

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»)

620075, Свердловская область, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
тел: +7(343)350-26-18, факс: +7(343)350-20-39, uniim@uniim.ru, www.uniim.ru

Уникальный номер записи об аккредитации в реестре аккредитованных лиц RA.RU.311866



ВНИИМ
им. Д.И.Менделеева

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики (метода) измерений

№ 251.0002/RA.RU.311866/2025

Методика измерений массовых долей химических элементов в пробах сталей

наименование методики, включая указание измеряемой величины, шкалы величины (шкалы измерений),
углеродистых и легированных и чугунов методом лазерно-искрового атомно-
объекта, диапазона и реализуемый способ измерений и, при необходимости, наименование дополнительных параметров
эмиссионного спектрального анализа

разработанная Обществом с ограниченной ответственностью "Научно-производственное
наименование и адрес организации (предприятия), разработавшей методику
предприятие "Структурная диагностика", 620092, г. Екатеринбург, ул. Конструкторов, д. 5,

содержащаяся в документе НДП МИ № 001-2024 "Методика (метод) измерений. Стали
обозначение и наименование документа, содержащего методику, год утверждения, число страниц
углеродистые. Стали легированные. Чугун. Измерение массовых долей химических

элементов методом лазерно-искрового атомно-эмиссионного спектрального анализа",

2025 год, на 16 страницах

Аттестация проведена на основе теоретических и экспериментальных исследований
теоретических и (или) экспериментальных исследований

Методика измерений аттестована в соответствии с Приказом Минпромторга России
от 15.12.2015 г. № 4091 "Об утверждении Порядка аттестации первичных
референтных методик (методов) измерений, референтных методик (методов)
измерений и методик (методов) измерений и их применения"

В результате аттестации методики измерений установлено, что методика измерений
соответствует метрологическим требованиям, приведенным в Федеральном законе
от 26.06.2008 г. № 102-ФЗ "Об обеспечении единства измерений"

ГОСТ Р 8.563-2009 "Государственная система обеспечения единства измерений. Методики
другие нормативные правовые акты Российской Федерации, нормативные и технические документы (при наличии)
(методы) измерений", Техническом задании на аттестацию методики измерений

ООО "НПП "Структурная диагностика"

Показатели точности измерений приведены в приложении на 3 л., являющемся неотъемлемой
частью настоящего свидетельства

Директор филиала

Зав. лабораторией

Дата выдачи



Е.П. Собина

Е.П. Собина

16.05.2025

М.П.

Приложение к свидетельству № 251.0002/RA.RU.311866/2025
об аттестации методики измерений массовых долей химических элементов
в пробах сталей углеродистых и легированных и чугунов
методом лазерно-искрового атомно-эмиссионного спектрального анализа

1 Диапазоны измерений массовой доли углерода, значения характеристик погрешности и её составляющих

В процентах

Объект измерений	Диапазон измерений массовой доли	Относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости, $\sigma_{r,0}$	Относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости*, $\sigma_{R,0}$	Границы относительной систематической погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95, \pm\delta_c$	Границы относительной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95, \pm\delta$
Пробы сталей углеродистых	От 0,06 до 0,40 включ.	21	23	20	50
	Св. 0,40 до 0,80 включ.	7,5	8,4	5,5	17
Пробы сталей легированных	От 0,07 до 0,25 включ.	14	17	16	38
	Св. 0,25 до 2,14 включ.	7,5	8,3	7,0	18
Пробы чугунов	От 2,14 до 4,0 включ.	3,6	3,9	4,1	8,8
* Значение показателя воспроизводимости определено по экспериментальным данным, полученным в 3 лабораториях с участием 13 операторов (13 измерений в условиях квазимежлабораторной программы измерений по ГОСТ Р ИСО 5725)					

Эксперт



Е.Л. Лебедева

2 Диапазоны измерений массовой доли кремния, значения характеристик погрешности и её составляющих

В процентах

Объект измерений	Диапазон измерений массовой доли	Относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости, $\sigma_{r,0}$	Относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости*, $\sigma_{R,0}$	Границы относительной систематической погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95, \pm\delta_c$	Границы относительной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95, \pm\delta$
Пробы сталей углеродистых	От 0,20 до 0,50 включ.	9,2	13	19	32
	Св. 0,50 до 1,0 включ.	3,3	3,7	13	15
	Св. 1,0 до 2,0 включ.	2,7	3,0	4,5	7,4
Пробы сталей легированных	От 0,20 до 0,50 включ.	14	15	14	33
	Св. 0,50 до 2,0 включ.	7,2	8,7	8,4	19
Пробы чугунов	От 1,0 до 2,0 включ.	2,8	6,3	7,7	15
	Св. 2,0 до 5,0 включ.	3,1	3,4	2,2	7,2
* Значение показателя воспроизводимости определено по экспериментальным данным, полученным в 3 лабораториях с участием 13 операторов (13 измерений в условиях квазимежлабораторной программы измерений по ГОСТ Р ИСО 5725)					

Эксперт



Е.Л. Лебедева

3 Диапазоны измерений массовой доли элементов, значения характеристик погрешности и её составляющих

В процентах

Элемент	Диапазон измерений массовой доли	Относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости, $\sigma_{r,0}$	Относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости*, $\sigma_{R,0}$	Границы относительной систематической погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95, \pm\delta_c$	Границы относительной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95, \pm\delta$
Al	От 0,80 до 2,0 включ.	19	21	14	44
	Св. 2,0 до 10 включ.	3,6	3,9	8,8	12
Cr	От 0,10 до 0,50 включ.	16	20	15	42
	Св. 0,50 до 5,0 включ.	4,5	4,9	25	27
	Св. 5,0 до 35 включ.	6,0	6,5	8,4	16
Cu	От 0,10 до 0,50 включ.	7,3	8,1	9,0	19
	Св. 0,50 до 3,0 включ.	3,2	3,5	2,9	7,6
Mn	От 0,20 до 0,50 включ.	12	15	13	33
	Св. 0,50 до 2,0 включ.	5,1	8,9	7,0	19
	Св. 2,0 до 30 включ.	4,0	4,5	2,1	9,2
Mo	От 0,15 до 0,50 включ.	17	19	13	40
	Св. 0,50 до 2,0 включ.	6,4	8,3	5,9	18
	Св. 2,0 до 6,0 включ.	4,2	4,6	3,6	10
Ni	От 0,20 до 2,0 включ.	9,0	10	3,8	20
	Св. 2,0 до 36 включ.	2,5	4,5	4,4	10
Ti	От 0,10 до 0,20 включ.	18	20	24	47
	Св. 0,20 до 0,50 включ.	11	12	10	26
	Св. 0,50 до 2,0 включ.	4,2	5,4	6,3	13
	Св. 2,0 до 3,0 включ.	2,7	3,4	0,9	7,0
V	От 0,004 до 0,50 включ.	15	16	16	36
	Св. 0,50 до 7,0 включ.	4,5	4,9	1,5	10
W	От 5,0 до 20 включ.	4,4	4,9	3,4	10

* Значение показателя воспроизводимости определено по экспериментальным данным, полученным в 3 лабораториях с участием 13 операторов (13 измерений в условиях квазимежлабораторной программы измерений по ГОСТ Р ИСО 5725)

Научный сотрудник лаборатории 251
к.х.н., эксперт-метролог
(сертификат соответствия № МА.RU.01.51)



Е.Л. Лебедева

Общество с ограниченной ответственностью
**«НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«СТРУКТУРНАЯ ДИАГНОСТИКА»**

Нормативный документ предприятия

НДП МИ № 001-2024

УТВЕРЖДАЮ

Директор ООО «НПП
«Структурная диагностика»

Карькин И.Н.



Методика (метод) измерений

**СТАЛИ УГЛЕРОДИСТЫЕ. СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ. ЧУГУН.
ИЗМЕРЕНИЕ МАССОВЫХ ДОЛЕЙ ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ
МЕТОДОМ ЛАЗЕРНО-ИСКРОВОГО АТОМНО-ЭМИССИОННОГО
СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА**

Екатеринбург
2025

Предисловие

СВЕДЕНИЯ О РАЗРАБОТКЕ

РАЗРАБОТАНА: Обществом с ограниченной ответственностью «Научно-производственное предприятие «Структурная диагностика», 620092, г. Екатеринбург, ул. Конструкторов, д. 5, тел/факс +7 (343) 310-11-61.

СВЕДЕНИЯ ОБ АТТЕСТАЦИИ

АТТЕСТОВАНА: Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И.Менделеева», 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4.

Аттестат аккредитации на право аттестации методик (методов) измерений и проведения метрологической экспертизы документов RA.RU.311866 от 07.09.2016 г.

СВЕДЕНИЯ О РЕГИСТРАЦИИ

Регистрационный номер методики измерений в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений:
ФР.131.2025.51396

ВВЕДЕНА ВПЕРВЫЕ

НОРМАТИВНЫЙ ДОКУМЕНТ ПРЕДПРИЯТИЯ
МЕТОДИКА (МЕТОД) ИЗМЕРЕНИЙ

СТАЛИ УГЛЕРОДИСТЫЕ. СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ. ЧУГУН.
ИЗМЕРЕНИЕ МАССОВЫХ ДОЛЕЙ ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ
МЕТОДОМ ЛАЗЕРНО-ИСКРОВОГО АТОМНО-ЭМИССИОННОГО
СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

1 Назначение и область применения

1.1 Настоящий нормативный документ устанавливает методику (метод) измерений (далее – методику измерений) массовых долей химических элементов (C, Si, Mn, Cr, Ni, Cu, Mo, V, Ti, Al, W) методом лазерно-искрового атомно-эмиссионного спектрального анализа в пробах сталей углеродистых и легированных и чугунов.

1.2 Диапазоны измерений массовых долей определяемых химических элементов приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазоны измерений массовых долей элементов

Элемент	Диапазон измерений массовой доли, %
Al	От 0,8 до 10 включ.
C	От 0,06 до 4,0 включ.
Cr	От 0,1 до 35 включ.
Cu	От 0,1 до 3,0 включ.
Mn	От 0,2 до 30 включ.
Mo	От 0,15 до 6,0 включ.
Ni	От 0,2 до 36 включ.
Si	От 0,2 до 5,0 включ.
Ti	От 0,1 до 3,0 включ.
V	От 0,04 до 7,0 включ.
W	От 5,0 до 20 включ.

1.3 Настоящий документ распространяется на анализ образцов сталей углеродистых и легированных и чугунов, имеющих размер, достаточный, чтобы обеспечить прилегание поверхности образца к отверстию измерительного канала прибора для осуществления прожига.

1.4 Настоящая методика измерений предназначена для проведения входного и выходного контроля, контроля качества готовой продукции, технологических процессов и установления химического состава исследуемых образцов.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике измерений использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315-2019 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 12.0.004-2015 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.019-2017 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009-83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 859-2014 Медь. Марки

ГОСТ 6456-82 Шкурка шлифовальная бумажная. Технические условия

ГОСТ 7565-81 Чугун, сталь и сплавы. Метод отбора проб для определения химического состава

ГОСТ Р 8.563-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений

ГОСТ Р 52361-2018 Контроль объекта аналитический. Термины и определения

ГОСТ Р 52781-2007 Круги шлифовальные и заточные. Технические условия

ГОСТ Р 57978-2017 Круги отрезные. Технические условия

ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячно издаваемого информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный документ заменён (изменён), то при пользовании настоящим документом следует руководствоваться заменяющим (изменённым) стандартом. Если ссылочный документ был отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Требования к показателям точности измерений

3.1 Выполнение измерений по настоящей методике обеспечивает получение результатов измерений массовых долей элементов в диапазонах измерений и с характеристиками точности измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$, приведёнными в таблицах 2–4.

Таблица 2 – Диапазоны измерений массовой доли углерода, значения показателей повторяемости, воспроизводимости, правильности и точности результатов измерений

В процентах

Объект измерений	Диапазон измерений массовой доли	Показатель повторяемости (относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_{r,0}$	Показатель воспроизводимости* (относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_{R,0}$	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$), $\pm\delta_c$	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$), $\pm\delta$
Пробы сталей углеродистых	От 0,06 до 0,40 включ.	21	23	20	50
	Св. 0,40 до 0,80 включ.	7,5	8,4	5,5	17
Пробы сталей легированных	От 0,07 до 0,25 включ.	14	17	16	38
	Св. 0,25 до 2,14 включ.	7,5	8,3	7,0	18
Пробы чугунов	От 2,14 до 4,0 включ.	3,6	3,9	4,1	8,8

* Значение показателя воспроизводимости определено по экспериментальным данным, полученным в 3 лабораториях с участием 13 операторов (13 измерений в условиях квазимежлабораторной программы измерений по ГОСТ Р ИСО 5725)

Таблица 3 – Диапазоны измерений массовой доли кремния, значения показателей повторяемости, воспроизводимости, правильности и точности результатов измерений

В процентах

Объект измерений	Диапазон измерений массовой доли	Показатель повторяемости (относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_{r,0}$	Показатель воспроизводимости* (относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_{R,0}$	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$), $\pm\delta_c$	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$), $\pm\delta$
Пробы сталей углеродистых	От 0,20 до 0,50 включ.	9,2	13	19	32
	Св. 0,50 до 1,0 включ.	3,3	3,7	13	15
	Св. 1,0 до 2,0 включ.	2,7	3,0	4,5	7,4
Пробы сталей легированных	От 0,20 до 0,50 включ.	14	15	14	33
	Св. 0,50 до 2,0 включ.	7,2	8,7	8,4	19
Пробы чугунов	От 1,0 до 2,0 включ.	2,8	6,3	7,7	15
	Св. 2,0 до 5,0 включ.	3,1	3,4	2,2	7,2

* Значение показателя воспроизводимости определено по экспериментальным данным, полученным в 3 лабораториях с участием 13 операторов (13 измерений в условиях квазимежлабораторной программы измерений по ГОСТ Р ИСО 5725)

Таблица 4 – Диапазоны измерений массовой доли элементов, значения показателей повторяемости, воспроизводимости, правильности и точности результатов измерений

В процентах

Элемент	Диапазон измерений массовой доли	Показатель повторяемости (относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_{r,0}$	Показатель воспроизводимости* (относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_{R,0}$	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$), $\pm\delta_c$	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$), $\pm\delta$
Al	От 0,80 до 2,0 включ.	19	21	14	44
	Св. 2,0 до 10 включ.	3,6	3,9	8,8	12
Cr	От 0,10 до 0,50 включ.	16	20	15	42
	Св. 0,50 до 5,0 включ.	4,5	4,9	25	27
	Св. 5,0 до 35 включ.	6,0	6,5	8,4	16
Cu	От 0,10 до 0,50 включ.	7,3	8,1	9,0	19
	Св. 0,50 до 3,0 включ.	3,2	3,5	2,9	7,6
Mn	От 0,20 до 0,50 включ.	12	15	13	33
	Св. 0,50 до 2,0 включ.	5,1	8,9	7,0	19
	Св. 2,0 до 30 включ.	4,0	4,5	2,1	9,2
Mo	От 0,15 до 0,50 включ.	17	19	13	40
	Св. 0,50 до 2,0 включ.	6,4	8,3	5,9	18
	Св. 2,0 до 6,0 включ.	4,2	4,6	3,6	10
Ni	От 0,20 до 2,0 включ.	9,0	10	3,8	20
	Св. 2,0 до 36 включ.	2,5	4,5	4,4	10
Ti	От 0,10 до 0,20 включ.	18	20	24	47
	Св. 0,20 до 0,50 включ.	11	12	10	26
	Св. 0,50 до 2,0 включ.	4,2	5,4	6,3	13
	Св. 2,0 до 3,0 включ.	2,7	3,4	0,9	7,0
V	От 0,004 до 0,50 включ.	15	16	16	36
	Св. 0,50 до 7,0 включ.	4,5	4,9	1,5	10
W	От 5,0 до 20 включ.	4,4	4,9	3,4	10

* Значение показателя воспроизводимости определено по экспериментальным данным, полученным в 3 лабораториях с участием 13 операторов (13 измерений в условиях квазимежлабораторной программы измерений по ГОСТ Р ИСО 5725)

3.2 Прослеживаемость результатов измерений по настоящей методике обеспечивается применением при реализации методики

- средств измерений утверждённого типа, прошедших поверку в соответствии с утверждёнными государственными поверочными схемами;
- стандартных образцов утверждённых типов состава сталей и чугунов, метрологические характеристики которых определены методом межлабораторного эксперимента с участием компетентных лабораторий, применяющих аттестованные методики измерений, предусматривающие применение поверенных весов, прослеживаемых к ГЭТ 3-2020 «Государственный первичный эталон единицы массы (килограмм)» в соответствии с приказом Росстандарта РФ от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы».

Примечание – При применении стандартных образцов утверждённого типа состава сталей и чугунов, обладающих установленной метрологической прослеживаемостью к государственным первичным эталонам других единиц величин, будет реализовываться прослеживаемость результатов измерений по настоящей методике к соответствующим ГЭТ.

4 Требования к средствам измерений, стандартным образцам, вспомогательному оборудованию, материалам

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, стандартные образцы, вспомогательное оборудование и материалы.

4.1.1 Спектрометр лазерный портативный ЛИС-02 (ФИФ ОЕИ № 85726-22) или ЛИС-03 (ФИФ ОЕИ № 95208-25), выпускаемый ООО «НПП «Структурная диагностика» (далее – спектрометр).

4.1.2 Термогигрометр RGK TH-20 (ФИФ ОЕИ № 80308-20) или аналог с пределами допускаемой абсолютной погрешности измерений

- температуры в диапазоне от минус 10 °С до плюс 60 °С не более $\pm 1,0$ °С;
- влажности в диапазоне от 10 до 95 % не более ± 5 %.

4.1.3 Стандартные образцы утверждённых типов (далее – ГСО) состава сталей и чугунов с аттестованными значениями массовых долей элементов С, Si, Mn, Cr, Ni, Cu, Mo, V, Ti, Al, W, соответствующих диапазонам измерений по настоящей методике (см. табл. 1), и границами относительной погрешности (относительной расширенной неопределённостью) аттестованного значения, не превышающими величины $0,33 \cdot \delta$, где δ – значение границ относительной погрешности измерений по настоящей методике, приведённое в таблицах 2–4 (например, ГСО 10173-2012, ГСО 11511-2020, ГСО 10310-2013 и др.).

4.1.4 Абразивно-отрезной станок.

4.1.5 Шлифовально-полировальный станок.

4.1.6 Круги отрезные по ГОСТ Р 57978.

4.1.7 Круги шлифовальные заточные по ГОСТ Р 52781.

4.1.8 Шкурка шлифовальная бумажная по ГОСТ 6456.

Примечания:

1 Допускается применение других средств измерений, кроме спектрометра, стандартных образцов, вспомогательного оборудования и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

2 Все применяемые средства измерений должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующие паспорта.

3 При реализации методики рекомендуется использовать ГСО состава сталей и чугунов, обладающих установленной метрологической прослеживаемостью к государственным первичным эталонам единиц величин, характеризующих химический состав, при появлении сведений о таких типах ГСО в ФГИС «АРШИН».

5 Метод измерений

Метод основан на возбуждении атомов элементов материала пробы лазерным излучением, разложении излучения атомов элементов в спектр, измерении аналитических сигналов, пропорциональных интенсивности спектральных линий, и последующем определении массовых долей элементов с помощью градуировочной характеристики.

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений следует соблюдать следующие требования: электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019; организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

6.2 Помещения должны соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

6.3 При выполнении измерений следует соблюдать требования инструкций по безопасности и охране труда, инструкций по охране окружающей среды, утвержденных в установленном порядке.

7 Требования к квалификации операторов

7.1 Выполнение измерений может производить специалист, ознакомленный с руководством по эксплуатации прибора [1], владеющий техникой работы на лазерном портативном спектрометре ЛИС.

7.2 Спектрометр содержит источник лазерного излучения класса 3b. Персонал должен быть проинформирован об опасности поражения лазерным излучением и мерах защиты органов зрения от лазерного излучения ИК-спектра.

8 Требования к условиям измерений

8.1 Измерения проводят при следующих условиях:

- температура окружающего воздуха от минус 10 °С до плюс 40 °С;
- относительная влажность окружающего воздуха от 20 до 98 %.

8.2 Условия проведения измерений на спектрометрах должны соответствовать указанным в их руководствах по эксплуатации.

9 Подготовка к выполнению измерений

9.1 Подготовка прибора

Подготовку спектрометра к выполнению измерений проводят в соответствии с руководством по эксплуатации [1, 2].

9.2 Отбор и подготовка проб к измерениям

9.2.1 Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 7565 и в соответствии с разделом 3 руководства по эксплуатации [1, 2]. Поверхность пробы, предназначенную для прожига, затачивают на плоскость.

9.2.2 На поверхности не допускаются раковины, трещины, шлаковые включения, цвета побежалости и другие дефекты. Для подготовки поверхности подойдут наждачный круг или шлифовка вращающимся диском с наждачной бумагой. Скорость вращения может влиять на структуру материала, поэтому рекомендуется использовать низкие скорости.

9.2.3 При использовании лазерного спектрометра ЛИС анализируется область размером не более 0,1 мм, при прожиге испаряется несколько микрограммов вещества.

9.3 Построение градуировочной характеристики

9.3.1 Построение градуировочной характеристики осуществляют с использованием ГСО чугунов, сталей углеродистых и легированных. Необходимо выбрать ГСО с различным содержанием определяемых элементов и близким содержанием основы и легирующих элементов. Желательно использовать для построения градуировки один комплект ГСО, с составом, максимально приближенным к измеряемым образцам.

9.3.2 Для построения градуировочной характеристики применяют три и более ГСО (допускается использование двух стандартных образцов при отсутствии трёх образцов нужного состава), удовлетворяющих требованию п. 9.3.1. Для каждого образца проводят не менее двух параллельных измерений.

9.3.3 Процедуру градуировки выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации прибора [1, 2]. Прямолинейную градуировочную зависимость считают приемлемой, если коэффициент детерминации R^2 , рассчитываемый программным обеспечением (ПО) прибора, составляет не менее 0,95. Градуировочная характеристика сохраняется в памяти прибора.

9.3.4 При дальнейшей работе выполняют контроль стабильности градуировочных характеристик по п. 9.4.

9.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

9.4.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики осуществляют не реже одного раза в смену для верхнего предела (нижнего предела или

середины) диапазона измерений с помощью ГСО состава чугунов, сталей углеродистых и легированных.

Выполняют по два измерения массовой доли элементов в каждом ГСО в условиях повторяемости.

9.4.2 Вычисляют среднее арифметическое значение результатов измерений массовой доли элемента в ГСО N , %, и относительную разность δN , %, по формуле

$$\delta N = \frac{|\bar{N} - N_0|}{N_0} \cdot 100, \quad (1)$$

где N_0 – аттестованное значение массовой доли элемента в ГСО, %.

9.4.3 Если δN превышает допустимое значение норматива контроля стабильности $\delta_{\text{ст}}$, %, рассчитываемое по формуле

$$\delta_{\text{ст}} = 0,5 \cdot \delta, \quad (2)$$

где δ – значение границ относительной погрешности измерений, соответствующее массовой доле элемента, равной N_0 , % (таблицы 2–4), измерения повторяют.

Если при повторных измерениях δN превышает допустимое значение, осуществляют построение градуировочной характеристики заново.

10 Порядок выполнения измерений

10.1 Выполняют два измерения массовых долей химических элементов в пробе в условиях повторяемости в соответствии с руководством по эксплуатации [1, 2].

10.2 Процесс анализа автоматизирован с момента установки образца и запуска программы измерения до выдачи результатов измерений в процентах на экран дисплея и распечатки на термопринтере.

10.3 Измерение массовых долей химических элементов выполняют в основном режиме работы прибора или в режиме серийной съёмки, предусмотренном ПО.

10.4 Проведение измерений в условиях пониженных температур осуществляют в соответствии с правилами, изложенными в разделе 4 руководства по эксплуатации [1, 2].

11 Обработка результатов измерений

11.1 Полученные в условиях повторяемости два результата измерений (X_1 , X_2) массовых долей химических элементов признают приемлемыми, если относительное расхождение между ними не превышает значения предела повторяемости r_0 , %:

$$\frac{|X_1 - X_2|}{X_1 + X_2} \cdot 200 \leq r_0. \quad (3)$$

Значение предела повторяемости рассчитывают по формуле

$$r_0 = 2,77 \cdot \sigma_{r,0}, \quad (4)$$

где $\sigma_{r,0}$ – значение относительного среднего квадратического отклонения повторяемости, соответствующее массовой доле элемента, равной $(X_1 + X_2)/2$, % (таблицы 2–4).

В этом случае за окончательный результат измерений X , %, принимают среднее арифметическое результатов двух измерений.

11.2 Если условие (3) не выполняется, получают ещё два результата измерений в условиях повторяемости. Результаты признают приемлемыми, если относительное расхождение между результатами четырёх измерений не превышает критического диапазона $CR_{0,95}(4)$, %:

$$\frac{X_{max} - X_{min}}{X_{cp}} \cdot 100 \leq CR_{0,95}(4), \quad (5)$$

где X_{max} и X_{min} – максимальный и минимальный из результатов 4 параллельных определений, %;

X_{cp} – среднее арифметическое значение результатов 4 параллельных определений, %.

Значение критического диапазона рассчитывают по формуле

$$CR_{0,95}(4) = 3,63 \cdot \sigma_{r,0}. \quad (6)$$

В этом случае за окончательный результат измерений принимают среднее арифметическое результатов четырёх определений.

11.3 Если условие (5) не выполняется, то в качестве окончательного результата измерений может быть принята медиана результатов четырёх измерений, при этом результаты четырёх измерений упорядочивают в ряд по возрастанию и рассчитывают медиану по формуле

$$\bar{X} = \frac{X_{(2)} + X_{(3)}}{2}, \quad (7)$$

где $X_{(2)} + X_{(3)}$ – второй и третий по величине результаты измерений, %.

В этом случае выясняют и устраняют причины повышенного разброса результатов.

12 Оформление результатов измерений

12.1 Результаты измерений оформляют протоколом или записью в журнале. Форма протокола и журнала устанавливается руководителем предприятия (лаборатории). Протокол или запись в журнале удостоверяет лицо, проводившее измерения.

12.2 Совместно с результатом измерений (X) указывают границы его погрешности ($\pm\Delta$) и представляют в виде:

$$(X \pm \Delta) \%, P = 0,95,$$

где X – результат измерений массовой доли элемента в соответствии с разделом 11, %;

Δ – значение границ абсолютной погрешности измерений, рассчитываемое по формуле

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X, \quad (8)$$

где δ – значение границ относительной погрешности измерений, соответствующее массовой доле элемента, % (таблицы 2–4).

12.3 Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и соответствующее значение характеристики погрешности результата анализа Δ .

Примечания

1 Допускается сопровождать результат измерений, вместо указания границ его погрешности и доверительной вероятности, ссылкой на свидетельство об аттестации методики измерений, удостоверяющее значение показателя точности методики измерений.

2 В случае, когда за окончательный результат измерений принимают медиану, результат измерений представляют без указания границ его погрешности.

13 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Результаты измерений массовой доли элемента, полученные в двух лабораториях ($\bar{X}_1, \bar{X}_2$), признают приемлемыми, если относительное расхождение между ними не превышает предела воспроизводимости R_0 , %:

$$\frac{|\bar{X}_1 - \bar{X}_2|}{\bar{X}_1 + \bar{X}_2} \cdot 200 \leq R_0. \quad (9)$$

Значение предела воспроизводимости R_0 , % рассчитывают по формуле

$$R_0 = 2,77 \cdot \sigma_{R,0}, \quad (10)$$

где $\sigma_{R,0}$ – значение относительного среднего квадратического отклонения воспроизводимости, соответствующее массовой доле элемента, равной $(\bar{X}_1 + \bar{X}_2)/2$, % (таблицы 2–4).

При нарушении условия (9) устанавливают причины, вызвавшие недопустимое расхождение результатов измерений и устраняют их. При этом могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов анализа согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

14 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры измерений на основе контроля повторяемости, внутрилабораторной прецизионности и точности результатов измерений;
- контроль стабильности результатов измерений.

14.1 Контроль повторяемости результатов измерений

14.1.1 Контроль повторяемости результатов измерений проводят с использованием рабочих проб или ГСО состава чугунов, сталей углеродистых и легированных.

14.1.2 При реализации контрольной процедуры получают два результата контрольных измерений в условиях повторяемости.

Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным, если относительное расхождение между двумя результатами параллельных определений массовой доли элемента не превышает предела повторяемости, рассчитанного по формуле (4).

При невыполнении этого условия контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

14.2 Контроль внутрилабораторной прецизионности

14.2.1 Контроль внутрилабораторной прецизионности проводят с использованием рабочих проб или ГСО состава сталей или чугунов. Выполняют два измерения массовой доли элементов в одной и той же пробе (СО), изменяя влияющие факторы (разное время, разные операторы и т. д.).

14.2.2 Число повторных измерений должно быть не менее 0,3 % общего числа измерений за контролируемый период.

14.2.3 При реализации контрольной процедуры получают два результата контрольных измерений (первичного X' и повторного X'') в условиях внутрилабораторной прецизионности.

Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении следующего условия:

$$\frac{|x' - x''|}{x' + x''} \cdot 200 \leq R_{л,0}, \quad (11)$$

где $R_{л,0}$ – значение предела внутрилабораторной прецизионности, %, установленное в лаборатории при верификации методики измерений.

При невыполнении условия (11) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

14.3 Контроль точности результатов измерений

14.3.1 Контроль точности проводят с использованием ГСО состава чугунов и сталей по п. 4.1.2. Проводят измерения массовой доли элементов в ГСО в соответствии с данной методикой.

Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении следующего условия:

$$|\bar{X} - X_{АЗ}| \leq \Delta_{л}, \quad (12)$$

где $\bar{X}$ – результат измерения массовой доли элемента в СО, %;

$X_{АЗ}$ – аттестованное значение массовой доли элемента в СО, %;

$\Delta_{л}$ – значение границ погрешности результатов измерений массовой доли элемента, установленное в лаборатории при верификации методики измерений, %.

При невыполнении условия (12) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

14.3.2 Число результатов при контроле точности должно быть не менее 0,3 % общего числа определений за контролируемый период.

14.4 Контроль стабильности результатов измерений

Контроль стабильности результатов измерений в пределах лаборатории организуют и проводят в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Периодичность получения результатов контрольных процедур и формы их регистрации приводят в документах лаборатории, устанавливающих порядок и содержание работ по организации методов контроля стабильности результатов измерений в пределах лаборатории.

Библиография

[1] ЛИС02-РЭ Спектрометр лазерный портативный ЛИС-02. Руководство по эксплуатации.

[2] ЛИС03-РЭ Спектрометр лазерный портативный ЛИС-03. Руководство по эксплуатации.