

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
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

13^{го} сентября 2024 г.



«ГСИ. Спектрометры оптико-эмиссионные Unique's.
Методика поверки»

МП 45-251-2024

г. Екатеринбург
2024 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 – ведущий инженер лаб. 251, Засухин А.С.
3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2024 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения.....	4
2	Нормативные ссылки.....	4
3	Перечень операций поверки средства измерений	5
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	8
8	Внешний осмотр средства измерений	8
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений	8
10	Проверка программного обеспечения средства измерений	8
11	Определение метрологических характеристик средства измерений.....	8
12	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	9
13	Оформление результатов поверки	9

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры оптико-эмиссионные Unique's (далее – спектрометры), выпускаемые фирмой «Control System Abzar Novin Co.», Иран, Исламская Республика. Спектрометры подлежат первичной и периодической поверке. Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость обеспечивается:

– к ГЭТ 176-2019 «Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах» посредством применения стандартных образцов утвержденных типов

и (или)

– к ГЭТ 3-2020 «Государственный первичный эталон единицы массы (килограмм)» посредством применения стандартных образцов утвержденных типов, метрологические характеристики которых определены методом межлабораторного эксперимента с использованием аттестованных методик измерений, предусматривающих применение поверенных весов, прослеживаемых к ГЭТ 3-2020 в соответствии с приказом Росстандарта РФ от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы».

1.3 В настоящей методике поверки реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки спектрометров, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой доли элементов, %	от 0,0001 до 99,9
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала, %, в поддиапазонах измерений:	
- от 0,0001 % до 0,01 % включ.	8
- св. 0,01 % до 0,1 % включ.	7
- св. 0,1 % до 1,0 % включ.	5
- св. 1,0 % до 10,0 % включ.	4
- св. 10,0 % до 99,9 %	2,5
Чувствительность, усл. ед./%, не менее*	2000

*Значение нормировано для интенсивности излучения марганца на длине волны $(293,9 \pm 0,5)$ нм; диапазон значений массовой доли марганца в стандартном образце – от 0,1 % до 1,7 %.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- Приказ Росстандарта Российской Федерации от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»;

- Приказ Росстандарта от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»;

- Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;
 - ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности».

3 Перечень операций поверки средства измерений

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

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций 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	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений	да	да	11
Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала	да	да	11.1
Проверка диапазона измерений массовой доли элементов	да	нет	11.2
Проверка 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, поверка спектрометра прекращается, и выполняются операции по п. 13 настоящей методики поверки.

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 в соответствии с поставленными аналитическими программами для измерений массовой доли элементов в различных металлах и сплавах («основами»).

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, % от 20 до 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке спектрометров допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие руководство по эксплуатации на спектрометр (далее – РЭ) и настоящую методику поверки.

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 применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от плюс 10 °С до плюс 30 °С с абсолютной погрешностью не более 1 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 10 % до 90 %, с абсолютной погрешностью не более 3 %	Термогигрометры электронные «CENTER» моделей 310, 311, 313, 314, 315, 316 (рег. № 22129-09)
п.11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Стандартные образцы сталей углеродистых и легированных типов 10ХСНД, 35, 15ХСНД, 45, 14Г2: интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0018 % до 1,41 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при P=0,95 от $\pm 0,0003$ % до $\pm 0,01$ %; Стандартные образцы сталей легированных типов 45Х14Н14В2М, 09Х16Н4Б, 31Х19Н9МВБТ, 20Х25Н20С2, 10Х11Н23Т3МР и сплавов на железоникелевой основе типов 12ХН35ВТ, 06ХН28МДТ (комплект ИСО ЛГ76 - ИСО ЛГ82): интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0062 % до 35,4 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при P=0,95 от $\pm 0,0005$ % до $\pm 0,1$ %; Стандартные образцы сталей типов У12А, 60С2, 05кп, 38Х2МЮА, 20Х1М1Ф1БР, 45ХН2МФА, 10ХСНД, 27ХН2МФЛ, 7ХГ2ВМФ, ХВГ: интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0019 % до 2,09 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при P=0,95 от $\pm 0,0002$ % до $\pm 0,01$ %; Стандартные образцы состава бронзы оловянной типа БрОФ7-0,2: интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0033 % до 7,96 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при P=0,95 от $\pm 0,0004$ % до $\pm 0,18$ %;	ГСО 10231-2013 (комплект ИСО УГ120 – ИСО УГ124) ГСО 10744-2016 (комплект ИСО ЛГ76 - ИСО ЛГ82) ГСО 11018-2018 (комплект ИСО УГ0л – ИСО УГ9л) ГСО 6569-93 – 6573-93 (комплект М183)

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Стандартные образцы состава бронзы оловянной типа БрО6Ц6С3: интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,032 % до 7,65 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,002$ % до $\pm 0,17$ %; Стандартный образец состава меди: интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,000088 % до 0,00405 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,000004$ % до $\pm 0,00017$ %; Стандартные образцы состава латуни марок Л70, Л68, Л63, ЛО70-1, ЛО62-1: интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,000160 % до 74,0 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,00038$ % до $\pm 0,4$ %; Стандартные образцы состава сплавов алюминиевых литейных группы I: интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,00075 % до 11,83 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,00018$ % до $\pm 0,35$ %; Стандартные образцы состава сплава алюминиевого литейного типа АК5М2: интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,00030 % до 3,57 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,00005$ % до $\pm 0,15$ %; Стандартные образцы состава сплава алюминиевого типа АМ5 (АЛ19): интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,031 % до 5,43 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,003$ % до $\pm 0,23$ %.	ГСО 6255-91 – 6259-91 (комплект М190) ГСО 11326-2019 (VSM04-2) ГСО 10742-2016 (комплект VSL3) ГСО 10662-2015 (комплект VSAC11) ГСО 7080-93 (комплект М207) ГСО 7082-93 (комплект М206)
<i>Примечание – Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, стандартные образцы утвержденного типа с действующими паспортами, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.</i>		

6.2 При выборе средств поверки в части стандартных образцов (далее – СО) рекомендуется отдавать приоритет СО с установленной метрологической прослеживаемостью к государственным первичным эталонам единиц величин того же рода.

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 № 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 РЭ;
- наличие обозначения и серийного номера, четкость маркировки, а также отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность спектрометра.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с п.6.1 настоящей методики поверки.

9.2 Перед проведением поверки спектрометр готовят к работе в соответствии с РЭ, проверяют работоспособность органов управления и регулировки спектрометра.

9.3 При включении спектрометра должны отсутствовать сообщения об ошибках.

9.4 СО 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.

10.2 Идентификационное наименование и номер версии ПО регистрируют в приветственном окне, которое появляется при запуске ПО.

10.3 Идентификационное наименование и номер версии ПО должны соответствовать данным, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО спектрометра

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	LabWise
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	V2.X.X*
Цифровой идентификатор ПО	-

*«X» не относится к метрологически значимой части ПО и принимает значение от 0 до 9

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала

11.1.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения (далее – СКО) результатов измерений выходного сигнала проводят при помощи стандартных образцов (далее – СО) по п. 6.1 настоящей методики поверки (далее – МП). Применяемыми СО необходимо обеспечить наличие хотя бы одного элемента в каждом проверяемом поддиапазоне измерений.

11.1.2 Проводят не менее 5 измерений интенсивности выходного сигнала в абсолютной форме («Raw Intensity») для выбранных элементов (для каждого элемента при помощи ПО выбирают ту длину волны эмиссии, на которой значение сигнала максимальное). Полученные результаты измерений записывают в протокол произвольной формы.

11.2 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов

11.2.1 Проверку диапазона измерений массовой доли элементов проводят одновременно с определением относительного СКО результатов измерений выходного сигнала по п. 11.1, используя полученные результаты измерений.

11.3 Проверка чувствительности

11.3.1 Проверку чувствительности спектрометров проводят путем измерений интенсивности эмиссионного излучения марганца в абсолютной форме («Raw Intensity») на длине волны $(293,9 \pm 0,5)$ нм. Для этого используют один из СО по п. 6.1 настоящей МП, массовая доля марганца в котором находится в диапазоне от 0,1 % до 1,7 %.

11.3.2 Проводят не менее 5 измерений интенсивности выходного сигнала марганца в СО. Полученные результаты измерений записывают в протокол произвольной формы.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 По результатам измерений по п. 11.1 рассчитывают среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала j -го элемента $\bar{I}_j$, усл. ед., по формуле

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

где I_{ij} – i -результат измерения интенсивности для j -го элемента в абсолютной форме, усл. ед.;

n – число измерений интенсивности.

12.2 Относительное СКО результатов измерения выходного сигнала j -го элемента σ_j , %, рассчитывают в ПО спектрометра, либо по формуле

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

12.3 Полученные значения относительного СКО результатов измерений выходного сигнала не должны превышать пределов, указанных в таблице 1.

12.4 За диапазон измерений спектрометра принимают данные по таблице 1, если значения относительного СКО результатов измерений выходного сигнала, рассчитанных по п. 12.2, не превышают пределов, указанных в таблице 1.

12.5 По результатам измерений по п. 11.3 рассчитывают чувствительность S_{Mn} , усл. ед./%, по формуле

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

где $\bar{I}_{Mn}$ – среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала марганца на длине волны $(293,9 \pm 0,5)$ нм в абсолютной форме, рассчитанное по (1), усл. ед.;

A_{Mn} – аттестованное значение массовой доли марганца в анализируемом СО, %.

12.6 Полученное значение чувствительности должно соответствовать 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 Нанесение знака поверки на спектрометры не предусмотрено. Пломбирование спектрометров не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к применению.

13.5 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещение о непригодности к применению средства измерений.

13.6 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.

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



А.С. Засухин