

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**
_____ **2023 г.**

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы оптико-эмиссионные СТИЛ

Методика поверки

МП 42-221-2023

Екатеринбург

2023

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. 221 Лифинцева М.Н.
- 3 СОГЛАСОВАНА** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2023 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ	4
2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....	5
3 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ	6
4 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ.....	7
5 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ	7
6 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ.....	7
7 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ	8
8 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ	9
9 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ	9
10 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ	9
11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ.....	9
12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	11

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы оптико-эмиссионные СТИЛ (далее – анализаторы), выпускаемые ООО «ЛВП «СНК», г. Москва. Анализаторы подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке. Поверка анализаторов должна проводиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость анализатора обеспечивается к ГЭТ 196 «ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов» согласно поверочной схеме по Приказу Росстандарта от 07.08.2023 г. № 1569 методом прямых измерений с помощью стандартных образцов утвержденных типов (СО) с установленной прослеживаемостью к ГЭТ 196.

Допускается применение СО с установленной прослеживаемостью по линейной цепи, восходящей к одному из первичных эталонов: ГЭТ 196 или ГЭТ 176 «ГПЭ единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии».

В отсутствии СО с установленной прослеживаемостью к эталону единицы величины того же рода, допускается демонстрировать прослеживаемость к ГЭТ 3 «ГПЭ единицы массы (килограмма)» посредством применения СО утверждённых типов, метрологические характеристики которых определены гравиметрическим методом или методом межлабораторного эксперимента с использованием аттестованных методик измерений, предусматривающих применение поверенных весов, прослеживаемых к ГЭТ 3 в соответствии с поверочной схемой по Приказу Росстандарта от 04.07.2022 № 1622.

1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов с диапазонами измерений (ДИ), указанными в таблице 1, используемых в качестве средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значение для исполнений			
	СТИЛ-М3	СТИЛ-М4	СТИЛ-М5	СТИЛ-М6
Спектральный диапазон, нм	от 165 до 580		от 145 до 580 ¹⁾	
Диапазон измерений массовой доли элементов в образцах, %	от 0,002 до 100			
Пределы допускаемой относительной погрешности ²⁾ результата измерений массовой доли элементов, %, в поддиапазонах: - от 0,002 до 0,1 % включ. - св. 0,1 до 10,0 % включ. - св. 10,0 до 50,0 % включ. - св. 50,0 до 100 % включ.	±30 ±15 ±10 ±4	±20 ±11 ±7 ±4	±20 ±11 ±7 ±4	
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения ²⁾ (СКО) результата измерений массовой доли элементов, %, в поддиапазонах: - от 0,002 до 0,1 % включ. - св. 0,1 до 10,0 % включ. - св. 10,0 до 50,0 % включ. - св. 50,0 до 100 % включ.	20,0 10,0 5,0 2,0	15,0 5,0 4,0 2,0	15,0 5,0 4,0 2,0	
Чувствительность ³⁾ , усл.ед./%, не менее	80			
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала ³⁾ , %	6	2	2	
¹⁾ Спектральный диапазон с возможностью расширения до 800 нм (по специальному заказу). ²⁾ Значения установлены при измерении массовых долей Si, Mn, Cr, Ni, Mo, Ti, Cu, Al, P, S, C, W, V, Nb, Fe, Pb, Zn, As, Sn в ГСО 8456-2003, ГСО 8876-2007, ГСО 11878-2022, ГСО 11428-2019, ГСО 2141-81. ³⁾ Значение нормировано для железа с массовой долей от 0,1 до 0,4 %.				

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы*:

- ГОСТ 12.2.007.0-75 ССБТ. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности;

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

* Примечание – При пользовании настоящим документом целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим документом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

- Приказ Росстандарта от 04.07.2022 № 1622 Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы;
- СП 2.6.1.2612-10 Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99/2010);
- СанПиН 2.6.1.2523-09 Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009);
- СанПиН 2.6.1.3289-15 Гигиенические требования по обеспечению радиационной безопасности при обращении с источниками, генерирующими рентгеновское излучение при ускоряющем напряжении до 150 кВ.

3 Перечень операций поверки

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

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1 Внешний осмотр	да	да	8
2 Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
3 Проверка программного обеспечения	да	да	10
4 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	11
4.1 Проверка чувствительности	да	да	11.1
4.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала	да	да	11.2
4.3 Проверка диапазона измерений и определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) результата измерений массовой доли элементов	да	нет*	11.3
4.4 Определение относительной погрешности результата измерений массовой доли элементов	да	нет*	11.4
* При периодической поверке анализаторов, которые применяются в соответствии с аттестованными методиками измерений, разработанными для конкретных объектов, операции по п.п. 4.3, 4.4 не выполняют. Инструментальную часть неисключенной систематической погрешности в таких методиках оценивают на основании допускаемых значений чувствительности и СКО выходного сигнала.			

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

3.3 Допускается проведение периодической поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений в соответствии с заявлением владельца анализатора с обязательным указанием информации об объеме проведенной поверки в соответствии с порядком, действующим на дату проведения поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +10 до +40;
- относительная влажность, %, не более 75.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке анализаторов допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие РЭ на анализаторы, настоящую методику поверки и работающие в качестве поверителей в организации, аккредитованной на право поверки средств измерений физико-химического состава и свойств веществ.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки 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 средства измерений	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 10 °С до 40 °С, абсолютная погрешность ± 1 °С. Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне измерений до 75 %, абсолютная погрешность ± 3 %	Термогигрометр ИВА-6А-КП-Д, рег. № 46434-11
Раздел 11, пункты 11.1, 11.2 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства метрологическим требованиям	Матричные стандартные образцы с массовой долей железа от 0,1 % до 0,4 % и относительной погрешностью в интервале ± 7 %	ГСО 11428-2019

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 11, пункты 11.3, 11.4 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства метрологическим требованиям	Матричные стандартные образцы с массовой долей элементов от 0,002 % до 0,1 % и относительной погрешностью в интервале ± 15 %	ГСО 11428-2019 ГСО 11878-2022 ГСО 8456-2003 ГСО 8876-2007
	Матричные стандартные образцы с массовой долей элементов св. 0,1 % до 10,0 % и относительной погрешностью в интервале $\pm 7,5$ %	ГСО 11428-2019 ГСО 11878-2022 ГСО 8456-2003 ГСО 8876-2007 ГСО 2141-81
	Матричные стандартные образцы с массовой долей элементов св. 10,0 % до 50,0 % и относительной погрешностью в интервале $\pm 5,0$ %	ГСО 11428-2019 ГСО 8456-2003 ГСО 8876-2007 ГСО 2141-81
	Матричные стандартные образцы с массовой долей элементов св. 50,0 % до 100 % и относительной погрешностью в интервале $\pm 2,0$ %	ГСО 11428-2019 ГСО 2141-81

6.2 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены, СО должны иметь действующие паспорта.

6.3 Допускается применение аналогичных СО утвержденных типов, обеспечивающих соотношение погрешности аттестованного значения содержания компонента в СО к погрешности поверяемого СИ не более 0,5.

При выборе средств поверки предпочтительным является использование СО утвержденного типа с установленной прослеживаемостью к государственному первичному эталону единицы величины 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 N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0, СП 2.6.1.2612-10 Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99/2010), СанПиН 2.6.1.2523-09 Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009), СанПиН 2.6.1.3289-15 Гигиенические требования по обеспечению радиационной безопасности при обращении с источниками, генерирующими рентгеновское излучение при ускоряющем напряжении до 150 кВ.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведённым в описании типа;
- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора;
- устанавливают наличие маркировки с указанием типа и серийного номера анализатора;
- проверяют комплектность анализатора.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 С помощью средств измерений (СИ), указанных в таблице 3, проверяют соответствие условий поверки требованиям пункта 4.1 настоящей методики.

9.2 Перед проведением поверки выполняют подготовительные работы, указанные в Руководстве по эксплуатации на анализаторы и в эксплуатационных документах на средства поверки.

9.3 При необходимости проводят настройку анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации с помощью образцов из комплекта поставки, соответствующих по составу анализируемым образцам.

9.4 Для определения абсолютной интенсивности по линии железа 385,99 нм необходимо выбрать в ПО анализатора режим анализа «Fe – основная программа», метод отображения «Абсолютная интенсивность» и отслеживать показания интенсивности, обозначенные как Fe38599_1.

9.5 При опробовании проверяют правильность функционирования анализатора в соответствии с Руководством по эксплуатации.

9.6 Результат опробования считают положительным, если анализатор функционирует в соответствии с Руководством по эксплуатации

10 Проверка программного обеспечения

Для проверки соответствия встроенного метрологически значимого программного обеспечения (ПО) выполнить следующие операции:

- 1) провести визуализацию идентификационных данных ПО анализатора (номер версии) на ПК;
- 2) сравнить полученные данные с номером версии, установленным при проведении испытаний в целях утверждения типа и указанным в описании типа анализатора.

Результаты проверки программного обеспечения считать положительными, если номер версии соответствует указанному в Описании типа анализатора, приведенному в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

1) Установить СО таким образом, чтобы рабочий участок СО обеспечивал полное перекрытие отверстия анализатора для прожига измеряемого образца.

2) Создать или открыть измерительное приложение в ПО анализатора, полностью соответствующее измеряемым образцам, провести настройку в соответствии с Руководством по эксплуатации.

11.1 Проверка чувствительности

1) Провести не менее 9 измерений ($i=1\dots n, n\geq 9$) массовой доли железа на длине волны 385 нм для соответствующего СО по таблице 3.

2) По результатам измерений выходного сигнала рассчитать чувствительность для железа, $S_{\text{чFe}}$, усл.ед./%, по формуле

$$S_{\text{чFe}} = \frac{\overline{I_{\text{Fek}}}}{C_{\text{атFek}}}, \quad (1)$$

где $C_{\text{атFek}}$ – аттестованное значение массовой доли железа в k -ом СО, %.

$\overline{I_{\text{Fek}}}$ – среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала железа в k -ом СО, усл.ед., рассчитанное по формуле

$$\overline{I_{\text{Fek}}} = \frac{\sum_{i=1}^n I_{\text{Feik}}}{n}, \quad (2)$$

где I_{Feik} – i -ый результат измерений интенсивности выходного сигнала железа в k -ом СО, усл.ед.

Результаты считают положительными, если рассчитанное значение чувствительности анализатора удовлетворяет требованиям таблицы 1.

11.2 Проверка относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала

1) По результатам измерений, выполненных по п.11.1, рассчитать относительное СКО выходного сигнала по формуле

$$S_{\text{вп}} = \frac{100}{\overline{I_{\text{Fek}}}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_{\text{Feik}} - \overline{I_{\text{Fek}}})^2}{(n-1)}}. \quad (3)$$

2) Результаты считают положительными, если рассчитанные значения относительного СКО выходного сигнала удовлетворяют требованиям таблицы 1.

11.3 Проверка диапазона измерений и определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) результата измерений массовой доли элементов

1) СО выбрать в зависимости от поверяемого поддиапазона измерений анализатора.

В каждом поддиапазоне выбрать не менее двух элементов в СО с массовой долей, соответствующей началу и концу поддиапазона измерений. Провести измерения массовой доли каждого выбранного элемента не менее 9 раз.

2) Рассчитать среднее арифметическое результата измерений массовой доли j -го элемента в k -ом СО, $\overline{C_{jk}}$, %, по формуле

$$\overline{C_{jk}} = \frac{\sum_{i=1}^n C_{jki}}{n}, \quad (4)$$

где C_{jki} – i -ый результат измерений массовой доли j -го элемента в k -ом СО, %.

3) Значение относительного СКО результата измерений массовой доли j -го элемента в k -ом СО, S_{jk} , %, рассчитать по формуле

$$S_{jk} = \frac{100}{\overline{C_{jk}}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_{jki} - \overline{C_{jk}})^2}{(n-1)}}. \quad (5)$$

4) Результаты считают положительными, если рассчитанные значения относительного СКО результатов измерений массовой доли удовлетворяют требованиям таблицы 1.

11.4 Определение относительной погрешности результата измерений массовой доли элементов

1) Рассчитать относительную погрешность результата измерений массовой доли j -го элемента в k -ом СО, δ_{jk} , % по формуле

$$\delta_{jk} = \frac{\frac{t \cdot S_{jk}}{\sqrt{n}} + \Theta_{jk}}{\frac{S_{jk}}{\sqrt{n}} + \frac{\Theta_{jk}}{\sqrt{3}}} \cdot \sqrt{\frac{S_{jk}^2}{n} + \frac{\Theta_{jk}^2}{3}}, \quad (6)$$

где t – коэффициент Стьюдента для $P=0,95$ и $n=9$;

Θ_{jk} – значение неисключенной систематической составляющей относительной погрешности, %, которое рассчитать по формуле

$$\Theta_{jk} = \frac{100}{C_{атjk}} \left| \overline{C}_{jk} - C_{атjk} \right| + \left| \delta_{C_{атjk}} \right|, \quad (7)$$

где $C_{атjk}$ – аттестованное значение j -го элемента в k -ом СО, %;

$\delta_{C_{атjk}}$ – значение относительной погрешности аттестованного значения j -го элемента в k -ом СО, %.

2) Результаты считают положительными, если рассчитанные значения относительной погрешности результата измерений массовой доли всех измеренных элементов в каждом СО удовлетворяют требованиям таблицы 1.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки заносят в протокол поверки произвольной формы.

12.2 При положительных результатах поверки средство измерений признают пригодным к применению. При проведении поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений указывается информация об объеме проведенной поверки. Нанесение знака поверки на анализаторы не предусмотрено. Пломбирование анализаторов не предусмотрено.

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

12.4 По заявлению владельца СИ или лица, представившего СИ на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке, при отрицательных – извещение о непригодности.

12.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком.

Ведущий инженер лаб. 221 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

 М.Н. Лифинцева