

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



2026 г.

«ГСИ. Спектрометры атомно-эмиссионные с вращающимся электродом Metal Power. Методика поверки»

МП 94-251-2025

г. Екатеринбург
2026 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 2026 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	5
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	6
8	Внешний осмотр средства измерений	6
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	9

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры атомно-эмиссионные с вращающимся электродом Metal Power (далее – спектрометры) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость спектрометров обеспечивается:

- к ГЭТ 176-2026 «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 поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 23.03.2026 г. № 534 «Об утверждении Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии и Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах» посредством применения стандартных образцов утвержденных типов

и

- к ГЭТ 3-2020 «Государственный первичный эталон единицы массы – килограмма» 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 поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 04.07.2022 г. № 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
Пределы обнаружения элементов (по критерию 3σ), млн^{-1} , не более	
- Al	1,0
- Ca	1,0
- Cu	1,0
- Mn	1,0
- Fe	1,0
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала ¹⁾ , %	5,0
¹⁾ Значение нормировано для элементов с массовой долей от 50 до 100 млн^{-1}	

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- Приказ Росстандарта от 23.03.2026 г. № 534 «Об утверждении Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии и Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»;

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

- Приказ Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации 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
Определение предела обнаружения	да	да	11.2
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, поверка прекращается, и выполняются операции по пп. 13.4-13.5.

3.3 На основании письменного заявления владельца спектрометра или лица, представившего спектрометр на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки для меньшего числа элементов (поверка в сокращенном объеме). В данном случае поверка выполняется не менее чем по двум элементам в соответствии с таблицей 1. Данную информацию приводят в сведениях о поверке.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды: от +15 °С до +25 °С
- относительная влажность: не более 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 (далее – РЭ) на спектрометры 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 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 средства измерений	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от плюс 15 °С до плюс 25 °С с абсолютной погрешностью не более ± 1 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 10 % до 80 %, с абсолютной погрешностью не более ± 3 %	Термогигрометры электронные «CENTER» моделей 310, 311, 313, 314, 315, 316 (рег. № 22129-09)
	Ванна ультразвуковая с номинальным значением частоты ультразвукового преобразователя в диапазоне от 30 до 40 кГц и возможностью подогрева до температуры не менее 60 °С	
	Мешалка лабораторная ротационная магнитного или верхнеприводного типа с номинальной максимальной скоростью вращения не менее 1500 об/мин	
п.11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Стандартный образец (далее – СО) содержания металлов в нефтепродуктах: аттестованное значение массовой доли металла (Al, Ca, Cu, Mn, Fe) не более 0,04 млн ⁻¹ ; границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения $\pm 4,0$ % при $P=0,95$;	ГСО 10066-2012
	СО содержания металлов в нефтепродуктах: аттестованное значение массовой доли металла (Al, Ca, Cu, Mn, Fe) от 50 до 100 млн ⁻¹ ; границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения $\pm 4,0$ % при $P=0,95$	ГСО 10066-2012

6.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого спектрометра с требуемой точностью.

6.3 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть утвержденного типа, поверены и соответствовать требованиям настоящей методики поверки. СО должны быть утвержденного типа, соответствовать требованиям настоящей методики поверки и иметь действующие паспорта.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации 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.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре спектрометра 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 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с п.6 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. Перед непосредственным проведением измерений проводят дополнительную гомогенизацию стандартных образцов с помощью мешалки ротационной или ванны ультразвуковой (температура ванны должна составлять не менее 60 °С). Общее время гомогенизации – не менее 20 минут.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) спектрометра: запускают ПО на управляющем компьютере; в основном окне ПО в строке команд выбирают пункт «Помощь»; в открывшемся меню выбирают пункт «About The Analyst» (или «Service»). В открывшемся окне считывают идентификационное наименование ПО и номер версии ПО.

Также идентификационное наименование ПО и номер версии ПО отображаются в основном окне ПО, появляющемся при запуске ПО.

Наименование и номер версии ПО спектрометра должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО спектрометра

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	The Analyst
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.X ¹⁾
Цифровой идентификатор ПО	–

¹⁾ «X» не относится к метрологически значимой части ПО и может принимать цифровые значения от 0 до 9.

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

Определение метрологических характеристик спектрометров проводят, используя следующие аналитические линии контрольных элементов:

- алюминий (Al): 257,510 нм;
- кальций (Ca): 393,370 нм;
- медь (Cu): 324,750 нм;
- железо (Fe): 275,330 нм;
- марганец (Mn): 260,568 нм.

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала

11.1.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала проводят при помощи ГСО 10066-2012 с аттестованным значением массовой доли металла (Al, Ca, Cu, Mn, Fe) от 50 до 100 млн⁻¹.

11.1.2 СО вносят в одноразовую измерительную кювету, которую затем устанавливают в искровую камеру спектрометра. Проводят не менее пяти измерений выходного сигнала (интенсивность линий в абсолютном виде) для каждого контрольного элемента, каждый раз используя свежий вращающийся электрод и новую порцию стандартного образца. Результаты измерений выходного сигнала заносят в протокол произвольной формы.

11.2 Определение предела обнаружения элементов

11.2.1 Определение предела обнаружения элементов проводят при помощи ГСО 10066-2012, аттестованное значение массовой доли металла (Al, Ca, Cu, Mn, Fe) в котором не более $0,04 \text{ млн}^{-1}$.

11.2.2 СО вносят в одноразовую измерительную кювету, которую затем устанавливают в искровую камеру спектрометра. Проводят не менее пяти измерений выходного сигнала (интенсивность линий в абсолютном виде) для каждого контрольного элемента, каждый раз используя свежий вращающийся электрод и новую порцию стандартного образца. Результаты измерений выходного сигнала заносят в протокол произвольной формы.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Используя значения, полученные в п. 11.1 настоящей методики поверки, рассчитывают относительное среднее квадратическое отклонение результатов измерений выходного сигнала для i -го контрольного элемента S_{ri} , %, по формуле

$$S_{ri} = \frac{100}{\bar{I}_i} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (I_{ij} - \bar{I}_i)^2}{n-1}}, \quad (1)$$

где n – количество измерений;

I_{ij} – j -й результат измерений выходного сигнала для i -го контрольного элемента в ГСО 10066-2012, аттестованное значение массовой доли i -го контрольного элемента в котором составляет от 50 до 100 млн^{-1} , усл. ед.;

$\bar{I}_i$ – среднеарифметическое результатов измерений выходного сигнала для i -го контрольного элемента в ГСО 10066-2012, аттестованное значение массовой доли i -го контрольного элемента в котором составляет от 50 до 100 млн^{-1} , усл. ед.

$$\bar{I}_i = \frac{\sum_{j=1}^n I_{ij}}{n}. \quad (2)$$

Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала для контрольных элементов не должны превышать значения, приведенного в таблице 1.

12.2 Используя результаты измерений, полученные в п. 11.1.2 и п. 11.2.2 настоящей методики поверки, рассчитывают значения предела обнаружения для i -го контрольного элемента PrO_i , мг/кг (млн^{-1}), по формуле (критерий 3σ)

$$\text{PrO}_i = \frac{3 \cdot S_{\Phi i} \cdot A_i}{\bar{I}_i}, \quad (3)$$

где $S_{\Phi i}$ – среднее квадратическое отклонение результатов измерений выходного сигнала для i -го контрольного элемента в ГСО 10066-2012, аттестованное значение массовой доли металла (Al, Ca, Cu, Mn, Fe) в котором не более $0,04 \text{ млн}^{-1}$, усл. ед., рассчитанное по формуле

$$S_{\Phi i} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (I_{\Phi ij} - \bar{I}_{\Phi i})^2}{n-1}}, \quad (4)$$

где n – количество измерений;

$I_{\Phi ij}$ – j -й результат измерений выходного сигнала для i -го контрольного элемента в ГСО 10066-2012, аттестованное значение массовой доли металла (Al, Ca, Cu, Mn, Fe) в котором не более $0,04 \text{ млн}^{-1}$, усл. ед.;

$\bar{I}_{\Phi i}$ – среднеарифметическое результатов измерений выходного сигнала для i -го контрольного элемента в ГСО 10066-2012, аттестованное значение массовой доли металла (Al, Ca, Cu, Mn, Fe) в котором не более $0,04 \text{ млн}^{-1}$, усл. ед.:

$$\bar{I}_{\phi i} = \frac{\sum_{j=1}^n I_{\phi ij}}{n}, \quad (5)$$

A_i – аттестованное значение массовой доли i -го контрольного элемента в ГСО 10066-2012, используемом в п 11.1.2 настоящей методики поверки, млн⁻¹;

$\bar{I}_i$ – среднеарифметическое результатов измерений выходного сигнала для i -го контрольного элемента в ГСО 10066-2012, аттестованное значение массовой доли i -го контрольного элемента в котором составляет от 50 до 100 млн⁻¹, усл. ед.

Полученные значения предела обнаружения для каждого контрольного элемента не должны превышать значений, приведенных 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 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.

13.6 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.

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



Засухин А.С.