

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И.Менделеева»
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»)

СОГЛАСОВАНО

Директор УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

Е.П. Собина

2024 г.



«ГСИ. Анализаторы углерода и серы МЕТЭК-700.

Методика поверки»

МП 100-251-2023

Екатеринбург

2024

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 зам. зав. лаб. 251, Вострокнутова Е.В.
- 3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в 2024 г.

СОДЕРЖАНИЕ

| | |
|--|----|
| 1 Общие положения | 4 |
| 2 Нормативные ссылки | 5 |
| 3 Перечень операций поверки..... | 5 |
| 4 Требования к условиям проведения поверки | 6 |
| 5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку | 6 |
| 6 Метрологические и технические требования к средствам поверки..... | 7 |
| 7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки | 8 |
| 8 Внешний осмотр средства измерений..... | 8 |
| 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений | 8 |
| 10 Проверка программного обеспечения средства измерений..... | 9 |
| 11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям..... | 9 |
| 12 Оформление результатов поверки..... | 11 |

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы углерода и серы МЕТЭК-700 (далее – анализаторы), изготовленные ООО "МЕТЭКПРОМ", Россия, 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 анализаторов обеспечивается к:

- ГЭТ 176-2019 «Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидким и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» путем применения стандартных образцов утвержденных типов в соответствии с поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта Российской Федерации от 19.02.2021 г. №148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидким и твердых веществах и материалах»;

- ГЭТ 3-2020 «Государственному первичному эталону единицы массы (килограмм)» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы», использованием стандартных образцов, аттестованных путем проведения межлабораторного эксперимента, согласно приказа Минпромторга России от 28.08.2020 № 2905, посредством применения поверенных средств измерений, прослеживаемых к соответствующим эталонам.

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 характеристик | Значение для модели | | |
|--|---------------------|----------------|----------------|
| | МЕТЭК-700.1 | МЕТЭК-700.2 | МЕТЭК-700 |
| Диапазон измерений массовой доли элементов ¹⁾ , % | | | |
| - углерода | от 0,001 до 35 | - | от 0,001 до 35 |
| - серы | - | от 0,001 до 40 | от 0,001 до 40 |
| Предел обнаружения ²⁾ , мг, не более | | | |
| - углерода | 0,0002 | - | 0,0002 |
| - серы | - | 0,001 | 0,001 |
| Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала ³⁾ , % | | | 3 |
| Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли углерода ¹⁾ , %, в поддиапазонах: | | | |
| - от 0,001 % до 0,01 % включ. | ±25 | - | ±25 |

| Наименование характеристик | Значение для модели | | |
|--|---------------------|-------------|-----------|
| | МЕТЭК-700.1 | МЕТЭК-700.2 | МЕТЭК-700 |
| - св. 0,01 % до 1,0 % включ. | ±10 | | ±10 |
| - св. 1,0 % до 10 % включ. | ±6 | | ±6 |
| - св. 10 % до 35 % включ. | ±5 | | ±5 |
| Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли серы ¹⁾ , %, в поддиапазонах: | | | |
| - от 0,001 % до 0,01 % включ. | | ±25 | ±25 |
| - св. 0,01 % до 1,0 % включ. | | ±10 | ±10 |
| - св. 1,0 % до 40 % включ. | | ±5 | ±5 |

¹⁾ установлен при градуировке анализатора стандартными образцами ГСО 6139-91, ГСО 10114-2012, ГСО 250-91П, ГСО 11337-2019, ГСО 966-91П, ГСО 10743-2016, ГСО 9683-2010

²⁾ установлен на детекторах на низкое содержание углерода и серы

³⁾ установлен на детекторах на высокое содержание углерода и серы

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;
- 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 Минпромторга России от 28.08.2020 № 2905 «Об утверждении порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, порядка утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений, порядка выдачи сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, формы сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений и порядка их нанесения»;
- Приказ Росстандарта Российской Федерации от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»;
- ГОСТ OIML R 76-1-2011 ГСИ. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания;
- Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

3 Перечень операций поверки

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

Таблица 2 – Операции поверки

| Наименование операции | Обязательность проведения операций поверки при | | Номер пункта методики поверки |
|--|--|-----------------------|-------------------------------|
| | первой 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 |
| Проверка относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала | да | да | 11.1 |
| Проверка предела обнаружения | да | да | 11.2 |
| Определение относительной погрешности измерений массовой доли углерода и серы | да | нет * | 11.3 |
| Проверка диапазона измерений массовой доли углерода и серы | да | нет * | 11.4 |

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, поверка прекращается, анализатор бракуется и выполняются операции по п. 12 настоящей методики поверки.

3.3 Допускается проведение периодической поверки анализатора модели МЕТЭК-700 для меньшего числа анализируемых элементов в соответствии с заявлением владельца анализатора с обязательным указанием информации об объёме проведённой поверки 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 +17 до +30
 - относительная влажность, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1.1 К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и Руководством пользователя (далее – РП) на анализатор.

5.1.2 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 оборудование 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 средства измерений | Средство измерений температуры и относительной влажности с диапазонами измерений температуры от + 17 °C до + 30 °C, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры ±0,7 °C, диапазон измерений относительной влажности от 0 % до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности ±2,5 % | Термогигрометр электронный «CENTER» 313, рег. № 22129-09 |
| Раздел 11.1 Проверка относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала | Стандартный образец состава цистина, интервал аттестованных значений массовой доли углерода от 29,8 % до 30,1 %, абсолютная погрешность при Р=0,95 от ±0,3 %, интервал аттестованных значений массовой доли серы от 26,5 % до 26,8 %, абсолютная погрешность при Р=0,95 ±0,3 %; | ГСО 11337-2019 |
| Раздел 11.2 Проверка предела обнаружения | Стандартный образец с массовой долей углерода и серы от 0,001 % до 0,01 % включ., δ=±12,5 % | ГСО 10114-2012 |
| Раздел 11.3 Определение относительной погрешности измерений массовой доли углерода и серы | Стандартные образцы с массовой долей углерода от 0,001 % до 0,01 % включ., δ=±12,5 % | ГСО 10114-2012 |
| | св. 0,01 % до 1,0 % включ., δ=±5,0 % | ГСО 250-91П ГСО 10743-2016 ГСО 966-91П |
| | св. 1,0 % до 10 % включ., δ=±3,0 % св. 10 % до 35 % включ., δ=±2,5 % | ГСО 6139-91 ГСО 11337-2019 |
| Раздел 11.4 Проверка диапазона измерений массовой доли углерода и серы | Стандартные образцы с массовой долей серы от 0,001 % до 0,01 % включ., δ=±12,5 % | ГСО 6139-91 ГСО 10114-2012 |
| | св. 0,01 % до 1,0 % включ., δ=±5 % | ГСО 6139-91 ГСО 250-91 ГСО 10743-2016 |
| | св. 1,0 % до 40 % включ., δ=±2,5 % | ГСО 11337-2019 ГСО 9683-2010 |

| Операции поверки, требующие применения средств поверки | Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки | Перечень рекомендуемых средств поверки |
|--|--|--|
| | Средство измерений массы II (высокий) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011 | Весы лабораторные электронные ВЛ-124В-С, рег. № 71442-18 |
| Примечание – Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, стандартные образцы утвержденного типа с действующими паспортами, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице. | | |

6.2 При выборе средств поверки рекомендуется отдавать приоритет стандартным образцам утвержденных типов с установленной прослеживаемостью к государственным первичным эталонам единиц величин того же рода.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Министерства труда и Социальной защиты РФ 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 необходимо установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в руководстве пользователя (РП);
- 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, поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Подготавливают анализатор в соответствии с РП, при необходимости проводят градуировку.

9.2 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра, приведенного в таблице 3 настоящей методики поверки.

9.2 При включении анализатора осуществляется автоматическое тестирование электроники и аппаратных средств анализатора.

9.3 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготавливают в соответствии с инструкцией по применению, средства измерений, используемые при поверке, - согласно их эксплуатационной документации.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) анализатора. Идентификацию наименования и номера версии ПО проводят следующим образом: на главном экране программы нажимают вкладку «справка»→ «о программе META Terminal»→ «версия ПО». В открывшемся окне высвечивается версия ПО, проверяют номер версии.

Идентификационное наименование и номер версии ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 - Идентификационные данные программного обеспечения

| Идентификационные данные (признаки) | Значение |
|---|--------------------|
| Идентификационное наименование ПО | МЕТЕК Углерод Сера |
| Номер версии (идентификационный номер) ПО | 7.7.x.x* |
| Цифровой идентификатор ПО | - |

* x относится к метрологически незначимой части ПО и принимает значения от 0 до 99

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

11.1 Проверка относительного среднего квадратичного отклонения (далее – ОСКО) выходного сигнала

11.1.1 Для проверки ОСКО выходного сигнала берут навеску $(0,1 \pm 0,05)$ г ГСО 11337-2019 и проводят не менее 5 измерений выходного сигнала.

11.1.2 Навеску стандартного образца помещают в лодочки для сжигания. В стандартный образец добавляют необходимое количество ускоряющей добавки в соответствии с РП (оксид меди, в соотношении 1 к 1) и проводят измерения.

11.1.3 Рассчитывают ОСКО выходного сигнала i -го элемента (S_{ri} , %) в стандартном образце по формуле

$$S_{ri} = \frac{S_i}{\bar{I}_{Ri}} \cdot 100, \quad (1)$$

где S_i - среднее квадратическое отклонение результатов измерений выходного сигнала i -го элемента в стандартном образце, В·с/мг, рассчитанное по формуле

$$S_i = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (I_{ji}/m_{bj_i} - \bar{I}_{Ri})^2}{n - 1}}, \quad (2)$$

I_{ji} - j -ый результат измерений выходного сигнала i -го элемента в стандартном образце, В·с;

m_{bj_i} - j -ая масса навески ГСО взятая для определения i -го элемента, измеренная на весях, мг;

n – количество измерений выходного сигнала i -го элемента в стандартном образце;

\bar{I}_{Ri} – среднее арифметическое значение результатов измерений выходного сигнала i -го элемента в стандартном образце, В·с/мг, рассчитанное по формуле

$$\bar{I}_{Ri} = \frac{\sum_{j=1}^n I_{ji} / m_{Bji}}{n}, \quad (3)$$

n – количество измерений выходного сигнала *i*-го элемента в стандартном образце.

Полученные значения ОСКО выходного сигнала должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

11.2 Проверка предела обнаружения

11.2.1 Для проверки предела обнаружения *i*-го элемента проводят не менее пяти измерений выходного фонового сигнала *i*-го элемента (в пустом тигле).

11.2.2 Рассчитывают СКО полученных значений выходного фонового сигнала *i*-го элемента ($S_{\phi i}$, В·с) по формуле

$$S_{\phi i} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (Y_{\phi ji} - \bar{Y}_{\phi i})^2}{n-1}}, \quad (4)$$

где $Y_{\phi ji}$ – *j*-ый результат измерений выходного фонового сигнала *i*-го элемента, В·с;

$\bar{Y}_{\phi i}$ – среднее арифметическое значение выходного фонового сигнала *i*-го элемента, В·с, рассчитанное по формуле

$$\bar{Y}_{\phi i} = \frac{\sum_{j=1}^n Y_{\phi ji}}{n}. \quad (5)$$

11.2.3 Далее берут навеску $(0,6 \pm 0,1)$ г стандартного образца по п. 6 настоящей методики поверки и проводят не менее 5 измерений выходного сигнала, рассчитывают чувствительность анализатора по *i*-му элементу (N_i , В·с/мг) по формуле

$$N_i = \frac{\bar{I}_{Ri} \cdot 100}{C_i}, \quad (6)$$

где C_i – аттестованное значение массовой доли *i*-го элемента, %.

11.2.4 Рассчитывают предел обнаружения *i*-го элемента, $C_{i\min}$, мг, по формуле

$$C_{i\min} = \frac{3 \cdot S_{\phi i}}{N_i} \cdot 100. \quad (7)$$

Полученные значения пределов обнаружений элементов должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

11.3 Определение относительной погрешности измерений массовой доли углерода и серы

11.3.1 Для проверки относительной погрешности измерений массовой доли углерода и серы проводят не менее 5 измерений массовой доли углерода и серы, используя стандартные образцы по п. 6 настоящей методики поверки. Стандартные образцы подбирают таким образом, чтобы аттестованное значение массовой доли углерода и серы попадало в каждый повременный поддиапазон.

11.3.2 Рассчитывают относительную погрешность измерений массовой доли углерода и серы (δ_i , %) по формуле

$$\delta_i = \frac{100}{A_i} \cdot \frac{\frac{tS_{\omega i}}{\sqrt{l}} + |\bar{\omega}_i - A_i| + |\Delta A_i|}{\left[\frac{S_{\omega i}}{\sqrt{l}} + \frac{|\bar{\omega}_i - A_i| + |\Delta A_i|}{\sqrt{3}} \right]} \cdot \sqrt{\frac{(|\bar{\omega}_i - A_i| + |\Delta A_i|)^2}{3} + \frac{S_{\omega i}^2}{l}}, \quad (8)$$

где A_i и ΔA_i – аттестованное значение массовой доли *i*-го элемента в стандартном образце

и его абсолютная погрешность соответственно, %;

t – коэффициент Стьюдента, который зависит от доверительной вероятности P и числа результатов наблюдений l ($t = 2,78$ для $l = 5$ при $P = 0,95$);

$\bar{\omega}_i$ – среднее арифметическое значение результатов измерений массовой доли i -го элемента в стандартном образце, %, рассчитанное по формуле

$$\bar{\omega}_i = \frac{\sum_{j=1}^l \omega_{ji}}{l}, \quad (9)$$

где ω_{ji} – j -ый результат измерений массовой доли i -го элемента в стандартном образце, %;

l – количество измерений массовой доли i -го элемента в стандартном образце;

$S_{\omega i}$ – среднее квадратическое отклонение результатов измерений массовой доли i -го элемента в стандартном образце, %, рассчитанное по формуле

$$S_{\omega i} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^l (\omega_{ji} - \bar{\omega}_i)^2}{l - 1}}, \quad (10)$$

Полученные значения относительной погрешности должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

11.4 Проверка диапазона измерений массовой доли углерода и серы

11.4.1 Проверка диапазона измерений массовой доли углерода и серы проводят одновременно с определением относительной погрешности измерений массовой доли углерода и серы по п. 11.3 настоящей методики поверки.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

12.1.1 12.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению.

12.1.2 12.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению.

12.1.3 12.4 Нанесение знака поверки на анализаторы не предусмотрено. Пломбирование анализаторов не предусмотрено.

12.1.4 12.5 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, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещения о непригодности к применению средства измерений.

12.1.5 12.6 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки

Разработчик:

Зам. зав. лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»



Е.В. Вострокутова