

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
ФГУП «ВНИИМ 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

2024 г.

«ГСИ. Спектрометры оптико-эмиссионные ОА800.

Методика поверки»

МП 74-241-2024

Екатеринбург

2024

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 и.о. зав. лабораторией 241 Гольнец О.С.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в ноябре 2024 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения	4
2	Нормативные ссылки	5
3	Перечень операций поверки	6
4	Требования к условиям проведения поверки	6
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку	6
6	Метрологические и технические требования к средствам поверки	7
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	7
8	Внешний осмотр средства измерений	7
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.....	11

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры оптико-эмиссионные ОА800 (далее – спектрометры) производства Guangdong DITEE Scientific & Technical Co., Ltd, Китай, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка спектрометров должна осуществляться в соответствии с требованиями настоящей методики поверки.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость спектрометров к государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019 согласно государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.02.2021 года № 148 с внесением изменений в приложение А к государственной поверочной схеме, утвержденных приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17.05.2021 года № 761.

Настоящей методикой поверки предусмотрена поверка методом прямых измерений.

1.3 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 для модификации		
	ОА800М	ОА800Н	ОА800Р
Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала ¹⁾ , %			
Cu		5	
Mn		5	
Na		5	
Zn		5	
Чувствительность ¹⁾ , у.е./млн ⁻¹ , не менее			
Cu		$2,0 \cdot 10^5$	
Mn		$5,0 \cdot 10^4$	
Na		$7,0 \cdot 10^4$	
Zn		$1,0 \cdot 10^5$	

Наименование характеристики	Значение для модификации		
	ОА800М	ОА800Н	ОА800Р
Предел обнаружения, млн ⁻¹			
Cu		1,0	
Mn		1,0	
Na		1,0	
Zn		1,0	
Примечания к таблице:			
¹⁾ Значение нормировано для элементов с массовой долей 50 млн ⁻¹			

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

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

Приказ 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»

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

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии 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 Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17.05.2021 г. № 761 «О внесении изменения в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148»

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		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:			
- определение чувствительности;	да	да	11.1
- определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала;	да	да	11.2
- определение предела обнаружения.	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 прекращается, спектрометр бракуется.

3.3 На основании письменного заявления владельца спектрометра или лица, представившего спектрометр на поверку, допускается проведение периодической поверки для меньшего числа элементов (поверка в сокращенном объеме) с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C от +15 до +25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке спектрометра допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе со спектрометром.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в 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
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п.4. Допускаемая абсолютная погрешность измерений температуры ± 2 °С, относительной влажности $\pm 5,0$ %.	Гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Стандартный образец содержания металлов в нефтепродуктах с массовой долей элементов $0,05 \text{ млн}^{-1}$, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 4,0$ % при $P=0,95$	Стандартный образец содержания металлов в нефтепродуктах (СО СМН-ПА) ГСО 10066-2012
	Стандартный образец содержания металлов в нефтепродуктах с массовой долей элементов 50 млн^{-1} , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 4,0$ % при $P=0,95$	Стандартный образец содержания металлов в нефтепродуктах (СО СМН-ПА) ГСО 10066-2012

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

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

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- соответствие комплектности, указанной в руководстве по эксплуатации (далее – РЭ);
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре спектрометра выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Подготовка к проведению поверки

9.1.1 Провести контроль условий поверки с помощью гигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.1.2 Перед проведением поверки спектрометр подготовить к работе в соответствии с РЭ.

9.2 Опробование

9.2.1 При опробовании проверить работоспособность органов управления и регулировки спектрометра при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) спектрометра. Для однозначной идентификации ПО достаточно определения только номера версии (идентификационного номера). Номер версии ПО может быть выведен в окне ПО спектрометра при обращении к подпункту меню в ПО «About».

Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Oil Analysis System
Номер версии (идентификационный номер) ПО	v1.X ¹⁾
Цифровой идентификатор ПО	—

¹⁾ X относится к метрологически незначимой части ПО. Может принимать цифровые значения от 00 до 99 и буквенные значения от a до z.

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение чувствительности

11.1.1 Определение чувствительности провести путем измерений интенсивности эмиссионного излучения контрольных элементов (Cu, Mn, Na, Zn), массовая доля которых в стандартном образце составляет 50 мгн⁻¹.

11.1.2 При первичной поверке стандартные образцы подобрать так, чтобы обеспечить наличие каждого контрольного элемента.

11.1.3 Провести не менее десяти измерений интенсивности выходного сигнала для каждого контрольного элемента (длина волны эмиссии устанавливается автоматически при помощи ПО спектрометра). Для отображения результатов измерений в абсолютных единицах необходимо выбрать пункт «intensity» в разделе «show type» ПО спектрометра.

11.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

11.2.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала провести одновременно с определением чувствительности по п.11.1. При периодической поверке также допускается проведение измерений для любых двух контрольных элементов.

11.3 Определение предела обнаружения

11.3.1 Определение предела обнаружения провести путем измерений интенсивности эмиссионного излучения контрольных элементов (Cu, Mn, Na, Zn), массовая доля которых в стандартном образце составляет не более 0,05 млн⁻¹. При первичной поверке стандартные образцы подобрать так, чтобы обеспечить наличие каждого контрольного элемента.

11.3.2 Провести не менее десяти измерений интенсивности выходного сигнала для каждого контрольного элемента в нулевой матрице стандартного образца (длина волны эмиссии устанавливается автоматически при помощи программного обеспечения спектрометра).

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Для результатов измерений, полученных по 11.1, рассчитать среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала i -ого элемента (I_i , у.е.) и чувствительность i -ого элемента (N_i , у.е./млн⁻¹) по формулам

$$I_i = \frac{\sum_{j=1}^n I_{ij}}{n}, \quad (1)$$

$$N_i = \frac{I_i}{A_i} \quad (2)$$

где I_{ij} – j -ый результат измерений интенсивности выходного сигнала для i -ого элемента в ГСО, у.е.;

A_i – аттестованное значение массовой доли i -ого элемента в стандартном образце, млн⁻¹;

n – количество измерений.

Полученные значения чувствительности должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 1.

12.2 Для результатов измерений, полученных по 11.2, рассчитать относительное среднее квадратическое отклонение результатов измерений выходного сигнала i -ого элемента (σ_i , %) по формуле:

$$\sigma_i = \frac{100}{I_i} \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (I_{ij} - I_i)^2}{n-1}} \quad (3)$$

где I_{ij} – j -ый результат измерений интенсивности выходного сигнала для i -ого элемента в стандартном образце, у.е.;

I_i – среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала i -ого элемента, рассчитанное по формуле 1, у.е.

Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала не должны превышать пределов, приведенных в таблице 1.

12.3 Для результатов измерений, полученных по 11.3, рассчитать среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала i -ого элемента в нулевой матрице (I_{0i} , у.е.), среднее квадратическое отклонение результатов измерений выходного сигнала i -ого элемента в нулевой матрице стандартного образца (S_{0i} , у.е.) и предел обнаружения i -ого элемента (C_{0i} , млн⁻¹) по формулам

$$I_{0i} = \frac{\sum_{j=1}^n I_{0ij}}{n}, \quad (4)$$

$$S_{0i} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (I_{0ij} - I_{0i})^2}{n-1}} \quad (5)$$

$$C_{0i} = \frac{3 \cdot S_{0i}}{N_i} \quad (6)$$

где I_{0ij} – j -ый результат измерений интенсивности выходного сигнала для i -ого элемента в нулевой матрице ГСО, у.е.;

N_i – чувствительность, рассчитанная по формуле 2, у.е./млн⁻¹;

n – количество измерений.

Полученные значения предела обнаружения не должны превышать пределов, приведенных в таблице 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки спектрометр признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки и пломбирование спектрометра не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к дальнейшей эксплуатации.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки.

13.6 По заявлению владельца спектрометра или лица, представившего спектрометр на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510, при отрицательных – извещение о непригодности к применению спектрометра.

И.о.зав. лаб. 241 УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



О.С. Голынец