

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
(ФГУП «УНИИМ»)**



УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских

" 31 " марта 2017 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализатор углерода и серы Eltra CS 800

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 29-251-2017

г. Екатеринбург

2017 г.

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** зав. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ», к.х.н. Собина Е.П.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** директором ФГУП «УНИИМ» 31 марта 2017 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ.....	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....	5
5	ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЯ	6
6	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	6
7	УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ	6
8	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	6
9	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	6
	9.1 Внешний осмотр.	6
	9.2 Опробование.	6
	9.3 Проверка метрологических характеристик.	7
10	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....	9
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	11
	ПРИЛОЖЕНИЕ Б	12

Государственная система обеспечения единства измерений. Анализатор углерода и серы Eltra CS 800. Методика поверки	МП 29-251-2017
--	----------------

Дата введения в действие: __. __. 2017 г.

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализатор углерода и серы Eltra CS 800 (далее - анализатор) производства фирмы «ELTRA GmbH» (Германия) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка анализатора должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке»

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

Приказ Минтруда России от 24.07.2013 N 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

ГОСТ 8.021-2015 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений массы

3 Операции поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	9.1	да	да
2 Опробование	9.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	9.3	да	да
3.1 Проверка значения относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли углерода и серы	9.3.1	да	да

Продолжение таблицы 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
3.2 Проверка диапазонов измерений массовой доли углерода и серы	9.3.2	да	да
3.3 Проверка относительной нестабильности результатов измерений массовой доли элементов за 8 часов непрерывной работы	9.3.3	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка и градуировка анализаторов в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- рабочий эталон единицы массы 1-го разряда в диапазоне от 1 мг до 100 г по ГОСТ 8.021 2015: весы лабораторные электронные I (специального) класса точности;
- стандартные образцы утвержденных типов, приведенные в таблице 2.

Таблица 2 - Стандартные образцы состава, используемые при поверке

№ ГСО	Элемент	Аттестованное значение массовой доли элемента, %	Границы абсолютной погрешности аттестованного значения при P=0,95, %
ГСО 8128-2002	углерод	от 12 до 14	± 0,16
	сера	от 0,1 до 1,0	от ± 0,004 до ± 0,024
ГСО 9976-2011	сера	26,7	± 0,1
ГСО 967-93П	углерод	от 0,005 до 0,03	от ± 0,00024 до 0,0015 %
	сера	от 0,001 до 0,02	± 0,00024 до ± 0,0007
ГСО 10503-2014	углерод	1,393	± 0,007
	сера	0,0057	± 0,0003

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и пределы измерений.

5 Требования к квалификации поверителя

К проведению работ по поверке анализатора углерода и серы Eltra CS 800 допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в порядке, установленном Росстандартом, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на анализатор.

6 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 N 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0-75.

7 Условия проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия, если иные не оговорены особо:

- температура окружающего воздуха, °С 22 ± 5
- относительная влажность воздуха, (при $t = 20$ °С), %, не более 70

7.2 Анализатор устанавливается вдали от источников магнитных и электрических полей.

8 Подготовка к поверке

8.1 При подготовке к проведению поверки выполнить следующие операции:

- анализатор подготовить к работе в соответствии с РЭ.

8.2 Приготовить навески стандартных образцов утвержденных типов, предусмотренных в качестве средств поверки, в соответствии с инструкциями по применению ГСО с учетом Приложения А.

Примечание – в приложении А приведен пример расчета моделируемых характеристик ГСО для конкретных партий ГСО.

9 Проведение поверки

9.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

9.2 Опробование.

9.2.1 Включить анализатор и проверить работоспособность органов управления и регулировки анализатора при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

9.2.2 Провести градуировку поверяемого анализатора в соответствии с РЭ.

9.2.3 Провести проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) анализатора. Номер версии ПО идентифицируется при включении анализатора путем вывода на экран монитора персонального компьютера информации во вкладке о программе. Цифровой идентификатор ПО проверить путем запуска Uni.exe с помощью программы md5 (программа md5 находится в свободном доступе на сайте <http://www.md5summer.org>). Цифровой идентификатор ПО должен соответствовать указанному в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение для анализатора
Идентификационное наименование ПО	Uni
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	2.4.4.3
Цифровой идентификатор ПО	a809b53dc98d611cfeedfc5f76819338
Другие идентификационные данные	Uni.exe (запускающий файл)
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	MD5

9.3 Проверка метрологических характеристик.

Метрологические характеристики анализатора приведены в таблице 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение характеристики
Диапазон измерений массовой доли углерода, %	от 0,005 до 25,0
Диапазон измерений массовой доли серы, %	от 0,001 до 40,0
Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли углерода, %, в диапазонах измерений:	
- от 0,005 до 0,02 % включ.	10
- св. 0,02 до 2,0 % включ.	5
- св. 2,0 до 25,0 % включ.	2

Продолжение таблицы 4

Наименование характеристики	Значение характеристики
Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли серы, %, в диапазонах измерений: - от 0,001 до 0,02 % включ. - св. 0,02 до 2,0 % включ. - св. 2,0 до 40,0 % включ.	15 5 2
Относительная нестабильность результатов измерений массовой доли элементов за 8 часов непрерывной работы (при массовой доле элемента выше 2,0 %), %	3

9.3.1 Проверка значения относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли углерода и серы

Проводится определение значения относительного среднего квадратического отклонения (далее – ОСКО) результата измерений массовой доли элементов с использованием навесок ГСО, подготовленных в соответствии с Приложением А к настоящей методике поверки и РЭ на анализатор (в части добавки к пробе акселераторов).

Произвести не менее пяти измерений массовой доли элемента в соответствии с РЭ с использованием пяти навесок каждого ГСО, подготовленных по Приложению А. Для каждого элемента рассчитать среднее арифметическое значение (\bar{X}_j , %) и значение ОСКО (S_{oj} , %) по формулам:

$$\bar{X}_j = \frac{\sum_{i=1}^n X_{ij}}{n}, \quad (1)$$

$$S_{oj} = \frac{100}{A_j} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_{ij} - \bar{X}_j)^2}{n-1}}, \quad (2)$$

где X_{ij} – результат i -го измерения массовой доли j -го элемента в ГСО, %;

A_j – моделируемое значение массовой доли j -го элемента в ГСО в соответствии с Приложением А, %;

n – число измерений.

Полученные значения ОСКО результатов измерений массовой доли элементов должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

9.3.2 Проверка диапазона измерений массовой доли углерода и серы

Проверка диапазонов измерений массовой доли углерода и серы производится одновременно с определением значения ОСКО по 9.3.1. За диапазоны измерений анализатора принимают диапазоны измерений массовой доли углерода и серы, приведенные в таблице 4, если полученные значения ОСКО по 9.3.1 удовлетворяют требованиям 4.

9.3.3 Проверка относительной нестабильности результатов измерений массовой доли элементов за 8 часов непрерывной работы

Провести 5 измерений одного из элементов ГСО, массовая доля которого более 2 %, в первый час работы анализатора (проводится одновременной с определением значения ОСКО по п. 4.3.1) и через 8 часов непрерывной работы анализатора. Относительную нестабильность результатов измерений массовой доли элемента за 8 часов непрерывной работы, V_j , % рассчитывают по формуле

$$V_j = \left| \frac{\bar{X}_{j1} - \bar{X}_{j8}}{\bar{X}_{j1}} \right| \cdot 100, \quad (3)$$

где \bar{X}_{j1} – среднеарифметическое результатов измерений массовой доли j -го элемента в ГСО в первый час работы, %;

\bar{X}_{j8} – среднеарифметическое результатов измерений массовой доли j -го элемента в ГСО через 8 часов непрерывной работы, %.

Полученные значения нестабильности результатов измерений массовой доли одного из элементов за 8 часов непрерывной работы, рассчитанное по формуле (3), не должно превышать значения, приведенного в таблице 4.

9.3.4 По требованию заказчика допускается проведение поверки анализаторов не по всем элементам и (или) на меньшем числе поддиапазонов измерений. Соответствующая запись должна быть сделана в свидетельстве о поверке.

10 Оформление результатов поверки

10.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения Б.

10.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815. Знак поверки наносится на переднюю панель анализатора.

10.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению, свидетельство о поверке аннулируют и выписывают извещение о непригодности к применению с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815.

Разработчик

Зав. лаб.251 ФГУП «УНИИМ», к.х.н.


_____ **Е.П. Соби́на**

Приложение А

Процедура приготовления навесок стандартных образцов

А.1 Приготовление навесок стандартных образцов с известными значениями массовой доли элементов (углерода и серы) провести путем отбора навесок в предварительно взвешенный тигель с помощью весов лабораторных электронных I (специального) класса точности в соответствии с таблицей А.1.

А.2 Рассчитать моделируемое значение массовой доли элемента в подготовленной навеске по формуле

$$A' = A \cdot \frac{m_1}{m_2}, \quad (\text{A.1})$$

где A – аттестованное значение массовой доли элемента ГСО в соответствии с паспортом, %; A' – моделируемое значение массовой доли элемента, %; m_1 – масса отобранной навески ГСО с помощью весов лабораторных электронных I (специального) класса точности, г; m_2 – масса навески, заданная в анализаторе (устанавливается вручную в ПО анализатора).

Таблица А.1 – Моделирование массовой доли углерода и серы с помощью навесок ГСО

№ ГСО	Элемент	Аттестованное значение массовой доли элемента, %	Масса ГСО, m_1^* , г	Масса ГСО, m_2^* , г	Моделируемое значение массовой доли элемента, %
ГСО 967-93П	углерод	0,011	0,6	1,2	0,0055
ГСО 967-93П	углерод	0,011	0,6	0,6	0,011
	сера	0,003	0,6	0,6	0,003
ГСО 10503-2014	углерод	1,393	0,2	0,2	1,393
ГСО 9453-2009	сера	3,10	0,2	0,2	3,10
ГСО 8128-2002	углерод	13,2	0,1	0,06	24,0
	сера	0,44	0,1	0,06	0,80
ГСО 9976-2011	сера	26,7	0,1	0,1	26,7

*даны ориентировочные массы навесок ГСО: масса навески подбирается, исходя из уровня сигнала элемента в матрице конкретного ГСО.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализатор углерода и серы Eltra CS 800 зав. № _____

Документ на поверку: МП 29-251-2017 «ГСИ. Анализатор углерода и серы Eltra CS 800.

Методика поверки».

Перечень эталонных средств, используемых при поверке:

Условия проведения поверки:

- температура окружающей среды, °C _____

- относительная влажность воздуха, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица Б.1 – Результаты проверки значения относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) результата измерений массовой доли углерода и серы

№ ГСО, наименование элемента	Аттестованное значение массовой доли элемента, %	Результаты измерений массовой доли элемента, %	Значение ОСКО результата измерений в диапазоне измерений массовой доли элемента, %	Нормируемые значение ОСКО результата измерений в диапазоне измерений массовой доли элемента, %
1	2	3	4	5

