

**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

" 05 " 12 2025 г.

**«ГСИ. Спектрометры лазерные искровые
эмиссионные Vela.
Методика поверки»
МП 76-251-2025**

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 **ИСПОЛНИТЕЛЬ** зам. зав. лаб. 251, Вострокнутова Е.В.
- 3 **СОГЛАСОВАНА** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в 2025 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения	4
2 Нормативные ссылки	5
3 Перечень операций поверки.....	5
4 Требования к условиям проведения поверки	6
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	6
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	9
10 Проверка программного обеспечения средства измерений.....	9
11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям.....	9
12 Оформление результатов поверки.....	11

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры лазерные искровые эмиссионные Vela (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 176-2019 «Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» путем применения стандартных образцов утвержденных типов в соответствии с поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 19.02.2021 г. №148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»;

- ГЭТ 3-2020 «Государственный первичный эталон единицы массы - килограмма» в соответствии с приказом Росстандарта от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы» использованием стандартных образцов, аттестованных путем проведения межлабораторного эксперимента, согласно приказу Минпромторга России от 28.08.2020 № 2905, посредством применения поверенных средств измерений, прослеживаемых к соответствующим эталонам.

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

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение для модификаций	
	Vela	Vela C+
Диапазон измерений массовой доли элементов*, %	от 0,005 до 70,0	
Диапазон измерений массовой доли углерода**, %	-	от 0,01 до 2,0
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли элементов*, %, в поддиапазонах: - от 0,005 % до 0,1 % включ. - св. 0,1 % до 0,5 % включ. - св. 0,5 % до 1,0 % включ. - св. 1,0 % до 70,0 %		± 40 ± 30 ± 20 ± 10
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли углерода**, %, в поддиапазонах: - от 0,01 % до 0,1 % включ. - св. 0,1 % до 2,0 %	- -	± 40 ± 8
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала***, %	10	
<p>* Значение нормировано для стандартных образцов состава стали, сплавов алюминиевых, бронзы;</p> <p>** Диапазон измерений и пределы допускаемой относительной погрешности измерений нормированы с использованием стандартных образцов состава стали;</p> <p>*** Значение нормировано для Si, Mn, Cr, Ni, Cu с массовой долей не менее 1,0 % в стандартных образцах состава стали.</p>		

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;
- Приказ Росстандарта от 19.02.2021 №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 Российской Федерации от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

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 поверки при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	11
Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов	да	да	11.1
Проверка диапазона измерений массовой доли элементов	да	да	11.2
Определение относительной погрешности измерений массовой доли углерода	да	да	11.3
Проверка диапазона измерений массовой доли углерода	да	да	11.4
Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	да	да	11.5

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, поверка прекращается, спектрометр бракуется и выполняются операции по п. 12 настоящей методики поверки.

3.3 Допускается проведение периодической поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений в соответствии с заявлением владельца спектрометра с обязательным указанием информации об объёме проведённой поверки в соответствии с порядком, действующим на момент проведения поверки.

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 спектрометра допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и руководством пользователя (далее – РП) на спектрометр.

5.2 Для получения экспериментальных данных допускается участие сервис-инженера или оператора, обслуживающего средство измерений.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

- 6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические и технические требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применение 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: диапазон измерений температуры от +15 °С до +25 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,7$ °С; диапазон измерений относительной влажности от 20 % до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности $\pm 2,5$ %	Термогигрометр электронный «CENTER» 313, рег. № 22129-09
Пункт 11.1 Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов Пункт 11.2 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов	Стандартные образцы состава стали с аттестованными значениями массовой доли элементов	
	от 0,005 % до 70 %, границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ от ± 5 % до ± 20 %	ГСО 10756-2016 ГСО 4165-91П ГСО 10744-2016 ГСО 9080-2008 ГСО 10744-2016
	Стандартные образцы состава сплавов алюминиевых с аттестованными значениями массовой доли элементов	
	от 0,005 % до 70 %, границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ от ± 5 % до ± 20 %	ГСО 12153-2023
Пункт 11.3 Определение относительной погрешности измерений массовой доли углерода Пункт 11.4 Проверка диапазона измерений массовой доли углерода	Стандартные образцы состава бронзы с аттестованными значениями массовой доли элементов	
	от 0,1 % до 0,5 % включ. и св. 1,0 % до 70,0 %, границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ от ± 5 % до ± 15 %	ГСО 6255-91 – 6259-91 (комплект М190)

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Пункт 11.5 Определение относительно среднего квадратического отклонения выходного сигнала	Стандартные образцы состава стали с аттестованными значениями массовой доли Si, Mn, Cr, Ni, Cu от 1,0 % до 70,0 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ от $\pm 0,003$ % до $\pm 0,06$ %	ГСО 10756-2016
Примечание – Допускается использовать при поверке другие типы стандартных образцов, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.		

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

6.3 При выборе средств поверки рекомендуется отдавать приоритет стандартным образцам утвержденных типов с установленной прослеживаемостью к государственным первичным эталонам единиц величин того же рода.

6.4 При поверке спектрометров с предустановленной аналитической программой только для работы с железной матрицей, следует использовать стандартные образцы состава стали. При поверке спектрометров с дополнительно предустановленными аналитическими программами для работы с другими матрицами, допускается использование стандартных образцов, соответствующих данным матрицам.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования 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 необходимо установить:

- 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 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 Подготавливают спектрометры в соответствии с РП, при необходимости проводят градуировку.

9.2 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра, приведенного в таблице 3 настоящей методики поверки.

9.3 При включении спектрометра осуществляется автоматическое тестирование электроники и аппаратных средств спектрометра.

9.4 Стандартные образцы, используемые при поверке, готовят в соответствии с инструкцией по применению, средства измерений, используемые при поверке, готовят согласно их эксплуатационной документации.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) спектрометра. Наименование и номер версии ПО появляются при включении спектрометра внизу экрана.

Идентификационное наименование и номер версии ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 - Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	-
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.01UMA
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов

11.1.1 Для определения относительной погрешности измерений массовой доли элементов используют стандартные образцы по п.6 настоящей методики поверки. Применяемыми стандартными образцами необходимо обеспечить наличие хотя бы одного элемента в каждом проверяемом поддиапазоне измерений.

11.1.2 Проводят не менее 10 измерений массовой доли выбранных элементов (за исключением массовой доли углерода).

11.1.3 Рассчитывают относительную погрешность (δ_i , %) измерений массовой доли i -го элемента по формуле

$$\delta_i = \frac{100}{A_i} \cdot \frac{\frac{tS_{\omega i}}{\sqrt{n}} + |\bar{\omega}_i - A_i| + |\Delta A_i|}{\left[\frac{S_{\omega i}}{\sqrt{n}} + \frac{|\bar{\omega}_i - A_i| + |\Delta A_i|}{\sqrt{3}} \right]}}{\sqrt{\frac{(|\bar{\omega}_i - A_i| + |\Delta A_i|)^2}{3} + \frac{S_{\omega i}^2}{n}}}, \quad (1)$$

где $\bar{\omega}_i$ – среднее арифметическое значение измерений массовой доли i -го элемента в стандартном образце, %, которое вычисляется по формуле

$$\bar{\omega}_i = \frac{\sum_{j=1}^n \omega_{ij}}{n}, \quad (2)$$

ω_{ij} – j -ый результат измерений массовой доли i -го элемента в стандартном образце, %;
 A_i и ΔA_i – аттестованное значение массовой доли i -го элемента в стандартном образце и его абсолютная погрешность соответственно, %;

t – коэффициент Стьюдента, который зависит от доверительной вероятности P и числа результатов наблюдений n , равен 2,26 для $n = 10$ при $P = 0,95$;

$S_{\omega i}$ – среднее квадратическое отклонение результатов измерений массовой доли i -го элемента в стандартном образце, %, рассчитанное по формуле

$$S_{\omega i} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (\omega_{ij} - \bar{\omega}_i)^2}{n - 1}}, \quad (3)$$

n – количество измерений массовой доли i -го элемента в стандартном образце.

Полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли элементов должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

11.2 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов

11.2.1 За диапазон измерений массовой доли элементов принимают диапазон, приведенный в таблице 1 настоящей методики поверки, если относительная погрешность измерений массовой доли элементов, полученная по п. 11.1, не превышает пределов, указанных в таблице 1.

11.3 Определение относительной погрешности измерений массовой доли углерода

11.3.1 Для определения относительной погрешности измерений массовой доли углерода используют стандартные образцы по п.6 настоящей методики поверки. Применяемыми стандартными образцами необходимо обеспечить наличие углерода в каждом проверяемом поддиапазоне измерений. Проводят не менее 10 измерений массовой доли углерода в каждом стандартном образце.

11.3.2 Рассчитывают относительную погрешность (δ_c , %) измерений массовой доли углерода по формуле (1).

Полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли углерода должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

11.4 Проверка диапазона измерений массовой доли углерода

11.4.1 За диапазон измерений массовой доли углерода принимают диапазон, приведенный в таблице 1 настоящей методики поверки, если относительная погрешность измерений массовой доли углерода, полученная по п. 11.3, не превышает пределов, указанных в таблице 1.

11.5 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

11.5.1 Для определения относительного среднего квадратического отклонения (далее – СКО) выходного сигнала переводят спектрометр в режим измерения интенсивности в соответствии с РП и проводят измерения выходных сигналов Si, Mn, Cr, Ni, Cu в стандартном образце по п. 6 настоящей методики поверки. Измерения выходных сигналов выбранных элементов в стандартном образце проводят не менее 10 раз.

11.5.2 Рассчитывают относительное СКО (S_{ri} , %) выходного сигнала i -го элемента по формуле

$$S_{ri} = \frac{100}{\bar{I}_i} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_{ij} - \bar{I}_i)^2}{n-1}}, \quad (4)$$

где I_{ij} – j -й результат измерений выходного сигнала i -го элемента в стандартном образце, усл.ед.;

\bar{I}_i – среднее арифметическое значение результатов измерений выходного сигнала i -го элемента в стандартном образце, усл.ед., которое рассчитывается по формуле

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

Полученные значения относительного СКО выходного сигнала должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

12.2 При положительных результатах поверки спектрометр признают пригодным к применению.

12.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к применению.

12.4 Нанесение знака поверки на спектрометры не предусмотрено. Пломбирование спектрометров не предусмотрено.

12.5 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 извещения о непригодности к применению средства измерений.

12.6 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.

Разработчик:

**Зам. зав. лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»**



Е.В. Вострокнутова