



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РЕГИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР СТАНДАРТИЗАЦИИ,
МЕТРОЛОГИИ И ИСПЫТАНИЙ В Г. МОСКВЕ И МОСКОВСКОЙ ОБЛАСТИ»
(ФБУ «РОСТЕСТ-МОСКВА»)

СОГЛАСОВАНО
Заместитель генерального директора

А.Д. Меньшиков

«20» сентября 2024 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

АНАЛИЗАТОРЫ ОПТИКО-ЭМИССИОННЫЕ АРГОН-7

Методика поверки

PT-МП-869-06-2024

г. Москва
2024 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы оптико-эмиссионные АРГОН-7 (далее – анализаторы) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Выполнение всех требований настоящей методики обеспечивает прослеживаемость поверяемого средства измерений к следующим государственным первичным эталонам:

- ГЭТ 3-2020 в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений массы, утвержденной приказом Росстандарта от 04 июля 2022 г. № 1622;

- ГЭТ 176-2019 в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта от 19 февраля 2021 г. № 148;

- ГЭТ 196-2023 в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов, а также флуоресценции в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов, утвержденной приказом Росстандарта от 07 августа 2023 г. № 1569.

При определении метрологических характеристик средства измерений используется метод прямых измерений.

По заявлению владельца средства измерений допускается проведение периодической поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений с обязательным указанием информации об объеме проведенной поверки в соответствии с порядком, действующим на дату проведения поверки.

В результате поверки должны быть подтверждены метрологические характеристики, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значение
Спектральный диапазон, нм: - АРГОН-7; - АРГОН-7А; - АРГОН-7Л; - АРГОН-7АЛ	от 172 до 420 от 146 до 420 от 172 до 780 от 146 до 780
Диапазон измерений массовой доли элементов в образцах, %	от 0,0001 до 99,9
Пределы допускаемой относительной погрешности ¹⁾ измерений массовой доли элементов, %, в поддиапазонах: - от 0,0001 % до 0,003 % включ. - св. 0,003 % до 0,1 % включ. - св. 0,1 % до 3,0 % включ. - св. 3,0 % до 10,0 % включ. - св. 10,0 % до 30,0 % включ. - св. 30,0 % до 99,9 %	±30 ±15 ±7 ±5 ±3 ±2
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения ¹⁾ измерений массовой доли элементов, %, в поддиапазонах: - от 0,0001 % до 0,003 % включ. - св. 0,003 % до 0,1 % включ. - св. 0,1 % до 3,0 % включ. - св. 3,0 % до 10,0 % включ. - св. 10,0 % до 30,0 % включ. - св. 30,0 % до 99,9 %	20 10 5 4 3 2
Чувствительность ²⁾ , усл. ед./%, не менее	10000

Наименование характеристики	Значение
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (относительной интенсивности) ²⁾ , %	2
¹⁾ Значения установлены при измерении массовых долей Be, Mg, C, P, S, Si, Mn, Cr, Ni, Mo, Ti, Cu, Al, W, V, Nb, Fe, Pb, Zn, As, Sn, Li, N, Na в ГСО 10983-2017, ГСО 10744-2016, ГСО 11878-2022, ГСО 11428-2019, ГСО 11515-2020 и др.	
²⁾ Значение нормировано для железа с массовой долей от 0,1 % до 0,5 %.	

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении поверки проводят операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1 Внешний осмотр	Да	Да	7
2 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	8.1
3 Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	8.2
4 Проверка программного обеспечения средства измерений	Да	Да	9
5 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	10
5.1 Определение спектрального диапазона	Да	Да	10.1
5.2 Определение чувствительности	Да	Да	10.2
5.3 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (относительной интенсивности)	Да	Да	10.3
5.4 Определение относительного среднего квадратического отклонения измерений массовой доли элементов	Да	Нет ¹⁾	10.4
5.5 Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов	Да	Нет ¹⁾	10.5

¹⁾ При периодической поверке анализаторов, которые применяются в соответствии с аттестованными методиками измерений, разработанными для конкретных объектов, операции по п.п. 5.4, 5.5 не выполняют. Инструментальную часть неисключенной систематической погрешности в таких методиках оценивают на основании допускаемых значений среднего квадратического отклонения выходного сигнала.

3 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 25;
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 75;
- напряжение переменного тока питающей сети, В от 187 до 242.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К поверке анализаторов допускаются лица, имеющие необходимую квалификацию, опыт поверки средств измерений, изучившие эксплуатационные документы на поверяемые средства измерений, основные средства поверки и настоящую методику поверки.

Требования к количеству специалистов в целях обеспечения безопасности работ и возможности выполнения процедур поверки отсутствуют.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

При проведении поверки применяются средства поверки (основные и вспомогательные), перечисленные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 8.1 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от плюс 15 °С до плюс 25 °С с абсолютной погрешностью не более 1 °С Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 30 % до 75 % с абсолютной погрешностью не более 3 %	Прибор комбинированный Testo 622, рег. № 53505-13
	Средства измерений напряжения питающей сети в диапазоне от 187 до 242 В, с относительной погрешностью не более 1 %	Мультиметр цифровой Fluke 87V MAX, рег. № 80953-21
п. 10.1 Определение спектрального диапазона п. 10.2 Определение чувствительности п. 10.3 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (относительной интенсивности)	Стандартные образцы состава латуни с аттестованным значением массовой доли железа от 0,1 % до 0,5 %, границами допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения стандартного образца при $P=0,95$ не более 5 %	ГСО 11428-2019 (VSLT2-5)

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 10.4 Определение относительного среднего квадратического отклонения измерений массовой доли элементов	Стандартные образцы состава сплавов с аттестованным значением массовой доли компонентов от 0,0001 % до 0,003 %, границами допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения стандартного образца при Р=0,95 не более 15 %	ГСО 10983-2017 (VSA5-0: Be, Mg, Li ¹⁾) ГСО 11428-2019 (VSLT2-5: As)
п. 10.5 Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов	Стандартные образцы состава сплавов с аттестованным значением массовой доли компонентов от 0,003 % до 0,1 %, границами допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения стандартного образца при Р=0,95 не более 7,5 %	ГСО 11428-2019 (VSLT2-5: Sn) ГСО 10744-2016 (ИСО ЛГ 78: С, Р; ИСО ЛГ81: V; ИСО ЛГ77: N ²⁾) ГСО 11515-2020 (ИСО ЧГ45/1: S) ГСО 11428-2019 (VSLT2-5: Pb, Sn)
	Стандартные образцы состава сплавов с аттестованным значением массовой доли компонентов от 0,1 % до 3,0 %, границами допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения стандартного образца при Р=0,95 не более 3,5 %	ГСО 10744-2016 (ИСО ЛГ78: Mn; ИСО ЛГ79: Nb; ИСО ЛГ81: Ti; ИСО ЛГ82: Cu) ГСО 11515-2020 (ИСО ЧГ45/1: Mo, C)
	Стандартные образцы состава сплавов с аттестованным значением массовой доли компонентов от 3,0 % до 10,0 %, границами допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения стандартного образца при Р=0,95 не более 2,5 %	ГСО 10744-2016 (ИСО ЛГ78: W) ГСО 11515-2020 (ИСО ЧГ45/1: Si) ГСО 10744-2016 (ИСО ЛГ79: Ni)
	Стандартные образцы состава сплавов с аттестованным значением массовой доли компонентов от 10,0 % до 30,0 %, границами допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения стандартного образца при Р=0,95 не более 1,5 %	ГСО 10744-2016 (ИСО ЛГ78: Cr; ИСО ЛГ81: Cr, Ni; ИСО ЛГ82: Ni)
	Стандартные образцы состава сплавов с аттестованным значением массовой доли компонентов от 30,0 % до 99,9 %, границами допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения стандартного образца при Р=0,95 не более 1 %	ГСО 10744-2016 (ИСО ЛГ78: Ni) ГСО 11515-2020 (ИСО ЧГ45/1: Cr) ГСО 11428-2019 (VSLT2-5: Cu; VSLT1-5: Cu)

¹⁾ Для модификаций АРГОН-7Л, АРГОН-7АЛ

²⁾ Для модификаций АРГОН-7А, АРГОН-7АЛ

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
<p>Примечание – Допускается использовать при поверке аналогичные стандартные образцы, обеспечивающие соотношение погрешности аттестованного значения содержания компонента в стандартном образце к погрешности поверяемого средства измерений не более 0,5.</p> <p>При выборе средств поверки предпочтительным является использование стандартного образца утвержденного типа с установленной прослеживаемостью к государственному первичному эталону единицы величины того же рода из следующих:</p> <ul style="list-style-type: none"> - ГПЭ единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176; - ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов ГЭТ 196. <p>Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.</p>		

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 Помещение для проведения поверки должно соответствовать правилам техники безопасности и производственной санитарии.

6.2 При проведении поверки анализаторов необходимо соблюдать правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок и требования безопасности, определенные в эксплуатационных документах на оборудование, применяемое при поверке.

6.3 К работе на оборудовании допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности и имеющие удостоверение о проверке знаний.

7 Внешний осмотр средства измерений

При внешнем осмотре анализаторов проверяется:

- соответствие внешнего вида и маркировки описанию типа и эксплуатационной документации на анализаторы;
- отсутствие видимых повреждений анализаторов, которые могут повлиять на работу средства измерений и его органов управления.

Результаты проверки считаются удовлетворительными, если выполняются вышеуказанные требования.

При получении отрицательных результатов по данной операции, процедуру поверки необходимо прекратить, результаты поверки оформить в соответствии с п. 11 данной методики поверки.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

Анализаторы должны предварительно выдерживаться в нерабочем состоянии при температуре окружающего воздуха, указанной в пункте 3, не менее двух часов. Средства поверки и поверяемые анализаторы должны быть подготовлены к работе согласно их эксплуатационным документам. Подготовку анализаторов к работе должны осуществлять лица их эксплуатирующие.

Используемые стандартные образцы (СО) должны быть предварительно отшлифованы с помощью шлифовальной машины или аналогичных приспособлений. После смены СО необходимо чистить камеру столика в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора.

8.1 Контроль условий поверки

8.1.1 Перед проведением операций поверки выполнить контроль условий поверки.

8.1.2 Контроль осуществлять измерением влияющих факторов, указанных в п. 3, с помощью приборов контроля условий поверки (или иных средств измерений указанных параметров). Измерения влияющих факторов проводить в комнате, где проводятся операции поверки.

8.1.3 Результат измерений влияющих факторов должен находиться в пределах, указанных в п. 3. В противном случае поверку не проводят до приведения условий поверки в соответствии с п. 3.

8.2 Опробование

Для опробования взять любой стандартный образец, используемый для поверки, и провести пробное измерение. При опробовании должны быть установлены:

- наличие отображения результатов измерения;
- отсутствие уведомления об ошибках.

При получении отрицательных результатов по данной операции, процедуру поверки необходимо прекратить, результаты поверки оформить в соответствии с п. 11 данной методики поверки.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

Проверить номер версии программного обеспечения анализатора, отображаемый в левом верхнем углу стартового окна программы SP.

Результат проверки считают положительным, если номер версии программного обеспечения не ниже SP1.65.

При получении отрицательных результатов по данной операции, процедуру поверки необходимо прекратить, результаты поверки оформить в соответствии с п. 11 данной методики поверки.

10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Определение спектрального диапазона

Определение спектрального диапазона провести в следующем порядке.

Выбрать аналитическую программу «Проверка чувствительности и СКО выходного сигнала» согласно руководству по эксплуатации и в строку образец ввести: VSLT2-5.

Подготовить и установить на столик ГСО 11428-2019 (VSLT2-5). Провести не менее 5 измерений, проверяя каждый раз качество пятна обжига согласно руководству по эксплуатации. Убедиться в том, что разряд дает качественное пятно обжига.

Очистить таблицу результатов измерения, нажав на кнопку **Новый** на панели инструментов. Затем с помощью кнопки **Старт** на панели инструментов произвести одно измерение стандартного образца VSLT2-5.

Отметить мышкой столбец таблицы с результатом только что произведенного измерения и выполнить команду меню **Измерение/Метрология/Спектральный диапазон**. В появившемся окне считать минимальные и максимальные значения спектрального диапазона.

Результаты операции поверки считать положительными, если определенное значение нижнего предела спектрального диапазона анализатора не более, а значение верхнего предела спектрального диапазона анализатора не менее значений, указанных таблице 1.

10.2 Определение чувствительности

Выбрать программу «Проверка чувствительности и СКО выходного сигнала».

Подготовить и установить на столик ГСО 11428-2019 (VSLT2-5).

Переключить вид отображения результатов измерений командой меню **Вид/Концентрация элементов**. Провести тестовое измерение, очистить результаты измерений.

Провести не менее 9 измерений ($i = 1 \dots n \geq 9$) абсолютной интенсивности железа на длине волны 259,9 нм (линия Fe12).

Нажать кнопку **Провести корректировку** и в открывшемся окне нажать кнопку **Принять**.

Переключить вид отображения результатов измерений командой меню **Вид/Абсолютные интенсивности**.

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

$$S_{\text{ч.}Fe} = \frac{\overline{I_{\text{абс.}Fe}}}{C_{\text{атт.}Fe}} \quad (1)$$

где $C_{\text{атт.}Fe}$ - аттестованное значение массовой доли железа в СО, %;

$\overline{I_{\text{абс.}Fe}}$ - среднее арифметическое значение абсолютной интенсивности выходного сигнала железа, усл. ед., рассчитанное по формуле

$$\overline{I_{\text{абс.}Fe}} = \frac{\sum_{i=1}^n I_{\text{абс.}Fei}}{n} \quad (2)$$

где $I_{\text{абс.}Fei}$ - i -ый результат измерения абсолютной интенсивности выходного сигнала железа, усл. ед.

Результаты операции поверки считать положительными, если рассчитанное значение чувствительности анализатора не менее значения, указанного в таблице 1.

10.3 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (относительной интенсивности)

Для определения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала используются результаты измерений, полученные по п. 10.2.

Переключить отображение результатов измерений командой меню **Вид/Относительные интенсивности**. Выбрать команду меню **Вид/Тип погрешности/Относительное СКО**.

Рассчитать относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала S_{MSE} , %, по формуле

$$S_{MSE} = \frac{100}{\overline{I_{\text{отн.}Fe}}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_{\text{отн.}Fei} - \overline{I_{\text{отн.}Fe}})^2}{(n-1)}} \quad (3)$$

где $\overline{I_{\text{отн.}Fe}}$ - среднее арифметическое значение относительной интенсивности выходного сигнала железа, усл. ед., рассчитанное по формуле

$$\overline{I_{\text{отн.}Fe}} = \frac{\sum_{i=1}^n I_{\text{отн.}Fei}}{n} \quad (4)$$

где $I_{\text{отн.}Fei}$ - i -ый результат определения относительной интенсивности выходного сигнала железа, усл. ед., рассчитанный по формуле

$$I_{\text{отн.}Fei} = \frac{100 \cdot I_{\text{абс.}Fei}}{I_{\text{абс.}Cu}} \quad (5)$$

где $I_{\text{абс.}Cu}$ - i -ый результат измерения абсолютной интенсивности линии сравнения меди, усл. ед.

Результаты операции поверки считать положительными, если рассчитанное значение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала не превышает значения, указанного в таблице 1.

10.4 Определение относительного среднего квадратического отклонения измерений массовой доли элементов

Для определения относительного среднего квадратического отклонения измерений массовой доли элементов применяют СО согласно таблице 3.

В каждом поддиапазоне измерений анализатора выбрать не менее одного элемента СО с массовой долей в зависимости от поверяемого поддиапазона измерений. Для верхнего поддиапазона измерений выбрать не менее двух элементов с массовой долей, соответствующей нижнему (от 30 до 40 %) и верхнему (не менее 95 %) пределам поддиапазона измерений.

Провести измерения массовой доли каждого выбранного элемента не менее 9 раз, предварительно выбрав соответствующую аналитическую программу, вписав в строку образец обозначение используемого СО и выполнив перед измерениями одно не фиксируемое измерение. После серии измерений для каждого СО провести процедуру корректировки в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора.

Рассчитать среднее арифметическое значение результата измерений массовой доли j -го элемента в k -ом СО, \bar{C}_{jk} , %, по формуле

$$\bar{C}_{jk} = \frac{\sum_{i=1}^n C_{jki}}{n} \quad (6)$$

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

Значение относительного среднего квадратического отклонения измерений массовой доли j -го элемента в k -ом СО, S_{jk} , %, рассчитать по формуле

$$S_{jk} = \frac{100}{\bar{C}_{jk}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_{jki} - \bar{C}_{jk})^2}{(n-1)}} \quad (7)$$

Результаты операции поверки считать положительными, если определенные значения относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли не превышают значений, указанных в таблице 1.

10.5 Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов

Для определения относительной погрешности измерений массовой доли элементов используются результаты измерений, полученные по п. 10.4.

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

$$\delta_{jk} = \frac{\frac{t \cdot S_{jk}}{\sqrt{n}} + \theta_{jk}}{\frac{S_{jk}}{\sqrt{n}} + \frac{\theta_{jk}}{\sqrt{3}}} \cdot \sqrt{\frac{S_{jk}^2}{n} + \frac{\theta_{jk}^2}{3}} \quad (8)$$

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

θ_{jk} - значение неисключенной систематической составляющей относительной погрешности, %, рассчитанное по формуле

$$\theta_{jk} = \frac{100}{C_{att,jk}} \cdot |\bar{C}_{jk} - C_{att,jk}| + |\delta_{C_{att,jk}}|, \quad (9)$$

где $C_{\text{атт.}jk}$ - аттестованное значение массовой доли j-го элемента в k-ом СО, %;
 $\delta_{C_{\text{атт.}jk}}$ - значение относительной погрешности аттестованного значения j-го элемента в k-ом СО, %.

Результаты операции поверки считать положительными, если определенные значения относительной погрешности измерений массовой доли всех измеренных элементов в каждом СО не превышают значений, указанных в таблице 1.

11 Оформление результатов поверки

11.1 Сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Порядком создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений.

11.2 При положительных результатах поверки по заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, выдается свидетельство о поверке средства измерений, оформленное в соответствии с действующими нормативно-правовыми документами. При проведении периодической поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений указывается информация об объеме проведенной поверки. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

11.3 При отрицательных результатах поверки по заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, выдается извещение о непригодности к применению средства измерений, оформленное в соответствии с действующими нормативно-правовыми документами.

11.4 Требования к оформлению протокола поверки не предъявляются.

Заместитель директора
Сергиево-Посадского филиала ФБУ «Ростест-Москва»



А.В. Маслова

Начальник отдела № 06/404
Сергиево-Посадского филиала ФБУ «Ростест-Москва»



А.В. Морозов