (далее – спектрометры), выпускаемые фирмой «Elementar Analysensysteme GmbH», Германия. Спектрометры подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке. Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость спектрометра обеспечивается к стандартным образцам, аттестованным путем проведения межлабораторного эксперимента, который допустим приказом Минпромторга РФ от 28.08.2020 г. № 2905, посредством применения поверенных средств измерений, прослеживаемых до соответствующих эталонов.

1.3 В настоящей методике реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки спектрометров, используемых в качестве рабочих средств измерений.

1.5 В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Спектральный диапазон, нм	от 149 до 611
Диапазон измерений массовой доли элементов, %	от 0,0005 до 50,0
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала, %, в поддиапазонах измерений:	
- от 0,0005 до 0,01 включ., %	8
- св. 0,01 до 0,1 включ., %	6
- св. 0,1 до 1,0 включ., %	4
- св. 1,0 до 50,0 включ., %	2
Чувствительность, мкВ·нм/%, не менее ¹⁾	250 000

¹⁾ Значение нормировано для Мп с массовой долей от 0,15 до 1,5 %.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

– Приказ Минтруда и Социальной защиты России от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

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

– 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»;

– ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности».

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при поверке при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
Контроль условий поверки	да	да	9.1
Опробование	да	да	9.2
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик			11
Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала	да	да	11.1
Проверка диапазона измерений массовой доли элементов	да	нет	11.2
Определение чувствительности	да	да	11.3
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

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

3.3 Допускается проводить поверку с применением стандартных образцов только с теми матрицами (железная основа, медная основа, алюминиевая основа и т.д.), для которых предполагается использовать спектрометр.

3.4 На основании письменного заявления владельца спектрометра или лица, представившего спектрометр на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проводить периодическую поверку на меньшем числе поддиапазонов измерений (поверка в сокращенном объеме) с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки. Данная информация приводится в свидетельстве о поверке (в случае его оформления) и в сведениях, направляемых в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от 15 до 25
- относительная влажность, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке спектрометра допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и руководством по эксплуатации на спектрометр.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 9 Подготовка к поверке и опробование	Средство измерений температуры окружающей среды и относительной влажности с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 4	Термогигрометр электронный «CENTER» 313, рег. № 22129-09
п. 11 Определение метрологических характеристик	Стандартный образец стали легированной типа ХН35ВТ (ЛГ59), интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0083 до 35,1 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,0003$ до $\pm 0,1$ % Стандартный образец стали углеродистой типа 10ХСНД (УГ120), интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,011 до 0,96 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,001$ до $\pm 0,01$ % Стандартные образцы состава латуни марганцово-свинцовой типа ЛЦ38Мц2С2 (комплект М173), интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,051 до 64,4 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,004$ до $\pm 0,11$ % Стандартные образец состава бронзы оловянной типа БрОФ7-0,2 (комплект М183), интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,033 до 7,96 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,0004$ до $\pm 0,18$ % Стандартный образец состава сплава алюминиевого литейного типа АК5М2 (комплект М207), интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,00030 до 7,03 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,00005$ % до $\pm 0,29$ %	ГСО 8876-2007 ГСО 10231-2013 ГСО 6365-92/6369-92 ГСО 6569-93÷6573-93 ГСО 7080-93

6.2 Стандартные образцы, применяемые для поверки, должны иметь действующий паспорт, средства измерений должны быть поверены.

6.3 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность передачи единиц массовой доли поверяемому спектрометру, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 1 и обеспечивающих наличие хотя бы одного элемента в каждом проверяемом поддиапазоне измерений.

6.4 При выборе средств поверки рекомендуется отдавать приоритет стандартным образцам с установленной прослеживаемостью к государственным первичным эталонам единиц величин.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 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.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- соответствие комплектности, указанной в описании типа;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре 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.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Контроль условий поверки

9.1.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с таблицей 3. Результаты измерений температуры окружающей среды и относительной влажности должны соответствовать условиям п. 4 настоящей методики поверки.

9.2 Опробование

9.2.1 Подготавливают поверяемый спектрометр в соответствии с РЭ, проверяют работоспособность органов управления и регулировки спектрометра.

9.3 Стандартные образцы готовят к поверке в соответствии с их паспортами.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) спектрометра.

Идентификационное наименование ПО, номер версии ПО идентифицируют при включении спектрометра, запуска ПО и дальнейшего вывода из ПО на экран монитора номера версии ПО и его идентификационного наименования. Номер версии ПО и идентификационное наименование ПО должны соответствовать данным, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	lyticOS
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.19.0.0
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала

11.1.1 Применяемыми ГСО по п. 6.1 настоящей методики поверки необходимо обеспечить наличие хотя бы одного элемента в каждом проверяемом поддиапазоне измерений.

11.1.2 Проводят не менее 5 измерений интенсивности выходного сигнала для выбранных элементов (длина волны эмиссии для выбранных элементов устанавливается автоматически при помощи программного обеспечения спектрометра).

11.1.3 Рассчитывают среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала j -го элемента $\bar{I}_j$, мкВ·нм

$$\bar{I}_j = \frac{\sum_{i=1}^n I_{ij}}{n}, \quad (1)$$

где I_{ij} – i -результат измерения интенсивности для j -го элемента, мкВ·нм;
 n – число измерений интенсивности.

Относительное среднее квадратическое отклонение (СКО) результатов измерения выходного сигнала j -го элемента σ_j , %, рассчитывают в ПО спектрометра, либо по формуле

$$\sigma_j = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_{ij} - \bar{I}_j)^2}{n-1}} \cdot \frac{100}{\bar{I}_j}. \quad (2)$$

11.2 Проверка диапазона измерений массовой элементов

11.2.1 Проверку диапазона измерений массовой доли элементов проводят одновременно с определением относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала по п. 11.1

11.3 Определение чувствительности

11.3.1 Определение чувствительности спектрометра проводят путем измерений интенсивности эмиссионного излучения Мп, массовая доля которого в ГСО составляет не менее 0,15 % и не более 1,5 %. Проводят не менее 10 измерений интенсивности выходного сигнала для Мп. Длина волны эмиссии Мп устанавливается автоматически при помощи программного обеспечения спектрометра; при наличии в отчете об измерениях нескольких длин волн эмиссии Мп выбирается та длина волны, значением которой менее 400 нм.

11.3.2 Чувствительность спектрометра S_{Mn} , мкВ·нм/%, рассчитывают по формуле

$$S_{Mn} = \frac{\bar{I}_{Mn}}{A_{Mn}}, \quad (3)$$

где $\bar{I}_{Mn}$ – среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала Мп, мкВ·нм, рассчитанное по (1);

A_{Mn} – аттестованное значение массовой доли Мп в ГСО, %.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки по п. 11.1, если полученные значения относительного СКО выходного сигнала по формуле (2) для всех выбранных элементов находятся в пределах значений относительного СКО выходного сигнала, приведенных в таблице 1.

12.2 За диапазон измерений спектрометра принимают диапазон измерений массовой доли элементов, если полученные значения относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала по п. 11.1 удовлетворяют требованиям таблицы 1.

12.3 Спектрометр считается прошедшим операцию поверки по п. 11.3, если полученное значение чувствительности соответствует данным, приведенным в таблице 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки спектрометр признают пригодным к применению.

13.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к применению.

13.4 По заявке заказчика при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке, при отрицательных – извещение о непригодности.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки.

**Ст. инженер лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»**

 **А.С. Засухин**