

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

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
21" апреля 2023 г.



«ГСИ. Анализаторы углерода и серы СS.
Методика поверки»

МП 109-251-2022

Екатеринбург
2023 г.

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 ведущий инженер лаб. 251, Засухин А.С.
3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2023 г.

СОДЕРЖАНИЕ

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

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы углерода и серы CS (далее — анализаторы), выпускаемые фирмой «Chongqing YanRui Instrument Co., Ltd.», Китай. Анализаторы подлежат первичной и периодической поверке. Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость анализаторов обеспечивается:

– к ГЭТ 176-2019 «Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах» посредством применения стандартных образцов утвержденных типов

и (или)

– ГЭТ 3-2020 «Государственный первичный эталон единицы массы (килограмм)» посредством применения стандартных образцов утвержденных типов, метрологические характеристики которых определены методом межлабораторного эксперимента с использованием аттестованных методик измерений, предусматривающих применение поверенных весов, прослеживаемых к ГЭТ 3-2020 в соответствии с приказом Росстандарта РФ от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы».

1.3 В настоящей методике поверки 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 характеристики	Значение для модели	
	CS-320	CS-320 S
Диапазон измерений массовой доли углерода, %	от 0,0001 до 12,0	от 0,0001 до 12,0
Диапазон измерений массовой доли серы, %	от 0,0001 до 10,0	от 0,0001 до 50,0
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли углерода, %, в поддиапазонах измерений:		
- от 0,0001 % до 0,01 % включ.		6
- св. 0,01 % до 0,1 % включ.		4
- св. 0,1 % до 1,0 % включ.		3
- св. 1,0 % до 12,0 % включ.		1,5
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли серы, %, в поддиапазонах измерений:		
- от 0,0001 % до 0,01 % включ.	6	6
- св. 0,01 % до 0,1 % включ.	4	4
- св. 0,1 % до 1,0 % включ.	3	3
- св. 1,0 % до 10,0 % включ.	2	-
- св. 1,0 % до 50,0 % включ.	-	2
Чувствительность по углероду, усл. ед./г, не менее	5·10 ³	
Чувствительность по сере, усл. ед./г, не менее	5·10 ³	

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- Приказ Росстандарта Российской Федерации от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»;

- Приказ Росстандарта от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»;

- Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «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 Перечень операций поверки средства измерений

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

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений	да	да	11
Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли элементов	да	да	11.1
Определение диапазона измерений массовой доли элементов	да	нет	11.2
Определение чувствительности	да	да	11.3
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, поверка анализатора прекращается, и выполняются операции по п. 13 настоящей методики поверки.

3.3 На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проводить периодическую поверку на меньшем числе поддиапазонов измерений, а также для одного из элементов (углерод или сера), с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки (поверка в сокращенном объеме). Данная информация приводится в свидетельстве о поверке (в случае его оформления) и в сведениях, направляемых в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от + 15 до + 25
- относительная влажность, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие руководство по эксплуатации (далее – РЭ) на анализатор и настоящую методику поверки.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно 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
п. 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	<p>Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от плюс 10 °С до плюс 30 °С с абсолютной погрешностью не более 1 °С;</p> <p>Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 10 до 90 %, с абсолютной погрешностью не более 3 %</p>	Термогигрометры электронные «CENTER» моделей 310, 311, 313, 314, 315, 316 (рег. № 22129-09)
п.11 Определение метрологических характеристик средства измерений	<p>Стандартный образец стали углеродистой: аттестованное значение массовой доли серы 0,0054 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,0002$ % при $P=0,95$; аттестованное значение массовой доли углерода 0,0025 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,0002$ % при $P=0,95$;</p> <p>Стандартный образец состава стали легированной типа: диапазон аттестованных значений массовой доли серы от 0,1 до 0,3 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения от $\pm 0,0018$ до 0,005 % при $P=0,95$; диапазон аттестованных значений массовой доли углерода от 0,1 до 0,5 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,0024$ до 0,005 % при $P=0,95$;</p> <p>Стандартный образец состава меди: аттестованное значение массовой доли серы 3,9 млн⁻¹, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,7$ млн⁻¹ при $P=0,95$</p> <p>Стандартный образец состава меди: аттестованное значение массовой доли серы 12,0 млн⁻¹, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 1,8$ млн⁻¹ при $P=0,95$;</p> <p>Стандартный образец состава чугуна литейного: диапазон аттестованных</p>	<p>ГСО 10114-2012 (ИСО Y25)</p> <p>ГСО 250-91П (УНЛ8в)</p> <p>ГСО 10488-2014 (VSM03-7)</p> <p>ГСО 10488-2014 (VSM03-5)</p> <p>ГСО 6139-91 (Ч12)</p>

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	<p>значений массовой доли серы от 0,005 до 0,02 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения от $\pm 0,0004$ до 0,0012 % при $P=0,95$; диапазона аттестованных значений массовой доли углерода от 4 до 4,5 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,024$ % при $P=0,95$</p> <p>Стандартный образец стали углеродистой типа 08пс: аттестованное значение массовой доли серы 0,0054 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,0002$ % при $P=0,95$; аттестованное значение массовой доли углерода 0,0025 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,0002$ % при $P=0,95$;</p> <p>Стандартный образец состава концентрата медного КМ7: аттестованное значение массовой доли серы 38,6 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,2$ % при $P=0,95$</p>	<p>ГСО 10114-2012 (ИСО У25)</p> <p>ГСО 9683-2010 (Р34а)</p>
<p><i>Примечание – Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице, а также п. 1.2 настоящей методики поверки.</i></p>		

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть утвержденного типа и поверены, стандартные образцы (далее – СО) должны быть утвержденного типа и иметь действующий паспорт.

6.3 При выборе средств поверки в части СО рекомендуется отдавать приоритет СО с установленной метрологической 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 Приказа 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 устанавливаются:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- наличие обозначения и заводского номера, четкость маркировки, а также отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с

п.6 настоящей методики поверки.

9.2 Перед проведением поверки анализатор готовят к работе в соответствии с РЭ, проверяют работоспособность органов управления и регулировки анализатора.

9.3 При включении анализатора должны отсутствовать сообщения об ошибках.

9.4 Применяемыми СО необходимо обеспечить наличие хотя бы одной измерительной точки массовой доли углерода и серы в каждом проверяемом поддиапазоне измерений. СО готовят к поверке в соответствии с их паспортами.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) анализатора: в строке команд выбирают пункт «Справка» («Help»); в открывшемся меню выбрать пункт «о ПО» («About») – откроется окно, содержащее номер версии ПО и идентификационное наименование ПО. Наименование и номер версии ПО анализатора должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО анализатора

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Carbon and Sulfur Analyzer
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 3.0
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли элементов

11.1.1 Определение метрологических характеристик проводят при помощи СО по п. 6.1 с учетом п. 9.4 настоящей методики поверки.

11.1.2 Проводят не менее 5 измерений массовой доли углерода и серы в каждой измерительной точке диапазона измерений массовой доли элемента. Полученные результаты измерений записывают в протокол произвольной формы.

11.2 Определение диапазона измерений массовой доли элементов

11.2.1 Определение диапазона измерений массовой доли элементов проводят одновременно с определением относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли элементов по п. 11.1.

11.3 Определение чувствительности

11.3.1 Определение чувствительности проводят с использованием СО (одного, содержащего оба определяемых элемента, или двух, содержащих по одному определяемому элементу), аттестованные значения массовой доли углерода и серы в котором (-ых) находятся в диапазоне от 0,001 до 0,01 %, рекомендуемый интервал масс навески СО от 0,5 до 1,0 г.

11.3.2 Проводят не менее 5 измерений интенсивности выходного сигнала для углерода и серы, полученные результаты измерений записывают в протокол произвольной формы.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 По результатам измерений по п. 11.1 рассчитывают среднее арифметическое значение массовой доли j -го элемента \bar{w}_j , %, по формуле

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

где w – i -результат измерения массовой доли j -го элемента, %;

n – число измерений массовой доли j -го элемента в СО.

12.2 Относительное среднее квадратическое отклонение результатов измерений массовой доли j -го элемента σ_j , %, рассчитывают в ПО анализатора или по формуле

$$\sigma_j = \frac{100}{\bar{w}_j} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (w_{ij} - \bar{w}_j)^2}{n-1}}, \quad (2)$$

12.3 Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли для углерода и серы должны соответствовать данным таблицы 1.

12.4 За диапазон измерений анализатора принимают данные по таблице 1, если значения относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли элементов, полученные по п. 11.1, не превышают пределов, указанных в таблице 1.

12.5 По результатам измерений по п. 11.3 рассчитывают чувствительность анализатора к j -му элементу N_{ij} , усл. ед./г, по формуле

$$N_{ij} = \frac{Y_{ij} \cdot 100}{A_j \cdot g_{ijCO}}, \quad (3)$$

где Y_{ij} – i -ое значение выходного сигнала j -го элемента, усл. ед.;

A_j – аттестованное значение массовой доли j -го элемента CO, %;

g_{ijCO} – i -ая масса навески CO, взятого для определения чувствительности анализатора к j -му элементу, г.

За чувствительность анализатора к j -му элементу принимают среднее арифметическое значение, рассчитанное как

$$\bar{N}_j = \frac{\sum_{i=1}^n N_{ij}}{n}, \quad (4)$$

где n – число измерений выходного сигнала j -го элемента в CO.

12.6 Полученное значение чувствительности должно соответствовать данным таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки на анализатор не предусмотрено. Пломбирование анализатора не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению.

13.5 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, утверждаемыми действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещение о непригодности к применению средства измерений.

13.6 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.

Ведущий инженер лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



А.С. Засухин