

**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 – филиал

ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»



Е.П. Соби́на

"28" февраля 2023 г.

«ГСИ. Анализаторы углерода и серы CS-9000.

Методика поверки»

МП 107-241-2022

Екатеринбург

2023

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 и.о. зав. лаборатории 241 Гольнец О.С.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в феврале 2023 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы углерода и серы CS-9000 (далее – анализаторы) производства «Xiangyi Instrument (Xiangtan) Limited», Китай, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка анализаторов должна осуществляться в соответствии с требованиями настоящей методики поверки.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализатора к

Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019 по Приказу Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах» и по Приказу Росстандарта от 17.05.2021 г. № 761 «О внесении изменений в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148»;

Государственному первичному эталону единицы массы (килограмму) ГЭТ 3-2020 по Приказу Росстандарта от 4 июля 2022 года № 1622 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений массы»;

посредством применения стандартных образцов утвержденных типов, аттестованные значения которых установлены в межлабораторном эксперименте с использованием поверенных весов. Передача единицы осуществляется методом прямых измерений массовой доли углерода и серы в стандартных образцах.

1.3 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 модификации				
	CS-9001B	CS-9001K	9002S	9002C	9002T
Диапазон измерений массовой доли углерода, %	от 0,00001 до 99,9		от 0,0001 до 99,9	от 0,00001 до 99,9	от 0,0001 до 99,9
Диапазон измерений массовой доли серы, %	от 0,00001 до 5,0	от 0,00001 до 99,9	от 0,00001 до 99,9	от 0,00001 до 5,0	от 0,00001 до 5,0
Пределы относительного среднеквадратического отклонения результатов измерений массовой доли углерода (серы) ¹⁾ , %, в поддиапазоне измерений: - от 0,00001 до 0,0001 % включ.	20	20	20	20	20
Пределы допускаемой относительной погрешности результатов измерений массовой доли углерода ¹⁾ , в поддиапазонах измерений, %: - от 0,0001 до 0,001 % включ. - св. 0,001 до 0,01 % включ. - св. 0,01 до 1,0 % включ. - св. 1,0 до 99,9 % включ.	±40 ±30 ±10 ±3				
Пределы допускаемой относительной погрешности результатов измерений массовой доли серы ¹⁾ , в поддиапазонах измерений, %: - от 0,0001 до 0,001 % включ. - св. 0,001 до 0,01 % включ. - св. 0,01 до 1,0 % включ. - св. 1,0 до 99,9 % включ.	±40 ±30 ±10 ±3				
¹⁾ Характеристики нормированы с использованием ГСО состава стали методом вариации навески.					

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минтруда России от 15.12.2020 №903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.02.2021 года № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»)»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17.05.2021 года № 761 «КОНТРОЛЬ. О внесении изменения в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148»

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

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 при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр средства измерений	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений: - относительного среднеквадратического отклонения результатов измерений массовой доли углерода и серы; - относительной погрешности измерений массовой доли углерода и серы; - диапазонов измерений массовой доли углерода и серы	да да да	да да да	11

Продолжение таблицы 2

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

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

3.3 Допускается проведение периодической поверки в сокращенном объеме (на меньшем числе величин и/или поддиапазонов измерений) на основании письменного заявления владельца анализатора.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от +15 до +35
- относительная влажность воздуха, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе с анализатором.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства 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	Диапазон измерений температуры и влажности не менее требуемого по п. 4 Допускаемая абсолютная погрешность измерений температуры ± 2 °С, относительной влажности $\pm 5,0$ %.	гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Весы неавтоматического действия, I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1, действительная цена деления 0,00001 г.	Весы лабораторные электронные LE225D, рег. № 28158-04

Продолжение таблицы 3

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Массовая доля углерода от 0,002 до 0,06 %, границы абсолютной погрешности от $\pm 0,00027$ до $\pm 0,0024$ %; массовая доля серы от 0,002 до 0,04 %, границы абсолютной погрешности от $\pm 0,0004$ до $\pm 0,0012$ %.	Стандартный образец стали углеродистой типа 05кп (С1) ГСО 666-81П
	Массовая доля серы от 0,5 до 1,5 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,018$ %).	Стандартный образец состава кокса каменноугольного (Р18) ГСО 723-87П
	Массовая доля углерода от 0,005 до 0,035 %, границы абсолютной погрешности от $\pm 0,0004$ до $\pm 0,0012$ %; массовая доля серы от 0,002 до 0,03 %, границы абсолютной погрешности от $\pm 0,0004$ до $\pm 0,0012$ %.	Стандартный образец стали углеродистой типа Ст0 (С2) ГСО 888-93П
	Массовая доля углерода от 0,1 до 0,25 %, границы абсолютной погрешности от $\pm 0,0024$ до $\pm 0,005$ %; массовая доля серы от 0,15 до 0,3 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,003$ до $\pm 0,005$ %.	Стандартный образец стали углеродистой типа АС14 (У2) ГСО 1424-89П
	Массовая доля углерода от 0,8 до 1,2 %, границы абсолютной погрешности от $\pm 0,007$ до $\pm 0,012$ %; массовая доля серы от 0,005 до 0,025 %, границы абсолютной погрешности от $\pm 0,0004$ до $\pm 0,0012$ %.	Стандартный образец стали легированной типа Р6М5 (С24) ГСО 1639-93П
	Массовая доля углерода от 0,01 до 0,2 %, границы абсолютной погрешности от $\pm 0,0005$ до $\pm 0,004$ %.	Стандартный образец состава стали легированной типа 3411 (С9) ГСО 1692-87П
	Массовая доля углерода от 3 до 4 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,024$ %.	Стандартный образец чугуна типа ПЛ2 (Ч10) (У14) ГСО 4460-91П
	Массовая доля серы 26,7 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,1$ %.	Стандартный образец руды сульфидной медной типа МВ (ИСО Р35) ГСО 9976-2011
	Массовая доля серы от 0,00033 до 0,31 %, границы абсолютной погрешности от $\pm 0,00005$ до $\pm 0,02$ %.	Стандартный образец состава меди (комплект VSMS2) ГСО 10441-2014
Массовая доля серы св. 2,9 до 4,0 % вкл., границы относительной погрешности $\pm 0,07$ %.	Стандартный образец состава угля (набор УГ-67 СО ЛЕКО) ГСО 10824-2016 из набора ГСО 10821-2016 / ГСО 10824-2016	

Продолжение таблицы 3

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Массовая доля углерода от 70,0 до 90,0 %, границы абсолютной погрешности $\pm 1,0$ %.	Стандартный образец состава угля и кокса (набор УГ-68 СО ЛЕКО) ГСО 10876-2017 из набора ГСО 10876-2017 / ГСО 10878-2017
	Массовая доля серы 0,52 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,01$ %.	Стандартный образец состава и свойств угля каменного марки Г (СО-50) ГСО 11908-2022
	Массовая доля серы от 26,5 до 26,8 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,3$ %. Массовая доля углерода от 29,8 до 30,1 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,3$ %.	Стандартный образец состава цистина ГСО 11337-2019

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается использовать при поверке другие стандартные образцы, а также утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

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

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Анализатор подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ).

9.2 Подготовить весы неавтоматического действия, предусмотренные в качестве средства поверки в соответствии с РЭ на весы.

9.3 Подготовить стандартные образцы утвержденного типа (далее – ГСО), предусмотренные в качестве средств поверки в соответствии с Паспортами на ГСО.

9.4 Подготовить рабочие пробы с аттестованным значением массовой доли углерода и серы в диапазоне от 0,00001 до 0,0001 % для определения относительного среднеквадратического отклонения результатов измерений массовой доли углерода и серы.

9.5 Опробование

Проводят контроль условий поверки с помощью гигрометра в соответствии с таблицей 3.

Включить анализатор и запустить программное обеспечение, дождаться процедуры самотестирования и провести пробную процедуру измерения ГСО. Убедиться, что анализатор функционирует и результаты измерения выводятся на экран персонального компьютера с использованием программного обеспечения анализатора.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Идентификационные данные ПО выводятся на экран персонального компьютера при обращении к одноименному подпункту меню ПО. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение для модификаций	
	CS-9001B, CS-9001K	9002S, 9002C, 9002T
Идентификационное наименование ПО	CS-9001	CS-9002
Номер версии ПО	не ниже 0.1.6.0.4D	не ниже 0.1.6.0.4D
Цифровой идентификатор ПО	–	–

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение относительного среднеквадратического отклонения результатов измерений массовой доли углерода и серы

Определение относительного среднеквадратического отклонения результатов измерений массовой доли углерода и серы провести с использованием рабочих проб.

Провести не менее пяти измерений массовой доли компонента в не менее, чем двух точках проверяемого поддиапазона измерений, в котором нормировано относительное среднеквадратическое отклонение.

11.2 Определение относительной погрешности измерений массовой доли углерода и серы

Определение относительной погрешности измерений массовой доли углерода и серы провести с использованием ГСО, указанных в таблице 3, и навесок ГСО, приготовленных по приложению А.

Провести не менее пяти измерений массовой доли компонента на каждом ИК детекторе в не менее, чем двух точках каждого проверяемого поддиапазона измерений, в котором нормирована относительная погрешность.

11.3 Определение диапазонов измерений массовой доли углерода и серы

Определение диапазонов измерений массовой доли углерода и серы провести одновременно с определением относительного среднеквадратического отклонения по п.11.1 и относительной погрешности по п.11.2 (провести измерения массовой доли углерода и серы в начале и в конце каждого поддиапазона измерений).

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Для каждого результата измерений, полученного по 11.1, рассчитать среднее арифметическое значение (\bar{X}_j) и относительное среднеквадратическое отклонение (S_o) измерений массовой доли компонента по формулам:

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

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

где X_{ij} – результат i -го измерения массовой доли компонента в j -ой рабочей пробе, %;

A_j – аттестованное значение массовой доли компонента в j -ой рабочей пробе, %;

n – количество измерений.

Полученные значения относительного среднеквадратического отклонения массовой доли углерода и серы должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.2 Для каждого результата измерений, полученного по 11.2, рассчитать среднее арифметическое значение (\bar{X}_j) по формуле 1, среднеквадратическое отклонение (S_j) и относительную погрешность (δ_j) измерений массовой доли компонента по формулам:

$$S_j = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_{ij} - \bar{X}_j)^2}{n-1}}, \quad (3)$$

$$\delta_j = \frac{100}{A_j} \cdot \frac{\frac{tS_j}{\sqrt{n}} + |\bar{X}_j - A_j| + |\Delta A_j|}{\left[\frac{S_j}{\sqrt{n}} + \frac{|\bar{X}_j - A_j| + |\Delta A_j|}{\sqrt{3}} \right]} \cdot \sqrt{\frac{\left(|\bar{X}_j - A_j| + |\Delta A_j| \right)^2}{3} + \frac{S_j^2}{n}}, \quad (4)$$

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

A_j и ΔA_j – аттестованное значение массовой доли компонента в j -ом ГСО и его 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 1.

12.3 Полученные значения диапазонов измерений массовой доли углерода и серы должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки средство измерений признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки и пломбирование анализатора не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодными к дальнейшей эксплуатации.

13.5 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 и о составе поверенного средства измерений.

13.6 По заявлению владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга от 31.07.2020 г № 2510, при отрицательных – извещение о непригодности к применению анализатора.

И.о.зав. лаб. 241 УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



О.С. Гольнец

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления навесок ГСО

А.1 Приготовление навесок ГСО с известными значениями массовой доли 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 в ГСО, %;

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

m_2 – масса навески, установленная 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	Масса навески ГСО m_1 , г	Масса навески ГСО m_2 , г	Моделируемое значение массовой доли элемента, %
ГСО 666-81П	Углерод	0,0023	0,40	1	0,00092
ГСО 666-81П	Углерод	0,0023	0,30	1	0,00069

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