

**ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ
«ЦЕНТР МЕТРОЛОГИИ СЕРТИФИКАЦИИ КАРТЕСТ»
(ООО «ЦМС КАРТЕСТ»)**

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор ООО «ЦМС КАРТЕСТ»



А.А. Клоков

12 2024 г.

ГСИ. Анализаторы оптико-эмиссионные CXR-1000

Методика поверки

МП КРТ-08-2024

Москва

2024

Государственная система обеспечения единства измерений Анализаторы оптико-эмиссионные CXR-1000 Методика поверки	МП КРТ-08-2024
--	-----------------------

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы оптико-эмиссионные CXR-1000 (далее – анализаторы) производства Shandong Dongyi Photoelectric Instruments Co., Ltd, Китай, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка анализаторов должна осуществляться в соответствии с требованиями настоящей методики поверки.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализаторов к государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019 согласно государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.02.2021 года № 148 с внесением изменений в приложение А к государственной поверочной схеме, утвержденных приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17.05.2021 года № 761.

Настоящей методикой поверки предусмотрена поверка методом прямых измерений.

1.3 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 требования к анализаторам оптико-эмиссионным CXR-1000

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой доли элементов ¹⁾ , %	от 0,0001 до 100
Предел допускаемого относительного среднеквадратического отклонения результатов измерений массовой доли элементов, %, в поддиапазонах измерений: от 0,0001 до 0,01 включ. св. 0,01 до 0,1 включ. св. 0,1 до 50 включ. св. 50 до 100 включ.	10 5 1,5 1,5
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли элементов, %, в поддиапазонах измерений: от 0,0001 до 0,01 включ. св. 0,01 до 0,1 включ. св. 0,1 до 50 включ. св. 50 до 100 включ.	±15 ±10 ±3 ±3
¹⁾ Диапазон измерений может быть ограничен изготовителем в соответствии с требованиями пользователя, указывается в Паспорте на конкретный экземпляр анализатора и не может быть изменен в процессе эксплуатации	

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

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

Приказ Росстандарта от 19.02.2021 года № 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 года № 761 «О внесении изменения 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»;

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность проведения операции при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1 Внешний осмотр средства измерений	да	да	8
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	10
4 Определение метрологических характеристик средства измерений: Определение относительного среднеквадратического отклонения измерений массовой доли элементов	да	да	11.1
Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов	да	да	11.2
5 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется, и выполняются операции по п. 13.4.

3.3 На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений (поверка в сокращенном объеме) с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 5 до 30;
- относительная влажность воздуха (без конденсации), %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе с анализатором.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в 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
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Диапазоны измерений: относительной влажности от 10 % до 95 %, температуры от +5 °С до +30 °С, абсолютная погрешность по каналу относительной влажности $\pm 3,0$ %, по каналу температуры $\pm 0,4$ °С	Прибор комбинированный Testo 622, рег. № 53505-13
Раздел 10 Определение метрологических характеристик средства измерений	Интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,003 % до 35 %, доверительные границы абсолютной погрешности массовой доли элементов от $\pm 0,0002$ % до $\pm 0,1$ %, при $P=0,95$	Стандартные образцы сталей легированных типов 9X14H19B2BP, 08X15H24B4TP, 45X22H4M3, XH35BT, 03X21H21M4GB, 31X19H9MBBT, 20X25H20C2, 10X11H23T3MP, 03XH28MDT (комплект СО ЛГ56-ЛГ64), ГСО 8876-2007
	Интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0005 % до 0,317 %, доверительные границы абсолютной погрешности массовой доли элементов от $\pm 0,0001$ % до $\pm 0,006$ %, при $P=0,95$	Стандартные образцы сталей углеродистых типов 08Ю, 08пс, 05кп, С235 (комплект ИСО 002 - ИСО 005) ГСО 10117-2012
	Интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,006 % до 4,94 %, доверительные границы абсолютной погрешности массовой доли элементов от $\pm 0,001$ % до $\pm 0,03$ %, при $P=0,95$	Стандартные образцы сталей легированных типов 5X3B3MFC, 4X5B2FC, 9X1, 5XHM (комплект СО ИСО УГ133-УГ136) ГСО 11592-2020/11595-2020)
	Интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,00031 % до 97,80 %, доверительные границы абсолютной погрешности массовой доли элементов от $\pm 0,00002$ % до $\pm 0,07$ %, при $P=0,95$	Стандартные образцы состава латуни марки Л96 (комплект VSLT1) ГСО 10879-2017

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, другие стандартные образцы утвержденного типа в пределах срока годности, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре анализатора выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Анализатор подготовить к работе, провести тестирование в соответствии с РЭ.

9.2 Подготовить стандартные образцы утвержденных типов (далее – ГСО), предусмотренные в качестве средств поверки в соответствии с инструкциями по применению с учетом диапазона измерений, установленного изготовителем и указанного в Паспорте анализатора, а также установленных программ работы анализатора под конкретную матрицу (тип сплава)

9.3 Опробование

Провести контроль условий поверки с помощью прибора комбинированного в соответствии с таблицей 3.

Провести пробную процедуру измерения образца из комплекта анализатора. Убедиться, что анализатор функционирует и результаты измерения выводятся на экран персонального компьютера с использованием программного обеспечения анализатора.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

Провести проверку идентификационных данных метрологически значимой части ПО анализатора. Идентификационные данные метрологически значимой части ПО выводятся при обращении к подпункту меню анализатора «О программе». Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Spark Master
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	1.105.25
Цифровой идентификатор ПО	-
Примечание – В номере версии неизменяемая часть «1.» – отвечает за метрологически значимую часть ПО	

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение относительного среднеквадратического отклонения измерений массовой доли элементов

11.1.1 Определение относительного среднеквадратического отклонения измерений массовой доли элементов провести с использованием стандартных образцов, указанных в таблице 3. Стандартные образцы подобрать таким образом, чтобы обеспечить наличие хотя бы одного элемента в каждом проверяемом поддиапазоне измерений.

В соответствии с главой 3 РЭ с применением образцов из комплекта анализатора провести:

- процедуру автопрофилирования (коррекции дрейфа);
- стандартизацию интенсивностей.

Затем провести измерения подготовленного ГСО и считать полученные результаты с использованием ПО анализатора.

Примечание – При необходимости, провести типовую стандартизацию под конкретную матрицу (тип сплава).

11.1.2 Провести не менее пяти измерений массовой доли выбранных элементов (длина волны эмиссии для выбранных элементов устанавливается автоматически при помощи ПО анализатора).

11.2 Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов

Для определения относительной погрешности измерений массовой доли элементов используются результаты, полученные по п.11.1.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Для результатов измерений, полученных по 11.1, для каждого ГСО рассчитать среднее арифметическое значение массовой доли i -ого элемента (C_i , %) и относительное среднее квадратическое отклонение измерений массовой доли i -ого элемента (S_i , %) по формулам

$$C_i = \frac{\sum_{j=1}^n C_{ij}}{n}, \quad (1)$$

$$S_i = \frac{100}{C_i} \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (C_{ij} - C_i)^2}{n-1}}, \quad (2)$$

где C_{ij} – j -ый результат измерений массовой доли для i -ого элемента в ГСО, %;

n – количество измерений.

Полученные значения относительного среднеквадратического отклонения измерений массовой доли элементов не должны превышать пределов, приведенных в таблице 1.

12.2 Для результатов измерений, полученных по 11.1, рассчитать относительную погрешность измерений массовой доли i -ого элемента (C_i , %) по формуле

$$\delta_i = \frac{\frac{t \cdot S_i}{\sqrt{n}} + \theta_i}{\frac{S_i}{\sqrt{n}} + \frac{\theta_i}{\sqrt{3}}} \cdot \sqrt{\frac{S_i^2}{n} + \frac{\theta_i^2}{3}}, \quad (3)$$

где t – коэффициент Стьюдента для $P=0,95$ и $n=5$;

θ_i – значение неисключенной систематической составляющей относительной погрешности, %, рассчитанное по формуле

$$\theta_i = \frac{100}{C_{Ai}} \cdot |\bar{C}_i - C_{Ai}| + |\delta_{C_{Ai}}|, \quad (4)$$

где C_{Ai} – аттестованное значение массовой доли для i -ого элемента в ГСО, %;

$\delta_{C_{Ai}}$ – значение относительной погрешности аттестованного значения для i -ого элемента в ГСО, %.

Полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли элементов не должны превышать пределов, приведенных в таблице 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 Положительные результаты с учетом объема проведенной поверки (при проведении поверки в сокращенном объеме на основании письменного заявления владельца) оформляют в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510.

13.3 Нанесение знака поверки на анализатор и пломбирование не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации и оформляют результаты в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510.

13.5 Сведения о проведенной поверке передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510.

13.6 По заявлению владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510, при отрицательных – извещение о непригодности к применению анализатора.

Разработчик

Инженер по метрологии ООО «ЦМС КАРТЕСТ»



М.Ю. Медведевских