

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. Соби́на

"16" мая 2023 г.



**«ГСИ. Спектрометры оптико-эмиссионные Metal Power.
Методика поверки»**

МП 108-251-2022

**г. Екатеринбург
2023 г.**

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 – ведущий инженер лаб. 251, Засухин А.С.
3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2023 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения.....	4
2	Нормативные ссылки.....	6
3	Перечень операций поверки средства измерений	6
4	Требования к условиям проведения поверки.....	6
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку	7
6	Метрологические и технические требования к средствам поверки	7
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	9
8	Внешний осмотр средства измерений	9
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений	9
10	Проверка программного обеспечения средства измерений	10
11	Определение метрологических характеристик средства измерений	10
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 Metal Power (далее – спектрометры), выпускаемые фирмой «Metal Power Analytical Pvt. Ltd», Индия. Спектрометры подлежат первичной и периодической поверке. Поверка спектрометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость обеспечивается посредством применения стандартных образцов, прослеживаемых:

– 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» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах» посредством применения стандартных образцов утверждённых типов

и (или)

– к ГЭТ 3-2020 «Государственный первичный эталон единицы массы (килограмм)» посредством применения стандартных образцов утверждённых типов, метрологические характеристики которых определены методом межлабораторного эксперимента с использованием аттестованных методик измерений, предусматривающих применение поверенных весов, прослеживаемых к ГЭТ 3-2020 в соответствии с приказом Росстандарта РФ от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы».

1.3 В настоящей методике поверки 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 характеристики для моделей						
	MOSS	Metavision-1008i	Metavision-1008i ³ -VX	Metavision-1008i ³	Metavision-1008i ³ -SX	Metavision-1008i ³ -LX	Metavision-10008X, Metavision-10008X-A, Metavision-10008X-U, Metavision-10008X-M
Спектральный диапазон, нм	от 160 до 420	от 160 до 420	от 130 до 800	от 160 до 800		от 220 до 800	от 120 до 800
Диапазон измерений массовой доли элементов, %	от 0,005 до 100	от 0,001 до 100	от 0,0005 до 100				от 0,0001 до 100
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала, %, в поддиапазонах измерений:							
- от 0,0001 % до 0,001 % включ.	-	-	-				8
- от 0,0005 % до 0,01 % включ.	-	-	8				-
- св. 0,001 % до 0,01 % включ.	-	7	-				5
- от 0,005 % до 0,01 % включ.	6	-	-				-
- св. 0,01 % до 0,1 % включ.	5	6	5				4
- св. 0,1 % до 1,0 % включ.	4	4	4				3
- св. 1,0 % до 100 % включ.	3	3	2				2
Чувствительность, усл.ед./%, не менее ¹⁾	100	200	500				1 000
Значение нормировано для Mn с массовой долей от 0,01 до 1,0 %.							

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- Приказ 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»;
- Приказ Росстандарта от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»;
- Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;
- ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности».

3 Перечень операций поверки средства измерений

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 средства измерений	да	да	11
Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала	да	да	11.1
Определение 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, поверка анализатора прекращается, и выполняются операции по п. 13 настоящей методики поверки.

3.3 Допускается проводить поверку с применением стандартных образцов только с теми матрицами (железная основа, медная основа, алюминиевая основа и т.д.), для которых предполагается использовать спектрометр в соответствии с поставленными модулями программного обеспечения.

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

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С
- относительной влажности, %, не более

от + 15 до + 25
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 руководство по эксплуатации на спектрометр (далее – РЭ) и настоящую методику поверки.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно 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
п. 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от плюс 10 °С до плюс 30 °С с абсолютной погрешностью не более 1 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 10 % до 90 %, с абсолютной погрешностью не более 3 %	Термогигрометры электронные «CENTER» моделей 310, 311, 313, 314, 315, 316 (рег. № 22129-09)
п.11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Стандартный образец стали легированной типа ХН35ВТ: интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0083 % до 35,1 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при Р=0,95 от ±0,0003 % до ±0,1 % Стандартный образец стали углеродистой типа 10ХСНД: интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,011 % до 0,96 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при Р=0,95 от ±0,001 % до ±0,01 % Стандартные образцы сталей углеродистых и легированных типов 13Х, 55С2, 05кп, 38Х2Н2МА, 36Х2Н2МФА, 30ХН2МФА, Св-08ХГ2С, 30 и В2Ф: интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0017 % до 1,61 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при Р=0,95 от ±0,0001 % до ±0,01 % Стандартные образцы сталей легированных типов 12Х18Н9Т, 08Х18Н10Т, 10Х17Н13М2Т, 10Х23Н18, 36Х18Н25С2, 08Х15Н24В4ТР: интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0026 % до 24,5 %, интервал границ абсолютной погрешности	ГСО 8876-2007 (ЛГ59) ГСО 10231-2013 (УГ120) ГСО 10504-2014 (комплект ИСО УГ0к – ИСО УГ9к) ГСО 10756-2016 (комплект ИСО ЛГ70 – ИСО ЛГ75)

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	<p>аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,0002\%$ до $\pm 0,1\%$</p> <p>Стандартный образец состава бронзы оловянной: интервал аттестованных значений массовой доли элементов от $0,033\%$ до $7,96\%$, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,0004\%$ до $\pm 0,18\%$</p> <p>Стандартные образцы состава бронзы оловянной типа БрО6Ц6С3: интервал аттестованных значений массовой доли элементов от $0,032\%$ до $7,65\%$, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,002\%$ до $\pm 0,17\%$</p> <p>Стандартные образцы состава латуни марки Л96: интервал аттестованных значений массовой доли элементов от $0,0031\%$ до $97,80\%$, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,00002\%$ до $\pm 0,14\%$</p> <p>Стандартные образцы состава меди: интервал аттестованных значений массовой доли элементов от $0,063$ до $40,2 \text{ млн}^{-1}$, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,016$ до $\pm 1,9 \text{ млн}^{-1}$</p> <p>Стандартные образцы состава меди: интервал аттестованных значений массовой доли элементов от $0,000019\%$ до $0,0489\%$, интервал границ допускаемых значений абсолютной погрешности при $P=0,95$ от $\pm 0,000001\%$ до $\pm 0,0021\%$</p> <p>стандартные образцы состава сплава алюминиевого литейного типа АМ5 (АЛ19): интервал аттестованных значений массовой доли элементов от $0,031\%$ до $5,43\%$, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,003\%$ до $\pm 0,23\%$</p> <p>Стандартные образцы состава сплава алюминиевого литейного типа АК5М2: интервал аттестованных значений массовой доли элементов от $0,00030\%$ до $3,57\%$, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений</p>	<p>ГСО 6569-93 – 6573-93 (комплект М183)</p> <p>ГСО 6255-91 – 6259-91 (комплект М190)</p> <p>ГСО 10879-2017 (комплект VSLT1)</p> <p>ГСО 10488-2014 (набор VSM03)</p> <p>ГСО 11325-2019 – 11336-2019 (набор VSM04)</p> <p>ГСО 7082-93 (комплект М206)</p> <p>ГСО 7080-93 (комплект М207)</p>

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	<p>при $P=0,95$ от $\pm 0,00005\%$ до $\pm 0,15\%$</p> <p>Стандартные образцы состава сплава типа МНЖ5-1: интервал аттестованных значений массовой доли элементов от $0,0022\%$ до $96,4\%$, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,0003\%$ до $\pm 0,2\%$</p> <p>Стандартные образцы состава титанового сплава типа ВТ20: интервал аттестованных значений массовой доли элементов от $0,037\%$ до $7,73\%$, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,004\%$ до $\pm 0,10\%$</p>	<p>ГСО 1273-77 – 1278-77 (комплект М13)</p> <p>ГСО 3652-87 – 3655-87 (комплект 35)</p>
<p><i>Примечание – Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице, а также п. 1.2 настоящей методики поверки.</i></p>		

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть утвержденного типа и поверены, стандартные образцы (далее – СО) должны быть утвержденного типа и иметь действующий паспорт.

6.3 При выборе средств поверки в части СО рекомендуется отдавать приоритет СО с установленной метрологической прослеживаемостью к государственным первичным эталонам единиц величин того же рода.

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 № 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;
- наличие обозначения и заводского номера, четкость маркировки, а также отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность спектрометра.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с п.6.1 настоящей методики поверки.

9.2 Перед проведением поверки спектрометр готовят к работе в соответствии с РЭ, проверяют работоспособность органов управления и регулировки спектрометра.

9.3 При включении спектрометра должны отсутствовать сообщения об ошибках.

9.4 СО готовят к поверке в соответствии с их паспортами.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) спектрометра: в строке команд выбирают пункт «Справка» («Help»); в открывшемся меню выбрать пункт «о ПО» («About») – откроется окно, содержащее номер версии ПО и идентификационное наименование ПО. Наименование и номер версии ПО спектрометра должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО спектрометра

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	The Analyst
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.8
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала

11.1.1 Определение метрологических характеристик проводят при СО по п. 6.1 настоящей методики поверки. Применяемыми СО необходимо обеспечить наличие хотя бы одного элемента в каждом проверяемом поддиапазоне измерений.

11.1.2 Проводят не менее 5 измерений интенсивности выходного сигнала для выбранных элементов (длина волны эмиссии для выбранных элементов устанавливается автоматически при помощи программного обеспечения спектрометра). Полученные результаты измерений записывают в протокол произвольной формы.

11.2 Определение диапазона измерений массовой доли элементов

11.2.1 Определение диапазона измерений массовой доли элементов проводят одновременно с определением относительного среднего квадратического отклонения (далее – СКО) результатов измерений выходного сигнала по п. 11.1, используя полученные результаты измерений.

11.3 Определение чувствительности

11.3.1 Определение чувствительности спектрометров проводят путем измерений интенсивности эмиссионного излучения Mn, массовая доля которого в СО составляет не менее 0,1 % и не более 1,0 %.

11.3.2 Проводят не менее 10 измерений интенсивности выходного сигнала для Mn (длина волны эмиссии Mn устанавливается автоматически при помощи программного обеспечения спектрометра). Полученные результаты измерений записывают в протокол произвольной формы.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 По результатам измерений 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 -результат измерения интенсивности для j -го элемента, усл.ед.;
 n – число измерений интенсивности.

12.2 Относительное СКО результатов измерения выходного сигнала j -го элемента σ_j , %, рассчитывают в ПО спектрометра, либо по формуле

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

12.3 Полученное значение относительного СКО результатов измерений выходного сигнала должны соответствовать данным таблицы 1.

12.4 За диапазон измерений спектрометра принимают данные по таблице 1, если относительное СКО результатов измерений выходного сигнала, полученные по п. 11.1, не превышает пределов, указанных в таблице 1.

12.5 По результатам измерений по п. 11.3 рассчитывают чувствительность 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 Mn , усл.ед., рассчитанное по (1);

A_{Mn} – аттестованное значение массовой доли Mn в CO , %.

12.6 Полученное значение чувствительности должно соответствовать данным, приведенным в таблице 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки спектрометр признают пригодным к применению.

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

13.4 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к применению.

13.5 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, утверждаемыми действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещение о непригодности к применению средства измерений.

13.6 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.

Ведущий инженер лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



А.С. Засухин