

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

"22" 03 2022 г.

«ГСИ. Спектрометры лазерные портативные ЛИС-02.

Методика поверки»

МП 74-251-2021

Екатеринбург

2022

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1. РАЗРАБОТАНА** Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиал 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 операции поверки	5
4	Требования к условиям проведения поверки	5
5	Требования к квалификации поверителя	5
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	6
8	Внешний осмотр средства измерений	6
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений	7
10	Проверка программного обеспечения средства измерений	7
11	Определение метрологических характеристик средства измерений	7
12	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	7
13	Оформление результатов поверки	8

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на спектрометры лазерные портативные ЛИС-02 (далее – спектрометры), выпускаемые ООО «НПП «Структурная диагностика», Россия, 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 спектрометра обеспечивается к стандартным образцам, аттестованным путем проведения межлабораторного эксперимента, который допустим приказом Минпромторга РФ от 28.08.2020 г. № 2905, посредством применения поверенных средств измерений, прослеживаемых до соответствующих эталонов.

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
Спектральный диапазон, нм	от 177 до 370
Спектральное разрешение, нм, не более*	0,5
Чувствительность, мВ·нм/%, не менее**	8 000
Предел допускаемого относительного СКО выходного сигнала,%**	10
Нестабильность выходного сигнала спектрометра %, не более**	10
* значение нормировано для Ni на длине волны 221,65 нм с массовой долей Ni не более 15 %.	
** значения нормировано для С (193,09 нм), Cr (313,20 нм), Mn (279,48 нм), Si(288,16 нм), Ni (221,65 нм) с массовой долей этих элементов не более 15 %.	

2 Нормативные ссылки

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 Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»;

- Приказ Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 г. N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

- Приказ 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».

3 Перечень операции поверки

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

Таблица 2 - Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при поверке	
		первичная	периодическая
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
Внешний осмотр	8	да	да
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	9	да	да
Проверка программного обеспечения	10	да	да
Определение метрологических характеристик	11		
Проверка относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) выходного сигнала j -го элемента, чувствительности и спектрального разрешения	11.1	да	да
Проверка нестабильности выходного сигнала	11.2	да	да
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	12	да	да

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 все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения поверка прекращается, спектрометр бракуется.

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 квалификации поверителя

5.1 К проведению работ по поверке спектрометра допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в установленном порядке в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на спектрометр.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,108 до 2,63 %; границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ от $\pm 0,002$ до $\pm 0,01$ %	Стандартный образец стали легированной УГ 35б, рег. номер в ФИФ ГСО 6384-92
	Средство измерений температуры и относительной влажности с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 4	Термогигрометр электронный «CENTER» 313, рег. номер в ФИФ 22129-09
Раздел 11 Определение метрологических характеристик	Интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,108 до 2,63 %; границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ от $\pm 0,002$ до $\pm 0,01$ %	Стандартный образец стали легированной УГ 35б, рег. номер в ФИФ ГСО 6384-92

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

6.3 Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, 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 Российской Федерации от 15.12.2020 г. 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 описании типа;
- наличие 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 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.2 Подготавливают спектрометр в соответствии РЭ.

9.3 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготавливают в соответствии с инструкцией по применению средства измерений, используемые при поверке, и согласно их эксплуатационной документации.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) спектрометра. Идентификационные наименования и номера версий ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	LIS
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 2.х.х*
Цифровой идентификатор ПО	-

* х – буквенные или цифровые суффиксы

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) выходного сигнала j -го элемента, чувствительности и спектрального разрешения.

11.1.1 Проверку относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) выходного сигнала j -го элемента, чувствительности и спектрального разрешения проводят с помощью стандартных образцов в соответствии с п.6 настоящей методики поверки.

11.1.2 В разделе «Настройки» встроенного ПО переходят в «Расширенные настройки» спектрометра и выбирают меню «Поверка», следуя указаниям на экране, проводят не менее 10 измерений интенсивности выходного сигнала для линий С (193,09 нм), Сг (313,20 нм), Мп (279,48 нм), Si (288,16 нм), Ni (221,65 нм) на эмиссионном спектре. Значения ОСКО, чувствительности, спектрального разрешения (ширина пика при длине волны 221,65 нм на середине его высоты) выводятся на экран спектрометра.

11.2 Проверка нестабильности выходного сигнала.

11.2.1 Нестабильность выходного сигнала спектрометра за 2 часа оценивается после повторения операций по п. 11.1 не менее чем через 2 часа работы спектрометра.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 При помощи встроенного ПО рассчитывается ОСКО выходного сигнала j -го элемента по формуле

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

где \bar{I}_j – среднее арифметического интенсивности выходного сигнала j -го элемента, которое рассчитывается в ПО спектрометра по формуле

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

где I_{ij} – результат i -го измерения для j -го элемента, мВ·нм;
 n – число измерений интенсивности.

Полученные значения ОСКО выходного сигнала j -го элемента должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.2 При помощи встроенного ПО рассчитывается чувствительность для j -го элемента по формуле

$$S_j = \frac{\bar{I}_j}{\omega_j}, \quad (3)$$

где ω_j – массовая доля j -го элемента, %.

Полученные значения чувствительности для j -го элемента должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.3 Рассчитывают нестабильность выходного сигнала спектрометра за 2 часа по формуле

$$st_j = \frac{|\bar{I}_{j1} - \bar{I}_{j2}|}{\bar{I}_{j1}} \cdot 100, \quad (4)$$

где \bar{I}_{j1} – среднее значение интенсивности выходного сигнала j -го элемента, полученное при измерении стандартного образца по п. 11.1 и рассчитанное встроенным ПО по п. 12.1, мВ·нм;

\bar{I}_{j2} – среднее значение интенсивности выходного сигнала j -го элемента, полученное при измерении стандартного образца спустя 2 часа работы спектрометра по п.11.2 и рассчитанное встроенным ПО по п. 12.1, мВ·нм.

Полученные значения нестабильности выходного сигнала спектрометра за 2 часа по всем элементам должны удовлетворять требованиям таблицы 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 и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», или в соответствии с порядком, действующим на момент проведения поверки, или действующими на момент поверки нормативно правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

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

13.4 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» или действующими на момент проведения поверки нормативными правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

13.5 Сведения о результатах 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 проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

Разработчик:

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



Е.В. Вострокнутова