

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

**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
"07" 12 2022 г.

**«ГСИ. Спектрометры оптико-эмиссионные Spark. Методика
поверки»**

МП 75-251-2022

Екатеринбург

2022

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 2022 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
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.....	7
8	ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ.....	7
9	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ.....	7
10	ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ	7
11	ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ.....	8
12	ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ.....	8
13	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	9

Дата введения в действие:

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры оптико-эмиссионные Spark модификаций: Labspark 1000, SparkCCD 7000 (далее – спектрометры), выпускаемые фирмой «NCS Testing Technology», Китай. Спектрометры подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке. Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость спектрометра:

- к ГЭТ 176-2019 «Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах».

1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки спектрометров, используемых в качестве рабочих средств измерений.

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

Таблица 1

Наименование характеристики	Значение для модификации	
	Labspark 1000	SparkCCD 7000
Диапазон измерений массовой доли, %	от 0,0002 до 99,9	от 0,001 до 99,9
Предел детектирования по контрольным элементам ¹⁾ , %, не более	0,0001	0,0005
Предел допускаемого относительного среднеквадратического отклонения (ОСКО) результата измерений массовой доли, %, в поддиапазонах измерений: - от 0,0002 до 0,01 % включ. - от 0,001 до 0,01 % включ. - св. 0,01 до 0,1 % включ. - св. 0,1 до 1,0 % включ. - св. 1,0 до 99,9 % включ.	10 - 5 3 2,5	- 10 5 4 3,5
1) с наименьшим аттестованным значением массовой доли в применяемом стандартном образце		

1.5 При реализации процедуры методики поверки используется метод прямых измерений.

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 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»

Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

3 Перечень операций поверки

3.1 Для поверки спектрометров должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Наименование операции поверки	Обязательность проведения операций поверки 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 массовой доли	да	да	11.1
Проверка диапазона измерений массовой доли элементов	да	да	11.2
Определение предела детектирования	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 проводится настройка спектрометра в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем необходимые операции повторяются вновь, в случае повторного 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, оформленного в произвольной форме, допускается проведение поверки в сокращенном объеме (для меньшего числа поддиапазонов). Данную информацию приводят в сведениях о поверке в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +10 до +30
- относительная влажность, % от 20 до 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке спектрометров допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие РЭ на спектрометр и настоящую методику поверки.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 3.

Таблица 3

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	- допустимый интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0001 % до 97,8 %, - интервал границ допустимых значений абсолютной погрешности при $P=0,95$ от $\pm 0,00002$ % до $\pm 0,14$ %	Стандартный образец состава латуни марки Л96 ГСО 10879-2017 (комплект VSLT1)
	- допустимый интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,000019 % до 0,0489 %, - интервал границ допустимых значений абсолютной погрешности при $P=0,95$ от $\pm 0,000001$ % до $\pm 0,0021$ %	Стандартные образцы состава меди ГСО 11325-2019/ГСО 11336-2019 (набор VSM04)
Раздел 9 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Средства измерений температуры окружающей среды от +15 до +35 °С с абсолютной погрешностью не более ± 1 °С Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 до 80 % с абсолютной погрешностью не более $\pm 2\%$	термогигрометр электронный «CENTER» 313, рег.№22129-09

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

6.3 Допускается использовать при поверке другие средства измерений и стандартные образцы утвержденного типа, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 N 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;
- четкость обозначений и маркировки;
- наличие обозначения и заводского номера, четкость маркировки, а также отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность системы.

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 Спектрометр готовят к работе в соответствии с РЭ.

9.2 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.3 Средства поверки готовят к работе в соответствии эксплуатационной документацией. Проверяют работоспособность органов управления и регулировки спектрометра в соответствии с РЭ.

9.4 Проводят настройку спектрометра согласно РЭ при необходимости.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее - ПО) спектрометра сравнением с данными, приведенными в описании типа.

10.2 Номер версии ПО идентифицируется в меню «Помощь», «О программе» путем вывода на экран. Номер версии ПО должен соответствовать требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4

Идентификационные данные (признаки)	Значение для модификации	
	Labspark1000	SparkCCD 7000
Идентификационное наименование ПО	Spark	CCD
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.0	не ниже 1.0
Цифровой идентификатор ПО	-	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли

11.1.1 Применяемыми ГСО по п. 6.1 необходимо обеспечить наличие хотя бы одного элемента в каждом проверяемом поддиапазоне измерений.

11.1.2 Проводят не менее 5 измерений массовой доли элемента для выбранных элементов (длина волны эмиссии для выбранных элементов устанавливается автоматически при помощи программного обеспечения спектрометра).

11.2 Проверка диапазона измерений массовой доли элементов

11.2.1 Проверку диапазона измерений массовой доли элементов проводят одновременно с определением относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли по п. 11.1

11.3 Определение предела детектирования

11.3.1 Выполняют не менее 10 измерений относительных интенсивностей сигналов выбранных элементов в ГСО (длина волны эмиссии устанавливается автоматически при помощи программного обеспечения спектрометра). Элементы выбирают с наименьшим аттестованным значением массовой доли.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 По результатам измерений, полученным по п. 11.1, рассчитывают относительное среднее квадратическое отклонение результатов измерений массовой доли, %, по формуле

$$\sigma_{ij} = \frac{100}{\bar{\omega}_j} \cdot \sqrt{\frac{\sum_i (\omega_{ij} - \bar{\omega}_j)^2}{n-1}}, \quad (1)$$

где ω_{ij} – i -ый результат измерения массовой доли j -го элемента, %;

$\bar{\omega}_j$ – среднее арифметическое значение результатов измерений массовой доли j -го элемента, %;

n – число измерений массовой доли, $n=5$.

12.2 Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.3 За диапазоны измерений массовой доли элементов принимают данные таблицы 1, если для всех результатов измерений значения относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли не превышали пределов, указанных в таблице 1.

12.4 По результатам измерений, полученным по п. 11.3, рассчитывают среднее квадратическое отклонение относительных интенсивностей сигналов и предел детектирования спектрометра по формулам:

$$S_j = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_{ij} - \bar{I}_j)^2}{n-1}}, \quad (2)$$

где I_{ij} – i -результат измерения относительных интенсивностей сигналов для j -го элемента;

\bar{I}_j - среднее арифметическое значение результатов измерений относительных интенсивностей сигналов;

n – число измерений, $n=10$.

$$ПД = \frac{3s_j}{\bar{I}_j} \cdot C_j, \quad (3)$$

где C_j – аттестованное значение массовой доли j -го элемента в стандартном образце, %.

12.5 Полученные значения пределов детектирования спектрометра должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки средство измерений признают пригодным к применению.

13.3 При отрицательных результатах поверки средство измерений признают непригодным к применению.

13.4 По заявке заказчика при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке, при отрицательных – извещение о непригодности.

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.

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


_____ **Е.В. Вострокнутова**