

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

Утверждаю

Директор ФГУП «УНИИМ»



С.В. Медведевских

2018 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы углерода и серы ELTRA ELEMENTRAC

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 06-241-2018

Екатеринбург

2018

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)

2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Зеньков Е.О.

3 УТВЕРЖДЕНА директором ФГУП «УНИИМ» в марте 2018 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ.....	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ	6
6	УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ	6
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	6
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	6
	8.1 ВНЕШНИЙ ОСМОТР	6
	8.2 ОПРОБОВАНИЕ	6
	8.3 ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК	7
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	8
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	9
	ПРИЛОЖЕНИЕ Б	11

Государственная система обеспечения единства измерений Анализаторы углерода и серы ELTRA ELEMENTRAC. Методика поверки	МП 06-241-2018
--	-----------------------

Дата введения в действие: март 2018 г.

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы углерода и серы ELTRA ELEMENTRAC (далее – анализаторы) производства фирмы «ELTRA GmbH», Германия, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка анализаторов 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 №1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минтруда России №328н от 24.07.2013 «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания
ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности.

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	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3		
3.1 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли углерода и серы	8.3.1	да	да
3.2 Проверка диапазона измерений массовой доли углерода и серы	8.3.2	да	нет

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- весы лабораторные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011;
- стандартный образец чугуна типа ПЛ2 (Ч10) ГСО 4460-91П (массовая доля углерода 3,59 %, абсолютная погрешность $\pm 0,01$ %);
- стандартный образец стали углеродистой типа Ст0 (С2) ГСО 888-93П (массовая доля углерода 0,0077 %, абсолютная погрешность $\pm 0,0003$ %; массовая доля серы 0,0054 %, абсолютная погрешность $\pm 0,0003$ %);
- стандартный образец стали легированной типа Р6М5 (С24) ГСО 1639-93П (массовая доля углерода 0,910 %, абсолютная погрешность $\pm 0,005$ %; массовая доля серы 0,0144 %, абсолютная погрешность $\pm 0,0004$ %);
- стандартные образцы состава угля и кокса (набор УГ-68 СО ЛЕКО) ГСО 10876-2017/ГСО 10878-2017: ГСО 10877-2017 (массовая доля углерода 90 %, абсолютная погрешность $\pm 1,0$ %; массовая доля серы 3,0 %, абсолютная погрешность $\pm 0,05$ %);
- стандартные образцы состава угля (набор УГ67 СО ЛЕКО) ГСО 10821-2016/ГСО 10824-2016: ГСО 10822-2016 (массовая доля серы 1,9 %, относительная погрешность $\pm 0,07$ %) и ГСО 10821-2016 (массовая доля серы 0,9 %, относительная погрешность $\pm 0,05$ %);
- стандартный образец руды сульфидной медной типа МВ (ИСО Р35) ГСО 9976-2011 (массовая доля серы 26,7 %, абсолютная погрешность $\pm 0,1$ %);
- стандартные образцы состава меди (комплект VSMS2) ГСО 10441-2014 (массовая доля серы 0,00033 %, абсолютная погрешность $\pm 0,00005$ %).

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

5 Требования безопасности и требования к квалификации поверителей

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №328н от 24 июля 2013 г., требования ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.2.003.

Поверитель перед проведением поверки должен ознакомиться с руководством по эксплуатации (далее - РЭ) на анализатор и пройти обучение по охране труда на месте проведения поверки.

6 Условия проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 18 до 25
- относительная влажность воздуха, %, не более 85

7 Подготовка к поверке

Анализатор и средства поверки подготовить к работе в соответствии с эксплуатационной документацией на них.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование

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

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее - ПО). Идентификационные данные ПО идентифицируются при включении анализатора или при обращении к соответствующему подпункту меню. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Elements
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	-
Цифровой идентификатор (контрольная сумма)	-

8.3 Проверка метрологических характеристик

8.3.1 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли углерода и серы

Проверку относительной погрешности измерений массовой доли углерода и серы провести с использованием ГСО, указанных в разделе 4 настоящей методики, и навесок ГСО, приготовленных по приложению Б. Для измерений выбрать не менее одного ГСО (или навески ГСО) в каждом поддиапазоне измерений.

Выполнить не менее 5 измерений массовой доли углерода и серы каждого из используемых ГСО. По результатам измерений для каждого ГСО вычислить среднее арифметическое (\bar{X}_j), СКО (S_j) и относительную погрешность (δ_j) измерений массовой доли элементов по формулам:

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

$$S_j = \sqrt{\frac{\sum (X_{ij} - \bar{X}_j)^2}{n-1}}, \quad (2)$$

$$\delta_j = \frac{\frac{tS_j}{\sqrt{n}} + |\bar{X}_j - A_j| + |\Delta A_j|}{\left[\frac{S_j}{\sqrt{n}} + \frac{|\bar{X}_j - A_j| + |\Delta A_j|}{\sqrt{3}} \right] A_j} \cdot \sqrt{\frac{(|\bar{X}_j - A_j| + |\Delta A_j|)^2}{3} + \frac{S_j^2}{n}} \cdot 100, \quad (3)$$

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

A_j - значение массовой доли j -го элемента в ГСО, %;

ΔA_j - абс. погрешность массовой доли j -го элемента в ГСО, %;

n - количество измерений;

t - коэффициент Стьюдента, равный 2,78 при $n=5$.

Полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли углерода и серы должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.2 Проверка диапазона измерений массовой доли углерода и серы

Проверку диапазона измерений массовой доли углерода и серы провести одновременно с определением относительной погрешности по 8.3.1 (провести измерения в начале, середине и в конце диапазона измерений).

Полученные значения диапазона измерений массовой доли углерода и серы должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристик	Значения характеристик для модели	
	ELEMENTRAC CS-i	ELEMENTRAC CS-d
Диапазон измерений массовой доли, %: - углерода - серы	от $0,1 \cdot 10^{-4}$ до 12 от $0,5 \cdot 10^{-4}$ до 40	от $0,1 \cdot 10^{-4}$ до 100 от $0,5 \cdot 10^{-4}$ до 100
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли углерода и серы, %: - от $0,1 \cdot 10^{-4}$ до 0,001 % включ.; - св. 0,001 до 0,01 % включ.; - св. 0,01 до 1,0 % включ.; - св. 1,0 до 100 % включ.	± 50 ± 30 ± 10 ± 3	± 50 ± 30 ± 10 ± 3
* Примечание: Диапазоны измерений массовой доли углерода и серы могут быть расширены до 100 % при уменьшении навески анализируемой пробы. Обе модели анализаторов могут оснащаться только одним ИК-детектором для измерения только углерода или только серы.		

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

В этом случае проверку относительной погрешности измерений массовой доли элементов провести в двух точках каждого из используемых поддиапазонов измерений.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения А.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815. Знак поверки наносится на лицевую панель анализатора в соответствии с рисунком 1, приведенным в описании типа.

9.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство о поверке и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815.

Разработчик:

Инженер I кат. лаб. 241 ФГУП «УНИИМ»



Зеньков Е.О.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(рекомендуемое)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализатор углерода и серы ELTRA ELEMENTRAC, модель _____, зав № _____

Документ на поверку: МП 06-241-2018 «ГСИ. Анализаторы углерода и серы ELTRA ELEMENTRAC. Методика поверки».

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °С _____

- относительная влажность воздуха, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица А.1 – Проверка относительной погрешности измерений массовой доли элементов

Значение массовой доли элемента в ГСО, %	№ измерения	Результаты измерений массовой доли элемента на анализаторе, %	Среднее арифметическое значение результатов измерений массовой доли элемента, %	Относительная погрешность измерений массовой доли элемента, %	Нормируемое значение относительной погрешности измерений массовой доли элемента, %
	1				
	2				
	3				
	4				
	5				

Таблица А.2 – Результаты проверки диапазона измерений массовой доли углерода и серы

Элемент	Полученные значения диапазона измерений массовой доли, %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
Углерод		
Сера		

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от « ___ » _____ 20 ___ г, № _____

Поверитель _____

подпись

(Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)

Процедура приготовления навесок ГСО

Б.1 Приготовление навесок ГСО с известными значениями массовой доли углерода и серы провести путем отбора навесок в предварительно взвешенный тигель с помощью весов неавтоматического действия I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

Б.2 Рассчитать моделируемое значение (A') массовой доли элемента в подготовленной навеске по формуле

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

где A - аттестованное значение массовой доли углерода или серы в ГСО, %;

m_1 - масса навески ГСО, измеренная на весах, г;

m_2 - масса навески, которая устанавливается вручную в ПО анализатора, г.

Таблица Б.1 – Примеры расчета моделируемых значений массовой доли элементов в навеске ГСО*

ГСО	Элемент	Аттестованное значение массовой доли элемента в ГСО	Масса навески ГСО m_1 , г	Масса навески ГСО m_2 , г	Моделируемое значение массовой доли элемента, %
ГСО 888-93П	углерод	0,0077	0,3	0,3	0,0077
ГСО 888-93П	углерод	0,0077	0,3	5	0,000462
ГСО 9976-2011	сера	26,7	0,3	0,3	26,7
ГСО 9976-2011	сера	26,7	0,5	0,15	89

*Примечание – расчеты приведены для примера. Значения навесок ГСО следует выбирать исходя из аттестованного значения ГСО и требуемого моделируемого значения массовой доли элемента.