

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

ФГУП «ВНИИМ 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 " 03 2026 г.

**«ГСИ. Анализаторы оптико-эмиссионные СТИЛ.  
Методика поверки»**

**МП 5-221-2026**

Екатеринбург

2026

## 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: вед. инженер лаб. 221, Лифинцева М.Н.
3. СОГЛАСОВАНА: УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2026 г.

## СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения.....	4
2	Нормативные ссылки.....	6
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 .....	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 и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям .....	10
12	Оформление результатов поверки .....	12

## 1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на анализаторы оптико-эмиссионные СТИЛ (далее – анализаторы) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка должна проводиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость:

- 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» путём применения стандартных образцов утвержденных типов в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах» и приказом Росстандарта от 17.05.2021 г. № 761 «О внесении изменений в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148», методом прямых измерений с помощью стандартных образцов утвержденного типа с установленной прослеживаемостью к ГЭТ 176;

- к ГЭТ 3-2020 «Государственный первичный эталон единицы массы - килограмма» путем 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 государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 04.07.2022 г. № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы».

1.3 В настоящей методике реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, 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 исполнений				
	СТИЛ-М1	СТИЛ-М3	СТИЛ-М4	СТИЛ-М6	СТИЛ-М5
Диапазон измерений массовой доли элементов в образцах, %	от 0,001 до 100				от 0,0001 до 100
Пределы допускаемой относительной погрешности <sup>1)</sup> результата измерений массовой доли элементов, %, в поддиапазонах: - от 0,0001 до 0,1 % включ. - от 0,001 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 ±10 ±5 ±1			±20 - ±10 ±5 ±1
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения <sup>1)</sup> (СКО) результата измерений массовой доли элементов, %, в поддиапазонах: - от 0,0001 до 0,1 % включ. - от 0,001 до 0,1 % включ. - св. 0,1 до 10,0 % включ. - св. 10,0 до 50,0 % включ. - св. 50,0 до 100 % включ.		- 10 5 4 2			10 - 5 4 2
Чувствительность <sup>2)</sup> , усл.ед./%, не менее	80				
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала <sup>2)</sup> , %		2			1
<sup>1)</sup> Значения нормированы для элементов в стандартных образцах сплавов на железной основе. <sup>2)</sup> 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<sup>1</sup>:

Приказ Росстандарта от 19.02.2021 № 148 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах».

Приказ Росстандарта от 17.05.2021 № 761 «О внесении изменений в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148».

Приказ Росстандарта от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы».

Приказ Минтруда России от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

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

ГОСТ 12.2.007.0-75 «ССБТ. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности».

## 3 Перечень операций поверки

3.1 Для поверки 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

<sup>1</sup>При использовании 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 использовании 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.

Наименование операции	Обязательность проведения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
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 по заявлению владельца анализатора в соответствии с приказом Минпромторга России от 31 июля 2020 № 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.

#### **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 анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в установленном порядке в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и изучившие руководство по эксплуатации на анализаторы (далее – РЭ).

5.2 Для получения экспериментальных данных с анализатора допускается участие сервис-инженера или оператора, обслуживающего средство измерений.

#### **6 Метрологические и технические требования к средствам поверки**

- 6.1 При проведении поверки применяют средства поверки 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 40 °С, с абсолютной погрешностью не более $\pm 1$ °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне измерений относительной влажности до 75 %, с абсолютной погрешностью не более $\pm 3$ %	Термогигрометры электронные «CENTER» моделей 316, 317, рег. № 22129-09
Раздел 11, пункты 11.1, 11.2 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства метрологическим требованиям	Стандартные образцы с массовой долей железа от 0,1 % до 0,4 % и относительной погрешностью в интервале $\pm 7$ %	ГСО 11428-2019
Раздел 11, пункты 11.3, 11.4 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства метрологическим требованиям	Стандартные образцы сплавов на железной основе, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0001 % до 0,1 % включ., относительная погрешность аттестованных значений при $P=0,95$ не более $\pm 10$ %	ГСО 11428-2019 ГСО 11878-2022 ГСО 8456-2003 ГСО 8876-2007 ГСО 2141-81
	Стандартные образцы сплавов на железной основе, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов от 0,001 % до 0,1 % включ., относительная погрешность аттестованных значений при $P=0,95$ не более $\pm 10$ %	
	Стандартные образцы сплавов на железной основе, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов св. 0,1 % до 10 % включ., относительная погрешность аттестованных значений при $P=0,95$ не более $\pm 5$ %	
	Стандартные образцы сплавов на железной основе, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов св. 10 % до 50 % включ., относительная погрешность аттестованных значений при $P=0,95$ не более $\pm 2,5$ %	
	Стандартные образцы сплавов на железной основе, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов св. 50 % до 100 %, относительная погрешность аттестованных значений при $P=0,95$ не более $\pm 0,5$ %	

6.2 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены, данные о их поверке должны быть внесены в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (далее – ФИФ ОЕИ), стандартные образцы (далее – СО) должны иметь действующие паспорта.

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

6.4 Допускается применение аналогичных средств поверки с метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающими требуемую точность передачи единиц величин поверяемому средству измерений согласно соответствующей государственной поверочной схеме.

## **7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки**

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации 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 анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- соответствие комплектности сведениям, приведенным в описании типа;
- наличие маркировки с указанием типа и серийного номера анализатора;
- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность анализатора.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре анализатора выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, поверка прекращается, анализатор бракуется.

## **9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений**

9.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.2 Перед проведением поверки выполняют подготовительные работы, указанные в РЭ на анализатор и в эксплуатационных документах на средства поверки.

9.3 При необходимости проводят настройку анализатора в соответствии с РЭ на анализатор 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 программном обеспечении (далее – 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 РЭ на анализатор.

9.6 Результат опробования считают положительным, если анализатор функционирует в соответствии с РЭ.

## 10 Проверка программного обеспечения средства измерений

Для проверки соответствия встроенного метрологически значимого ПО выполнить следующие операции:

- 1) запустить ПО анализатора;
- 2) номер версии ПО анализатора отображается в верхней левой части интерфейса независимо от того, какой модуль ПО запущен;

The screenshot shows the STIA software interface. At the top left, a window title reads "СТИЛ-М4. ПО ОЕС 4.0.0.1". Below the menu bar, there is a table with columns for element symbols, program names, and detection limits. The main window displays a large table titled "Пределы обнаружения в сталях и сплавах на основе железа" (Detection limits in steels and iron-based alloys). Below this, there is another table titled "Пределы обнаружения в сплавах на основе никеля" (Detection limits in nickel-based alloys).

Эл-т	Основная программа	Низколегированные стали	Чугун	Нерассеивающие стали	Высокоуглеродистые стали	Высокоуглеродистый чугун	Высоконикелевый чугун	Инструментальные стали
C	0.006-4.5	0.006-1.3	1.8-4.5	0.006-2.5	0.5-2.4	0.9-3.4	1.2-3.8	0.06-2.2
Si	0.01-4.2	0.01-2.9	0.2-4.2	0.09-4.0	0.3-1.7	0.2-2.5	0.04-3.5	0.04-1.5
Mn	0.001-23	0.03-14	0.06-4.7	0.12-18	3.3-23	0.1-2.4	0.001-8.8	0.04-1.7
P	0.0015-0.8	0.002-0.12	0.02-0.8	0.003-0.3	0.01-0.2	0.01-0.3	0.0015-0.56	0.004-0.007
S	0.0015-0.46	0.002-0.46	0.003-0.2	0.001-0.4	0.006-0.11	0.01-0.15	0.0015-0.56	0.001-0.06
Cu	0.0015-32	0.01-12.5	0.05-2.8	7.4-32	0.08-3.8	0.4-34	0.0015-0.24	1.8-8.1
Ni	0.0025-40	0.004-4.4	0.05-5.1	0.8-40	0.04-3.5	0.05-2.75	0.0015-9.1	0.07-0.55
Mo	0.0015-9.4	0.004-1.76	0.01-2.1	0.08-4.2	0.1-2.0	0.1-4	0.9-36.6	0.02-9.4
Al	0.003-1.7	0.003-0.5	0.002-0.25	0.005-1.7	0.006-0.12	0.06-1.5	0.0015-1.9	0.005-1.8
Co	0.001-4.5	0.002-0.7	0.06-2.0	0.05-4.5	0.02-0.6			0.04-0.5
Cr	0.001-16	0.001-0.5	0.008-0.03	0.008-0.62	0.007-0.1		0.005-0.3	0.008-16
Ti	0.002-1.1	0.002-0.5	0.007-0.7	0.005-1.1	0.004-0.4	0.01-0.14		
Mb	0.002-2.0	0.002-0.53	0.002-0.7	0.02-2.0	0.08-0.42	0.1-0.7		
V	0.003-2.5	0.003-0.9	0.01-0.7	0.02-0.58	0.01-0.84	0.02-1.2	0.003-0.38	0.03-2.5
Ca	0.0001-0.001		0.001-0.14					
B	0.006-0.3	0.006-0.02	0.002-0.3	0.007-0.02				
Zn	0.001-0.3	0.001-0.09	0.003-0.3	0.003-0.05				
As	0.001-0.1	0.001-0.1	0.008-0.09	0.008-0.09				
Sb	0.0005-0.2	0.002-0.02	0.004-0.2					

  

Эл-т	Чистый Ni	Монель	Хастеллой	Инконел	Никоник
C	0.0145-0.107	0.0051-0.266	0.005-0.197	0.007-0.13	0.01-0.71
Si	0.011-0.35	0.04-2.85	0.015-1.3	0.06-2.07	0.01-6.49
Mn	0.02-0.35	0.11-2.15	0.099-1.19	0.025-1.32	0.001-1.53

- 3) сравнить отображаемые данные с номером версии, установленным при проведении испытаний в целях утверждения типа и указанным в описании типа анализатора.

Результаты проверки ПО считать положительными, если номер версии соответствует указанному в Описании типа анализатора, приведенному в ФИФ ОЕИ.

## 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 РЭ.

### 11.1 Проверка чувствительности

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

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

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

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

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

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

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 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала

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

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

11.2.2 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

11.3.1 СО выбрать в зависимости от поверяемого поддиапазона измерений анализатора.

В каждом поддиапазоне выбрать не менее двух элементов в СО. Провести измерения массовой доли каждого выбранного элемента не менее 9 раз.

11.3.2 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, %.

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

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

11.3.4 Результаты проверки диапазона измерений и определения относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли элементов считают положительными, если рассчитанные значения относительного СКО результатов измерений массовой доли элементов удовлетворяют требованиям таблицы 1.

## 11.4 Определение относительной погрешности результата измерений массовой доли элементов

11.4.1 Рассчитать относительную погрешность результата измерений массовой доли  $j$ -го элемента в  $k$ -ом СО,  $\delta_{jk}$ , % 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  $n=9$ ;

$\Theta_{jk}$  - значение неисключенной систематической составляющей относительной погрешности, %, которое рассчитать по формуле

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

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

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

11.4.2 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 оформляются протоколом в произвольной форме.

12.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению.

12.3 Нанесение знака поверки на анализаторы не предусмотрено.

12.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению.

12.5 Сведения о результатах поверки передают в ФИФ ОЕИ в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки.

12.6 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 или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещение о непригодности к применению средства измерений.

**Разработчик:**

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



**М.Н. Лифинцева**