

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



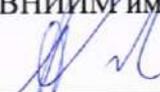
А.Н. Пронин

17 10 2025 г.

«ГСИ. Спектрометры оптические эмиссионные A5 Solaris CCD Plus. Методика поверки»

МП-242-2627-2025

Руководитель научно-исследовательского отдела
государственных эталонов в области
физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


_____ А.В. Колобова

Ведущий инженер
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


_____ Т.М. Эннанова

Санкт-Петербург
2025 г.

1. Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры оптические эмиссионные A5 Solaris CCD Plus (далее – спектрометры) и устанавливает методы и средства их первичной поверки при вводе в эксплуатацию и периодической поверки в процессе эксплуатации и после ремонта.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость спектрометров обеспечивается:

- 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 г. «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 г. «О внесении изменений в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерения 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 применения стандартных образцов утвержденных типов

и (или)

- к Государственному первичному эталону единицы массы - килограмму ГЭТ 3-2020 посредством применения 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 г. «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы».

1.3 В настоящей методике поверки реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 Методикой поверки предусмотрена возможность проведения периодической поверки спектрометров 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 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.

На основании письменного заявления владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проводить поверку спектрометров по тем матрицам (железная основа, алюминиевая основа, медная основа), для которых предполагается использовать поверяемый спектрометр в соответствии с установленными на спектрометре методиками анализа.

1.5 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 спектрометров

| Наименование характеристики | Значение |
|---|--------------------|
| Предел детектирования легирующих и примесных элементов ¹⁾ , % | от 0,00001 до 0,01 |
| Относительное среднее квадратическое отклонение (ОСКО) результатов измерений выходного сигнала спектрометра в режиме измерения массовых долей элементов в металлах и сплавах на основе железа ²⁾ , алюминия ³⁾ , меди ⁴⁾ в диапазоне измерений массовых долей элементов, %, не более | |
| - от 0,00001 % до 0,01 % включ. | 10 |
| - св. 0,01 % до 0,1 % включ. | 5 |
| - св. 0,1 % до 1,0 % включ. | 3 |
| - св. 1,0 % до 100,0 % | 1 |
| ¹⁾ – в зависимости от определяемого элемента и типа сплава, металла; ²⁾ – при измерении массовой доли углерода, кремния, марганца, фосфора, серы, меди, алюминия, хрома, молибдена, никеля, ванадия, титана, ниобия, кобальта, вольфрама, олова, азота, магния, свинца, сурьмы, мышьяка, бора, циркония, висмута, кальция, цинка, селена, тантала, железа, лантана, теллура, циркония в сплавах на основе железа; ³⁾ – при измерении массовой доли алюминия, кремния, марганца, меди, хрома, титана, свинца, железа, цинка, никеля, олова, магния, ванадия, кобальта, циркония, бериллия, бора, висмута, кальция, лития, натрия, кадмия, мышьяка, галлия, ртути, сурьмы, стронция в сплавах на основе алюминия; ⁴⁾ – при измерении массовой доли меди, кремния, марганца, фосфора, алюминия, никеля, свинца, железа, цинка, олова, висмута, сурьмы, кадмия, кобальта, мышьяка, серы, теллура, магния, хрома, золота, палладия, платины, селена, серебра в сплавах на основе меди | |

2. Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Перечень операций поверки

| Наименование операции поверки | Обязательность выполнения операций поверки при | | Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которой выполняется операция поверки |
|--|--|-----------------------|--|
| | первичной поверке | периодической поверке | |
| Внешний осмотр средства измерений | да | да | 7 |
| Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений) | да | да | 8.4 |
| Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений) | да | да | 8.5 |
| Проверка программного обеспечения средства измерений | да | да | 9 |
| Определение метрологических характеристик средства измерений: | | | 10 |
| - определение предела детектирования легирующих и примесных элементов | да | да | 10.1 |
| - определение относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) | да | да | 10.2 |

| Наименование операции поверки | Обязательность выполнения операций поверки при | | Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки |
|---|--|-----------------------|--|
| | первичной поверке | периодической поверке | |
| результатов измерений выходного сигнала спектрометра в режиме измерения массовых долей элементов в металлах и сплавах | | | |
| Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям | да | да | 11 |

2.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается, спектрометр признают непригодным к применению.

3. Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от +17 до +28;
- относительная влажность воздуха, %, не более 70

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 Поверка спектрометров должна проводиться юридическими лицами или индивидуальными предпринимателями, аккредитованными на право оказания услуг в области обеспечения единства измерений, в установленном действующим законодательством порядке.

4.2 К проведению поверки допускаются лица, допущенные к выполнению поверки по данному виду измерений, изучившие методику поверки и руководство по эксплуатации спектрометров.

5. Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяют средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Перечень средств поверки

| Операции поверки, требующие применение средств поверки | Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки | Перечень рекомендуемых средств поверки |
|---|--|--|
| п.8 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании) | Средства измерений температуры окружающего воздуха и относительной влажности воздуха с диапазонами измерений, охватывающими условия проведения поверки по пункту 3 настоящей методики поверки. Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры не более $\pm 0,5$ °С. Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности не более $\pm 3,0$ % | Прибор комбинированный Testo 622 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 53505-13) |

| | | |
|---|--|--|
| Операции поверки, требующие применение средств поверки | Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки | Перечень рекомендуемых средств поверки |
| п. 10 Определение метрологических характеристик | <p>Матричные стандартные образцы состава с интервалом допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов от 0,00001 % до 100 %, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 22,0$ % ($P=0,95$):</p> <ul style="list-style-type: none"> – углерода, кремния, марганца, фосфора, серы, меди, алюминия, хрома, молибдена, никеля, ванадия, титана, ниобия, кобальта, вольфрама, олова, азота, магния, свинца, сурьмы, мышьяка, бора, циркония, висмута, кальция, цинка, селена, тантала, железа, лантана, теллура, циркония в сплавах на основе железа; – алюминия, кремния, марганца, меди, хрома, титана, свинца, железа, цинка, никеля, олова, магния, ванадия, кобальта, циркония, бериллия, бора, висмута, кальция, лития, натрия, кадмия, мышьяка, галлия, ртути, сурьмы, стронция в сплавах на основе алюминия; – меди, кремния, марганца, фосфора, алюминия, никеля, свинца, железа, цинка, олова, висмута, сурьмы, кадмия, кобальта, мышьяка, серы, теллура, магния, хрома, золота, палладия, платины, селена, серебра в сплавах на основе меди | <p>Перечень рекомендуемых средств поверки</p> <p>Стандартные образцы сталей углеродистых и легированных типов 13X, 55C2, 05кп, 38X2MЮА, 60C2, 38X2H2МА, 36X2H2МФА, 30ХН2МФА, Св-08ХГ2С, 30 и В2Ф, ГСО 10504-2014 (комплект ИСО УГ0к – ИСО УГ9к)</p> <p>Стандартные образцы сталей легированных типов 45X14H14B2M, 09X16H4Б, 31X19H9MBBT, 20X25H20C2, 10X11H23T3MP и сплавов на железоникелевой основе типов 12ХН35ВТ, 06ХН28МДТ, ГСО 10744-2016 (комплект ИСО ЛГ76 – ИСО ЛГ82)</p> <p>Стандартный образец состава алюминия технической чистоты ГСО 9083-2008 (VSA3-K)</p> <p>Стандартные образцы состава алюминия, ГСО 11807-2021/ГСО 11814-2021 (набор VSA6)</p> <p>Стандартные образцы состава сплавов алюминиевых литейных, ГСО 12151-2023/ГСО 12158-2023 (набор VSAC22)</p> <p>Стандартные образцы состава сплава алюминиевого типа АК5М2, ГСО 7080-93 (комплект M207)</p> <p>Стандартные образцы состава сплава алюминиевого литейного типа АК7ч (АЛ9), ГСО 6530-92/6534-92 (комплект M180)</p> <p>Стандартные образцы состава меди черновой, ГСО 11797-2021/ГСО 11806-2021 (набор VSM16)</p> <p>Стандартные образцы состава бронзы оловянной типа БрО4Ц7С5, ГСО 2429-87П/ГСО 2433-87П (комплект M120)</p> <p>Стандартные образцы состава сплавов медно-никелевых типов МН10, МН15, ГСО 4308-88 / ГСО 4312-88 (комплект M88)</p> <p>Стандартные образцы состава латуни марки Л96, ГСО 10879-2017 (комплект VSLT1)</p> <p>Стандартные образцы состава бронз безоловянных, ГСО 10902-2017 (комплект VSB3.2)</p> |
| <p>Примечания:</p> <p>1) Стандартные образцы (СО) и средства измерений (СИ), применяемые для поверки спектрометров, 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</p> | | |

| Операции поверки, требующие применение средств поверки | Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки | Перечень рекомендуемых средств поверки |
|---|--|--|
| <p>2) Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, стандартные образцы утвержденного типа, обеспечивающие определение метрологических характеристик средства измерений с требуемой точностью</p> <p>3) Допускается проводить поверку с применением СО состава только с теми матрицами (железная основа, алюминиевая основа, медная основа и т.д.), для которых предполагается использовать поверяемый спектрометр в соответствии с установленными на спектрометре методиками анализа</p> | | |

6. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки спектрометров должны быть соблюдены требования безопасности, изложенные в руководстве по эксплуатации спектрометров, требования приказа Минтруда России от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.1.007 (либо замененным или измененным стандартом).

6.2 При проведении операций поверки следует руководствоваться действующими на предприятии правилами и нормами, регламентированными инструкциями по безопасности труда для подразделений, где установлено поверяемое СИ.

7. Внешний осмотр средства измерений

7.1 При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- соответствие внешнего вида спектрометра описанию и изображению, приведенному в описании типа СИ;
- наличие маркировки, подтверждающей тип и идентифицирующей спектрометр;
- отсутствие на наружных поверхностях спектрометра повреждений и дефектов, влияющих на его работоспособность;
- отсутствие ослаблений элементов конструкции, чистота разъемов;
- надежность крепления соединительных элементов, кабелей.

7.2 В случае обнаружения дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведения поверки и (или) на результаты поверки, они должны быть устранены до начала поверки.

8. Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Подготовка спектрометра к поверке, включение соединительных устройств, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляют в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в руководстве по эксплуатации спектрометров и в руководстве пользователя ПО MetalLab32.

8.2 Стандартные образцы утвержденных типов, используемые в качестве средств поверки, подготавливают к применению в соответствии с их паспортами и требованиями руководства по эксплуатации спектрометров.

8.3 Если спектрометр и средства поверки до начала измерений находились в климатических условиях, отличающихся от указанных в пункте «Требования к условиям проведения поверки» настоящей МП, то их следует выдержать при этих условиях не менее часа или времени, указанного в эксплуатационной документации на поверяемый спектрометр и средства поверки.

8.4 При подготовке к поверке проверить выполнение условий пунктов 3, 4, 5, 6 настоящей методики поверки и занести в протокол поверки условия проведения поверки (температура окружающего воздуха, относительная влажность воздуха).

8.5 Опробование спектрометра заключается в его включении в соответствии с руководством по эксплуатации и руководством пользователя ПО MetalLab32, загрузке программы для управления прибором. Результаты опробования считаются удовлетворительными, если на дисплее монитора после загрузки управляющей программы не появляется сообщений об ошибках.

9. Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Подтверждение соответствия программного обеспечения (ПО) проводится путем определения идентификационных данных (признаков) ПО MetalLab32:

Определение идентификационного наименования ПО, номера версии ПО: после запуска программы MetalLab32 в главном меню вызвать подменю «Помощь» и выбрать «О MetalLab...». В всплывающем окне приведены идентификационное наименование ПО, номер версии ПО.

Определение цифрового идентификатора ПО: проверка контрольной суммы метрологически значимой части ПО MetalLab32 осуществляется методом хеширования MD5. Для расчета контрольной суммы необходимо зайти в папку с установленным ПО и запустить файл md5check.bat. Рассчитанное значение будет выведено на экран.

9.2. Спектрометр считают выдержавшим операцию поверки по п. 9, если отображаемые в соответствии с п. 9.1 идентификационные данные (признаки) ПО соответствуют данным (признакам), приведенным в таблице 4, и совпадают с указанными в паспорте на поверяемый спектрометр.

Таблица 4 – Идентификационные данные (признаки) ПО MetalLab32

| Идентификационные данные (признаки) | Значение |
|---|--|
| Идентификационное наименование ПО | MetalLab32 |
| Номер версии (идентификационный номер) ПО | 8.82.XX.XXXXXXXXXX ¹⁾ |
| Цифровой идентификатор ПО | 83581a7032ad969253d7073ec2ff4964 ²⁾ |
| Алгоритм расчета цифрового идентификатора | MD5 |

¹⁾ Номер версии записывается в виде метрологически значимой (неизменяемой) части ПО, указанной в виде цифрового обозначения в начале номера версии (до второй точки), и последующим рядом цифр, принимающих значения от 0 до 9, которые описывают модификации ПО (обозначенных буквой «X»)

²⁾ Расчет по алгоритму MD5 для версии 8.82.47.20210410, файл MetalLab32.exe

10. Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение пределов детектирования легирующих и примесных элементов

10.1.1 Для проведения измерений по данному пункту применяют стандартные образцы состава утвержденного типа, указанные в таблице 3 настоящей методики поверки, с учетом примечаний к таблице 3. Выбрать из комплектов СО образцы, в которых массовые доли не менее чем для двух элементов лежат в диапазоне от 0,00001 % до 0,04 %. По возможности следует выбирать образцы с наименьшим содержанием указанных элементов.

10.1.2 Выполнить не менее 8 измерений выбранных образцов, переключить отображение результатов измерений в виде относительной интенсивности. Определить среднее арифметическое значение относительной интенсивности для спектральных линий элементов, выбранных для проверки по п. 10.1.1: I_{cpj} – среднее арифметическое значение относительной интенсивности j -го элемента сплава, значение указано в столбце с наименованием «Среднее» на вкладке отображения результатов измерений в виде относительной интенсивности.

10.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) результатов измерений выходного сигнала спектрометра в режиме измерения массовых долей элементов в металлах и сплавах

10.2.1 Для проведения измерений по данному пункту применяют стандартные образцы состава утвержденного типа, указанные в таблице 3 настоящей методики поверки, с учетом примечаний к таблице 3. Выбрать из комплектов СО образцы, в которых массовая доля не менее чем одного элемента лежит в диапазоне от 0,00001 % до 0,01 % включ., массовые доли не менее двух элементов лежат в каждом из указанных диапазонов: св. 0,01 % до 0,1 % включ.; св. 0,1 % до 1,0 % включ.; св. 1,0 % до 100,0 %.

10.2.2 Выполнить не менее 8 измерений выбранных образцов, переключить отображение результатов измерений в виде массовых долей элементов. Определить средние арифметические значения массовых долей элементов, выбранных для проверки по п. 10.2.1: $C_{\text{средн},j}$ – среднеарифметическое значение массовой доли j -го элемента сплава, значение указано в столбце с наименованием «Среднее» на вкладке отображения результатов измерений в виде массовых долей элементов.

11. Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Подтверждение соответствия поверяемого спектрометра метрологическим требованиям к пределам детектирования легирующих и примесных элементов.

11.1.1 По результатам измерений, полученным в п. 10.1, рассчитывают пределы детектирования для всех элементов, выбранных в п. 10.1.1, по формуле (1):

$$\text{ПД} = \frac{3 \times S_j}{I_{\text{ср},j}} \cdot C_{\text{атт},j}, \% \quad (1)$$

где: S_j – среднее квадратическое отклонение (СКО) интенсивности j -го элемента сплава (значение указано в столбце с наименованием «СКО» на вкладке отображения результатов измерений в виде относительной интенсивности);

$I_{\text{ср},j}$ – среднее арифметическое значение относительной интенсивности j -го элемента сплава (значение указано в столбце с наименованием «Среднее» на вкладке отображения результатов измерений в виде относительной интенсивности);

$C_{\text{атт},j}$ – аттестованное значение массовой доли j -го элемента сплава в соответствии с паспортом на стандартный образец.

11.1.2 Полученные значения пределов детектирования легирующих и примесных элементов должны соответствовать значениям, указанным в таблице 1.

11.2 Подтверждение соответствия поверяемого спектрометра метрологическим требованиям к относительным СКО результатов измерений выходного сигнала спектрометра в режиме измерения массовых долей элементов в металлах и сплавах.

11.2.1 По результатам измерений, полученным в п. 10.2, рассчитывают относительные СКО результатов измерений выходного сигнала спектрометра в режиме измерения массовых долей элементов для всех элементов, выбранных в п. 10.2.1, по формуле (2):

$$S_j = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_j^i - C_{\text{средн},j})^2}{(n-1)}}}{C_{\text{средн},j}} \cdot 100\% \quad (2)$$

где:

C_j^i – значение i -го измерения массовой доли j -го элемента сплава;

$C_{\text{средн},j}$ – среднеарифметическое значение массовой доли j -го элемента сплава (значение указано в столбце с наименованием «Среднее» на вкладке отображения результатов измерений в виде массовых долей элементов);

n – число измерений в серии (не менее 8-ми);

Значение S_j можно определить из распечатки результатов анализа, либо считать с экрана видеомонитора (значение указано в столбце с наименованием «От. СКО» на вкладке отображения результатов измерений в виде массовых долей элементов).

11.2.2 Полученные значения относительных СКО результатов измерений выходного сигнала спектрометра в режиме измерения массовых долей элементов в металлах и сплавах должны соответствовать значениям, указанным в таблице 1.

12. Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку.

12.2 При положительных результатах поверки спектрометр признается годным к применению. По заявлению владельца или лица, представившего спектрометр на поверку, оформляют свидетельство о поверке, подтверждающее соответствие спектрометра метрологическим требованиям к средству измерений.

12.3 Нанесение знака поверки на спектрометр не предусмотрено. Пломбирование спектрометра не предусмотрено.

12.4 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к применению. По заявлению владельца или лица, представившего спектрометр на поверку, выдают извещение о непригодности с указанием причин.

12.5 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.