

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссий-
ский 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

_____ 2022 г.

**«ГСИ. Анализаторы оптико-эмиссионные СХР
Методика поверки»
МП 60-221-2022**

Екатеринбург
2022

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 ИСПОЛНИТЕЛИ: А.С. Васильев, научный сотрудник УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева

3 СОГЛАСОВАНА: УНИИМ - филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева в 2022 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	5
6 Метрологические и технические требования к средствам поверки	6
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 и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	7
12 Оформление результатов поверки	8

Дата введения в действие:

1 Общие положения

1.1 Настоящий документ распространяется на анализаторы оптико-эмиссионные СХР (далее – анализаторы) выпускаемые Wuxi Create Analytical Instrument Co., Ltd, Китай, предназначенные для измерений массовой доли элементов в металлах и сплавах, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость обеспечивается к ГЭТ 3-2020 «Государственный первичный эталон единицы массы (килограмм)» посредством применения стандартных образцов утвержденных типов, метрологические характеристики которых определены методом межлабораторного эксперимента с использованием аттестованных (стандартизованных) методик измерений, предусматривающих применение поверенных весов, прослеживаемых к ГЭТ 3-2020 в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 29.12.2018 № 2818 «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 анализаторов оптико-эмиссионных СХР, используемых в качестве средств измерений в соответствии с государственной поверочной схемой, приведенной в разделе 2 настоящей методики поверки. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой доли элементов в твердых образцах, %	от 0,001 до 50
Пределы допускаемой относительной неисключенной составляющей систематической погрешности измерений массовой доли элементов, %, в поддиапазонах:	
- от 0,001 до 0,1 % включ.	±30
- св. 0,1 до 1,0 % включ.	±10
- св. 1,0 до 50 % включ.	±5,0
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения (СКО) массовой доли элементов, %, в поддиапазонах:	
- от 0,001 до 0,1 % включ.	30
- св. 0,1 до 1,0 % включ.	10
- св. 1,0 до 50 % включ.	5,0

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике использованы ссылки на следующие документы:

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

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

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

Приказ Росстандарта Российской Федерации от 29.12.2018 № 2818 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»

3 Перечень операций поверки средства измерений

3.1 При проведении поверки выполняются 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 которыми выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	Да	Да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	Да	9
Проверка программного обеспечения	Да	Да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	11
Определение относительной неисключенной составляющей систематической погрешности погрешности и проверка диапазона измерений массовой доли элементов	Да	Да	11.1
Определение относительного среднего квадратического отклонения массовой доли элементов	Да	Да	11.2

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем необходимые операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, анализатор признают непригодным к эксплуатации.

3.3 Допускается проведение поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений в соответствии с заявлением владельца анализатора с обязательным указанием информации об объеме проведенной поверки 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 соблюдают следующие нормальные условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 5 до 40;
- относительная влажность, % от 10 до 90;
- атмосферное давление, кПа от 84,0 до 106,7.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению поверки допускаются лица, изучившие руководство по эксплуатации на поверяемые анализаторы, эксплуатационную документацию на средства

поверки, настоящую методику и работающие в организации, аккредитованной на право поверки физико-химических средств измерений.

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	Средство измерений температуры, относительной влажности и давления с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 4	Термогигрометр ИВА-6А-КП-Д, рег. № 46434-11.
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Стандартный образец массовой доли элементов в металлах и сплавах, диапазон массовой доли элементов от 0,001 % до 50 %, относительная погрешность от 0,3 до 10 %	ГСО 8876-2007 СО сталей легированных типов 09X14H19B2БР, 08X15H24B4ТР, 45X22H4МЗ, ХН35ВТ, 03Х21Н21М4ГБ, 31Х19Н9МВБТ, 20Х25Н20С2, 10Х11Н23Т3МР, 03ХН28МДТ (комплект СО ЛГ56-ЛГ64); ГСО 10117-2012 СО сталей углеродистых типов 08Ю, 08пс, 05кп, С235 (комплект ИСО 002 - ИСО 005), массовая доля элементов от 0,00040 % до 0,317 %, абсолютная погрешность от $\pm 0,00006$ % до $\pm 0,006$ %

6.2 Эталоны, применяемые для поверки, должны быть поверены (аттестованы), средства измерений – поверены, ГСО должны иметь действующие паспорта.

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки с метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающими требуемую точность передачи единиц величин поверяемому средству измерений в соответствии с Приказом Росстандарта от 30.12.2019 г. № 3455.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки анализаторов 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, требования безопасности согласно эксплуатационной документации на анализатор, а также правила техники безопасности, принятые на предприятии, эксплуатирующем анализатор.

7.2 Для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие операторов, обслуживающих анализаторы (под контролем поверителя).

7.3 К поверке допускаются лица, имеющих опыт поверки опико-физических средств измерений, изучивших эксплуатационную документацию на поверяемые анализаторы.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 Внешний осмотр производят визуально. При внешнем осмотре следует:

- установить соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в

описании типа;

- установить наличие эксплуатационной документации;
- установить наличие документов о результатах предыдущей поверки;
- визуально оценить внешний вид анализатора и отсутствие видимых повреждений, влияющих на работоспособность анализатора;
- убедиться в наличии маркировки с ясным указанием типа, заводского номера и года выпуска анализатора;
- проверить комплектность анализатора.

8.2 Результаты внешнего осмотра считать положительными, если выполняются требования, указанные в 8.1 настоящей методики.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 С помощью указанных в таблице 3 средств измерений проверить соответствие условий поверки требованиям пункта 4.1 настоящей методики.

9.2 При необходимости провести recalibration или настройку анализатора с помощью образцов из комплекта поставки, матрица которых соответствует измеряемым ГСО.

9.3 Перед проведением поверки необходимо выполнить подготовительные работы, указанные в руководстве по эксплуатации анализаторов и в эксплуатационных документах на средства поверки.

9.4 При опробовании необходимо проверить правильность функционирования анализатора в соответствии с Руководством по эксплуатации.

9.5 Результат опробования считать положительным, если анализатор функционирует в соответствии с Руководством по эксплуатации.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Программное обеспечение (далее - ПО) анализаторов идентифицируется в названии окна ПО в меню на экране компьютера.

10.2 Проверка идентификационных данных ПО анализаторов проводится путем сравнения идентификационных данных на экране компьютера с идентификационными данными, указанными в таблице 4.

Таблица 4 - Идентификационные данные ПО анализаторов

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Spectrometer Analysis Software
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 6.1.001
Цифровой идентификатор ПО	-

10.3 Результаты подтверждения соответствия встроенного ПО считают положительными, если идентификационные данные ПО анализаторов соответствуют данным, приведенным в таблице 4.

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

11.1 Определение относительной неисключенной составляющей систематической погрешности и проверка диапазона измерений

11.1.1 Установить образец таким образом, чтобы рабочий участок ГСО обеспечивал полное перекрытие отверстия для прожига анализатора.

11.1.2 Создать или открыть измерительное приложение в ПО анализатора, полностью соответствующее измеряемым образцам, при необходимости провести настройку анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации.

11.1.3 Провести измерения ГСО в 2 точках в каждом поддиапазоне измерений анализатора. В каждой точке провести измерения не менее 5 раз.

11.1.4 Рассчитать среднее арифметическое результатов измерений массовой доли j -го элемента \bar{C}_j по формуле

$$\bar{C}_j = \frac{\sum_{i=1}^n C_{ji}}{n}, \quad (1)$$

где C_{ji} – i -й результат измерения массовой доли j -го элемента, %;
 n – число измерений в точке.

11.1.5 Рассчитать относительную неисключенную составляющую систематической погрешности при измерении массовой доли j -го элемента δ_{j0} по формуле

$$\delta_{j0} = \frac{\bar{C}_j - C_{j\text{атт}}}{C_{j\text{атт}}} \cdot 100, \quad (2)$$

где $C_{j\text{атт}}$ – аттестованное значение массовой доли j -го элемента в ГСО, %.

11.1.6 Результаты считают положительными, если рассчитанные значения относительной неисключенной составляющей систематической погрешности массовой доли всех измеренных элементов соответствуют значениям, указанным в таблице 1.

11.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения массовой доли элементов

11.2.1 Для расчета использовать результаты измерений массовой доли элементов по пункту 11.1 при условии, что количество измерений массовой доли каждого элемента было не менее 10.

11.2.2 Значение относительного среднего квадратического отклонения массовой доли элементов рассчитать по формуле

$$S_j = \frac{100}{\bar{C}_j} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (C_{ij} - \bar{C}_j)^2}{n-1}}. \quad (3)$$

11.2.3 Результаты считают положительными, если рассчитанные значения среднего квадратического отклонения массовой доли элементов соответствуют значениям, указанным в таблице 1.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы.

12.2 При положительных результатах поверки средство измерений признают пригодным к применению.

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

12.4 По заявке заказчика 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.

Научный сотрудник лаборатории 221
УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ
им.Д.И.Менделеева»

А.С. Васильев