

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

«26» сентября 2024 г.



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

МП 10-251-2024

г. Екатеринбург
2024 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 2024 г.

СОДЕРЖАНИЕ

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

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на спектрометры оптико-эмиссионные портативные 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:

– 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 – килограмма» 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 для модели | |
|---|---------------------|-------------------|
| | Metavision-MX | Metavision-MX+ |
| Диапазон измерений массовой доли элементов, % | от 0,001 до 50,0 | от 0,0005 до 50,0 |
| Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала, %, в поддиапазонах измерений: | | |
| - от 0,0005 % до 0,01 % включ. | - | 15 |
| - от 0,001 % до 0,01 % включ. | 15 | - |
| - св. 0,01 % до 0,1 % включ. | 10 | 10 |
| - св. 0,1 % до 1,0 % включ. | 8 | 8 |
| - св. 1,0 % до 50,0 % | 5 | 5 |
| Чувствительность, усл. ед./%, не менее* | 1500 | |
| *Значение нормировано для интенсивности излучения марганца на длине волны (293 ± 2) нм; диапазон значений массовой доли марганца в стандартном образце – от 0,1 % до 1,6 %. | | |

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 |
| Проверка диапазона измерений массовой доли элементов | да | нет | 11.2 |
| Проверка 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 спектрометра 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 аналитическими программами для измерений массовой доли элементов в различных металлах и сплавах («основами»).

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
- относительная влажность, %

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 | Стандартные образцы сталей углеродистых и легированных типов 10ХСНД, 35, 15ХСНД, 45, 14Г2: интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0018 % до 1,41 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при P=0,95 от ±0,0003 % до ±0,01 %; Стандартные образцы сталей углеродистых и легированных типов 13Х, 55С2, 05кп, 38Х2Н2МА, 36Х2Н2МФА, 30ХН2МФА, Св-08ХГ2С, 30 и В2Ф (комплект ИСО УГ0к – ИСО УГ9к): интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0017 % до 1,61 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при P=0,95 от ±0,0001 % до ±0,01 %; Стандартные образцы сталей легированных типов 12Х18Н9Т, 08Х18Н10Т, 10Х17Н13М2Т, 10Х23Н18, 36Х18Н25С2, 08Х15Н24В4ТР (комплект ИСО ЛГ70 – ИСО ЛГ75): интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0026 % до 24,5 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при P=0,95 от ±0,0002 % до ±0,1 %; | ГСО 10231-2013 (комплект ИСО УГ120 – ИСО УГ124) 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>Стандартные образцы состава бронзы оловянной типа БрОФ7-0,2: интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0033 % 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 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 сплава медно-цинкового (латуни) типа ЛМЦАЖКС70-7-5-2-2-1: интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0018 % до 75,2 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,0001$ % до $\pm 0,6$ %;</p> <p>Стандартные образцы состава сплавов алюминиевых литейных: интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,00048 % до 13,5 %, интервал границ абсолютной погрешности аттестованных значений при $P=0,95$ от $\pm 0,00013$ % до $\pm 0,6$ %.</p> | <p>ГСО 6569-93 – 6573-93 (комплект М183)</p> <p>ГСО 10879-2017 (комплект VSLT1)</p> <p>ГСО 4355-88 – 4359-88 (комплект М166)</p> <p>ГСО 12151-2023 - 12158-2023 (набор VSAC22)</p> |
| <p><i>Примечание – Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, стандартные образцы утвержденного типа с действующими паспортами, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.</i></p> | | |

6.2 При выборе средств поверки в части стандартных образцов (далее – 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 серийного 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.

10.2 Проверку идентификационного наименования и номера версии ПО проводят в Панели инструментов («Control Panel») операционной системы WINDOWS, выбрав пункт «Программы и компоненты» («Programs and Features»). В открывшемся окне найти в списке установленных программ идентификационное наименование ПО «The Analyst» и номер версии ПО. Дополнительно номер версии ПО отображается в основном меню программы «The Analyst».

10.3 Идентификационное наименование и номер версии ПО должны соответствовать данным, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО спектрометра

| Идентификационные данные (признаки) | Значение |
|--|-------------|
| Идентификационное наименование ПО | The Analyst |
| Номер версии ПО (идентификационный номер ПО) | 1.X* |
| Цифровой идентификатор ПО | – |

*«X» не относится к метрологически значимой части ПО и может принимать численные значения от 0 до 9.

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала

11.1.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения (далее – СКО) результатов измерений выходного сигнала проводят при помощи стандартных образцов (далее – СО) по п. 6.1 настоящей методики поверки (далее – МП). 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 в абсолютной форме для выбранных элементов (длина волны эмиссии для выбранных элементов устанавливается автоматически при помощи программного обеспечения спектрометров). Полученные результаты измерений записывают 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 по п. 11.1, используя полученные результаты измерений.

11.3 Проверка чувствительности

11.3.1 Проверку чувствительности спектрометров проводят путем измерений интенсивности эмиссионного излучения марганца в абсолютной форме на длине волны (293 ± 2) нм. Для этого используют один из СО по п. 6.1 настоящей МП, массовая доля марганца в котором находится в диапазоне от 0,1 % до 1,6 %.

11.3.2 Проводят не менее 5 измерений интенсивности выходного сигнала марганца в СО. 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 в абсолютной форме, 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 Полученные значения относительного СКО результатов измерений выходного сигнала не должны превышать пределов, приведенных в таблице 1.

12.4 За диапазон измерений спектрометра принимают данные по таблице 1, если значения относительного СКО результатов измерений выходного сигнала, рассчитанных по п. 12.2, не превышают 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 марганца на длине волны (293 ± 2) нм в абсолютной форме, рассчитанное по (1), усл.ед.;

A_{Mn} – аттестованное значение массовой доли марганца в анализируемом СО, %.

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, утвержденными 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