

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

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»



С.В. Медведевских

" 16 " 12 2019 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы углерода и серы CS-3000, CS-3000G, CS-3600

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 99-241-2019

Екатеринбург

2019

ПРЕДИСЛОВИЕ

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

2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Зеньков Е.О.

3 УТВЕРЖДЕНА директором ФГУП «УНИИМ» в декабре 2019 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....	6
6	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКИ К НЕЙ.....	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

Дата введения: декабрь 2019 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы углерода и серы CS-3000, CS-3000G, CS-3600 (далее - анализаторы) производства фирмы «NCS Testing Technology CO., LTD», Китай 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 N 1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. 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 диапазонов 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:

- ГСО 10876-2017/10878-2017 (массовая доля серы 3,0 %, абс. погрешность $\pm 0,05$ %; массовая доля углерода 88,50 %, абс. погрешность ± 1 %);

- ГСО 1367-92П (массовая доля углерода 0,702 %, абс. погрешность $\pm 0,004$ %);

- ГСО 10441-2014 (массовая доля серы от 0,00033 до 0,41 %, абс. погрешность $\pm(0,00005-0,02)$ %);

- ГСО 1479-91П (массовая доля углерода 0,0097 %, абс. погрешность $\pm 0,0004$ %);

- ГСО 4463-92П (массовая доля углерода 0,0023 %, абс погрешность $\pm 0,00027$ %, массовая доля серы 0,0057 %, абс погрешность $\pm 0,0004$ %);

- ГСО 6139-91 (массовая доля углерода 4,33 %, абс погрешность $\pm 0,005$ %, массовая доля серы 0,0101 %, абс погрешность $\pm 0,0012$ %);

- ГСО 1424-89П (массовая доля углерода 0,136 %, абс погрешность $\pm 0,0024$ %, массовая доля серы 0,193 %, абс погрешность $\pm 0,003$ %);

- ГСО 9683-2010 (массовая доля серы 38,6 %, абс. погрешность $\pm 0,3$ %);

- ГСО 3245-91П (массовая доля серы 0,095 %, абс. погрешность $\pm 0,001$ %);

- ГСО 6409-92 (массовая доля серы 0,3 %, абс. погрешность $\pm 0,0024$ %);

- весы неавтоматического действия I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую

точность и диапазоны измерений.

5 Требования безопасности

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. Для выполнения измерений допускаются лица, прошедшие инструктаж и обученные работе с анализатором.

6 Условия поверки и подготовки к ней

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

- | | |
|---------------------------------------|-------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | от 18 до 25 |
| - относительная влажность воздуха, % | от 20 до 80 |

6.2 Анализаторы устанавливаются вдали от источников магнитных и электрических полей.

7 Подготовка к поверке

Анализаторы подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее - РЭ).

Стандартные образцы, используемые при поверке, подготовить к работе в соответствии с паспортом.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

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

8.2 Опробование.

8.2.1 Включить анализатор и запустить пробную процедуру измерения одного из ГСО, указанных в разделе 4. Убедиться, что анализатор функционирует и результаты измерения выводятся на экран персонального компьютера с использованием программного обеспечения анализатора.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение для моделей	
	CS-3000, CS -3000G	CS-3600
Идентификационное наименование ПО	NCS	Coalmaster CS
Номер версии ПО	не ниже 1.7.02	не ниже 3.1.7
Цифровой идентификатор ПО	-	-

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.

Провести не менее пяти измерений массовой доли углерода и серы не менее, чем в двух точках каждого поддиапазона измерений в соответствии с РЭ каждого ГСО. Для каждого ГСО рассчитать среднее арифметическое значение (\bar{X}_j), СКО (S_j) и относительную погрешность (δ_j) измерений массовой доли компонента по формулам:

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

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

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

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

A_j и ΔA_j – аттестованные значения массовой доли компонента в j -ом ГСО и их погрешность соответственно, %;

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

n – количество измерений.

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

8.3.2 Проверка диапазонов измерений массовой доли углерода и серы,

Проверку диапазонов измерений массовой доли углерода и серы провести одновременно с проверкой относительной погрешности по 8.3.1 (провести измерения массовой доли углерода и серы в начале и в конце каждого поддиапазона измерений). Полученные значения диапазонов измерений массовой доли углерода и серы должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значение для модели		
	CS-3000	CS -3000G	CS-3600
Диапазон измерений массовой доли углерода, %	от 0,0001 до 6,0	от 0,0001 до 6,0 (от 0,01 до 100)*	от 0,01 до 100
Диапазон измерений массовой доли серы, %	от 0,0001 до 30	от 0,0001 до 30 (от 0,005 до 39)*	от 0,005 до 39
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли углерода в поддиапазонах измерений, %:			
- от 0,0001 до 0,01 % включ.	±25	±25	-
- св. 0,01 до 1,0 % включ.	±10	±10	±10
- св. 1,0 до 100 % включ.	±5	±5	±5
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли серы в поддиапазонах измерений, %:			
- от 0,0001 до 0,1 % включ.	±30	±30	±30
- св. 0,1 до 1,0 % включ.	±10	±10	±10
- св. 1,0 до 39 % включ.	±5	±5	±5
* При использовании резистивной печи			

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформить протокол проведения поверки в свободной форме.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815. Знак поверки в виде оттиска поверительного клейма наносится на свидетельство о поверке.

9.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации 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

(обязательное)

Процедура приготовления навесок ГСО

А.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.

А.2 Рассчитать моделируемое значение (A') 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 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 А.1 – Примеры расчета моделируемых значений массовой доли элементов в навеске ГСО*

ГСО	Элемент	Аттестованное значение массовой доли элемента в ГСО, % (для водорода млн ⁻¹)	Масса навески ГСО m_1 , г	Масса навески ГСО m_2 , г	Моделируемое значение массовой доли элемента, % (для водорода млн ⁻¹)
ГСО 4463-92П	углерод	0,0023	0,1	1	0,00023

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

Абсолютную погрешность моделируемого значения массовой доли элементов рассчитать по формуле

$$\Delta_{A'} = \sqrt{\left(\frac{m_1}{m_2}\right)^2 \cdot \Delta_A^2 + \left(\frac{A}{m_2}\right)^2 \cdot \Delta_m^2 + \left(\frac{A \cdot m_1}{m_2^2}\right)^2 \cdot \Delta_m^2}, \quad (\text{A.2})$$

где Δ_m - абс. погрешность весов, г;

Δ_A - абсолютная погрешность аттестованного значения массовой доли элемента в ГСО, %.