

**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. Собина

2025 г.

«ГСИ. Спектрометры оптико-эмиссионные OEL. Методика поверки»

МП 11-223-2024

**Екатеринбург
2025**

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 ИСПОЛНИТЕЛИ: заведующий лабораторией 223 Собина А.В., ведущий инженер лаборатории 223 Ким Н.А.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» 28.01.2025 г.

СОДЕРЖАНИЕ

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

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры оптико-эмиссионные OEL, изготавливаемые WEIBO INSTRUMENT CO., LTD JIANGSU, Китай, в следующих модификациях: OEL-300, OEL-400 (далее – спектрометры OEL) и предназначенные для измерений массовой доли элементов в металлах и сплавах. Спектрометры OEL подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке. Поверка спектрометров OEL должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки спектрометров OEL обеспечивается прослеживаемость средства измерений 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 в соответствии с приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах» и приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 761 от 17.05.2021 «О внесении изменений 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» посредством стандартных образцов утвержденных типов и (или)

- Государственному первичному эталону единиц массы - килограмму ГЭТ 3-2020 посредством стандартных образцов утвержденных типов, аттестованные значения которых установлены методом межлабораторного эксперимента с использованием аттестованных методик измерений, предусматривающих применение поверенных весов, прослеживаемых к ГЭТ 3-2020 в соответствии с приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 1622 от 04.07.2022 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы».

1.3 В настоящей методике реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 Методикой поверки предусмотрена возможность проведения периодической поверки спектрометров OEL в сокращенном объеме (на меньшем числе поддиапазонов измерений).

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

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

Таблица 1 – Метрологические характеристики спектрометров OEL

| Наименование характеристики | Значение для модификации | |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------|------------------|
| | OEL-300 | OEL-400 |
| Диапазон измерений массовой доли элементов, % | от 0,001 до 100 | от 0,0005 до 100 |
| Предел допускаемого относительного среднего квадратичного отклонения (СКО) выходного сигнала, %, в поддиапазонах измерений: | | |
| - от 0,0005 % до 0,05 % включ. | - | 25 |
| - от 0,001 % до 0,05 % включ. | 25 | - |
| - св. 0,05 % до 5,0 % включ. | 15 | 15 |
| - св. 5,0 % до 50 % включ. | 7,0 | 7,0 |
| - св. 50 % до 100 % включ. | 5,0 | 5,0 |
| Чувствительность ¹⁾ , усл.ед./%, не менее | | |
| - сталь | 150 | 500 |
| - латунь | 1500 | 5000 |

¹⁾ Значения нормированы для марганца на длине волны 293,3 нм в стандартных образцах состава сплавов на основе железа и сплавов на основе меди с массовой долей марганца от 0,1 % до 1,5 %

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике использованы ссылки на следующие нормативные документы и нормативные правовые акты:

ГОСТ 12.2.007.0-75 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021 «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 № 761 от 17.05.2021 «О внесении изменений 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»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 1622 от 04.07.2022 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»

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

Приказ Минпромторга России от 31 июля 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»

П р и м е ч а н и е – При пользовании настоящим документом целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим документом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылоч-

ный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Перечень операций поверки

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

Т а б л и ц а 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 средства измерений | да | да | 8 |
| Подготовка к поверке и опробование средства измерений | да | да | 9 |
| Проверка программного обеспечения средства измерений | да | да | 10 |
| Определение метрологических характеристик средства измерений: | да | да | 11 |
| - определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) 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, указанных в таблице 2, поверка прекращается, поверяемый спектрометр OEL бракуется, и выполняются операции по п. 13 настоящей методики поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки спектрометров OEL должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C от +18 до +35;
- относительная влажность воздуха (без конденсации), % от 20 до 80.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К поверке спектрометров OEL допускаются специалисты, имеющие высшее или среднее специальное образование с профессиональной подготовкой и опытом, прошедшие специальное обучение и аттестованные в качестве поверителя средств измерений физико-химического состава и свойств веществ и изучившие РЭ спектрометров OEL.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки спектрометров OEL применяют средства поверки, указанные в таблице 3.

Т а б л и ц а 3 – Метрологические требования к средствам 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 средства измерений | Средство измерений температуры и относительной влажности окружающего воздуха с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 4, ПГ $\pm 0,3$ °С и ПГ ± 2 % соответственно | Термогигрометр ИВА-6А-КП-Д, регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 46434-11 |
| Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений | Матричные стандартные образцы состава с интервалом допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0005 % до 0,05 %, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 12,5$ % (P=0,95) | ГСО 10756-2016 (комплект ИСО ЛГ70-ИСО ЛГ75) ГСО 10504-2014 (СО с индексом ИСО УГ0к) ГСО 6319-92/6323-92 (СО с индексом 1715) ГСО 12081-2022/12087-2022 (набор VSAC4.2) ГСО 12301-2023/ГСО 12307-2023 (набор VST2) |
| | Матричные стандартные образцы состава с интервалом допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов от 0,05 % до 5,0 %, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 7,5$ % (P=0,95) | ГСО 10756-2016 (комплект ИСО ЛГ70-ИСО ЛГ75) ГСО 10504-2014 (СО с индексом ИСО УГ0к) ГСО 6319-92/6323-92 (комплект M171) ГСО 12081-2022/12087-2022 (набор VSAC4.2) ГСО 12301-2023/ГСО 12307-2023 (набор VST2) |
| | Матричные стандартные образцы состава с интервалом допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов от 5,0 % до 50 %, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 3,5$ % (P=0,95) | ГСО 6319-92/6323-92 (комплект M171) ГСО 10756-2016 (комплект ИСО ЛГ70-ИСО ЛГ75) ГСО 12081-2022/12087-2022 (СО с индексами VSAC4.2-3, VSAC4.2-4, VSAC4.2-5, VSAC4.2-2) |
| | Матричные стандартные образцы состава с интервалом допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов от 50 % до 100 %, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 2,5$ % (P=0,95) | ГСО 6319-92/6323-92 (комплект M171) |

6.2 Стандартные образцы (СО) и средства измерений (СИ), применяемые для поверки спектрометров OEL, должны быть утвержденного типа, СИ на момент использования должны быть поверены (сведения о результатах поверки должны быть включены в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений), СО должны иметь действующие паспорта.

6.3 Допускается использовать при поверке другие СО утвержденного типа, а также утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, поверенные средства измерений утвержденного типа, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

При выборе средств поверки в части СО состава рекомендуется отдавать приоритет СО с установленной метрологической прослеживаемостью к Государственным первичным эталонам единиц величин того же рода, а также удовлетворяющие п. 1.2 настоящей методики поверки.

6.4 Допускается проводить поверку с применением СО состава только с теми матрицами (железная основа, медная основа, алюминиевая основа и т.д.), для которых предполагается использовать поверяемый спектрометр OEL в соответствии с поставленными модулями программного обеспечения.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки спектрометров OEL должны быть соблюдены требования приказа Минтруда РФ от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.1.007.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре поверяемого спектрометра OEL должно быть установлено:

- соответствие внешнего вида сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых механических повреждений;
- соответствие комплектности сведениям, приведенным в РЭ и описании типа;
- наличие маркировки и четких надписей на ней;
- наличие на маркировке четкого обозначения серийного номера и модификации,

обеспечивающих идентификацию каждого экземпляра средства измерений (СИ) и возможность их прочтения в процессе эксплуатации СИ.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре спектрометра OEL выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на 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, указанного в таблице 3.

9.2 Перед проведением поверки спектрометр OEL готовят к работе в соответствии с указаниями РЭ, проверяют работоспособность органов управления и регулировки. При включении спектрометра OEL должны отсутствовать сообщения об ошибках.

9.3 СО состава утвержденных типов, используемые в качестве средств поверки, подготавливают к применению в соответствии с их паспортами.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (ПО) поверяемого спектрометра OEL. Идентификационные данные ПО проверяют при включении поверяемого спектрометра OEL и запуска ПО с рабочего стола внешнего персонального компьютера.

10.2 Идентификационные данные ПО поверяемого спектрометра OEL должны соответствовать указанным в таблице 4.

Т а б л и ц а 4 – Идентификационные данные ПО

| Идентификационные данные (признаки) | Значение для модификации | |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------|-----------------------|
| | OEL-300 | OEL-400 |
| Идентификационное наименование ПО | OES | OES |
| Номер версии (идентификационный номер) ПО | 4.X.X.X ¹⁾ | 4.X.X.X ¹⁾ |
| Цифровой идентификатор ПО | - | - |
| ¹⁾ В номере версии ПО X не относится к метрологически значимой части ПО и принимает значения от 0 до 9 | | |

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) результатов измерений выходного сигнала

11.1.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) результатов измерений выходного сигнала проводят с помощью СО состава утвержденного типа по таблице 3 настоящей методики поверки, используя не менее 3 СО состава. Применяемыми СО состава необходимо максимально обеспечить анализируемые матрицы (железная основа, медная основа, алюминиевая основа и т.д.), для анализа которых предполагается использовать поверяемый спектрометр OEL в соответствии с поставляемыми модулями программного обеспечения согласно РЭ, а также обеспечить наличие не менее двух-трех определяемых элементов в каждом выделенном поддиапазоне измерений массовой доли элементов.

11.1.2 На каждом выбранном СО состава проводят не менее 5 измерений интенсивности выходного сигнала для выбранных элементов (длина волны эмиссии для выбранных элементов устанавливается автоматически при помощи программного обеспечения спектрометра OEL). Полученные результаты измерений заносят 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 в ходе проведения поверки по п. 11.1 настоящей методики поверки.

11.3 Определение чувствительности

11.3.1 Определение чувствительности поверяемого спектрометра OEL проводят путем многократных ($n \geq 10$) измерений интенсивности эмиссионного излучения определяемого контрольного элемента (Mn), массовая доля которого в СО состава находится в интервале от 0,1 % до 1,5 %, используя для этого один-два СО состава из перечисленных в таблице 3.

Длина волны эмиссии Mn устанавливается автоматически при помощи программного обеспечения спектрометра OEL (при наличии в отчете об измерениях ПО спектрометра OEL нескольких длин волн эмиссии Mn выбирается длина волны 293,3 нм).

11.3.2 Полученные результаты не менее 10 измерений интенсивности выходного сигнала для Mn записывают в протокол произвольной формы.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Подтверждение соответствия поверяемого спектрометра OEL метрологическим требованиям к относительному среднему квадратическому отклонению СКО результатов измерений выходного сигнала

12.1.1 По результатам измерений, полученным 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 -ый результат измерений интенсивности выходного сигнала для j -го элемента, усл.ед.;

n - количество измерений интенсивности выходного сигнала j -го элемента.

12.1.2 Относительное среднее квадратическое отклонение (СКО) результатов измерений выходного сигнала j -го элемента σ_j , %, рассчитывают с помощью ПО спектрометра OEL либо по формуле

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

12.1.3 Полученные значения относительного СКО результатов измерений выходного сигнала должны соответствовать значениям, указанным в таблице 1 для соответствующей модификации спектрометра OEL.

12.2 Подтверждение соответствия поверяемого спектрометра OEL метрологическим требованиям к диапазону измерений массовой доли элементов

12.2.1 За диапазон измерений массовой доли элементов спектрометра OEL принимают данные согласно таблицы 1, если значения относительного СКО результатов измерений выходного сигнала, полученные по п. 11.1, не превышают пределов, указанных в таблице 1.

12.3 Подтверждение соответствия поверяемого спектрометра OEL метрологическим требованиям к чувствительности

12.3.1 По результатам измерений, полученным по п. 11.3, рассчитывают чувствительность спектрометра OEL 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 линии Mn, рассчитанное по (1), усл.ед.;

A_{Mn} - аттестованное значение массовой доли Mn в используемом СО состава, %.

12.3.2 Полученные значения чувствительности спектрометра OEL должны соответствовать значениям, указанным в таблице 1 для соответствующей модификации спектрометра OEL.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки спектрометра OEL оформляют протоколом произвольной формы.

13.2 При положительных результатах поверки спектрометр OEL признают пригодным к применению и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31 июля 2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» или действующими на момент поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

13.3 Нанесение знака поверки на спектрометр OEL не предусмотрено. Пломбирование спектрометра OEL не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки поверяемый спектрометр OEL признают непригодным к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31 июля 2020 г. № 2510 или действующими на момент поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

13.5 Сведения о результатах поверки с учетом объема проведенной поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с 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» или действующими на момент поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

Зав. лабораторией 223 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



А.В. Соби́на

Ведущий инженер лаб. 223 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Н.А. Ки́м