

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

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУП «УНИИМ»
 **Е.В. Медведевских**
_____ 06 _____ 2018 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы углерода и серы LECO 744

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 27-241-2018

Екатеринбург

2018

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** Зеньков Е.О.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** директором ФГУП «УНИИМ» в июне 2018 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
3	ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	5
6	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКИ К НЕЙ	6
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	6
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	6
	8.1. ВНЕШНИЙ СЧЕТЧИК	6
	8.2. ОПОРОЖНЕНИЕ	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 LECO 744 Методика поверки с изменением № 1	МП 27-241-2018
--	----------------

Дата введения в действие: июнь 2018 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы углерода и серы LECO 744 (далее - анализаторы) производства фирмы «LECO Corporation» (США) 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»

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

3 Операции и средства 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 666-81П (массовая доля углерода 0,0036 %, абс. погрешность $\pm 0,0005$ %; массовая доля серы 0,0042 %, абс. погрешность $\pm 0,0002$ %);
- ГСО 3245-91П (массовая доля углерода 3,17 %, абс. погрешность $\pm 0,01$ %; массовая доля серы 0,106 %, абс. погрешность $\pm 0,001$ %);
- ГСО 10821-2016 - 10824-2016 (набор УГ-67) (массовая доля серы от 2,9 до 4,0 %, отн. погрешность $\pm 0,07$ %);
- весы неавтоматического действия 1 (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1.

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающие 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, (при $t = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$), % не более 80

6.2 Анализаторы устанавливаются вдали от источников магнитных и электрических полей.

7 Подготовка к поверке

7.1 При подготовке к проведению поверки выполнить следующие операции:

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

7.2 Приготовить стандартные образцы утвержденных типов (далее - ГСО), предусмотренные в качестве средств поверки в соответствии с инструкциями по применению на ГСО.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

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

8.2 Опробование.

8.2.1 Включить анализатор и проверить, что анализатор проходит режим самодиагностики.

8.2.2 Провести градуировку поверяемого анализатора в соответствии с РЭ.

8.2.3 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Номер версии ПО идентифицируется при включении анализаторов путем вывода на экран номера версии. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	LECO Corporation IccoCS.Icco
Номер версии ПО	1.XX
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 проводится с использованием ГСО, указанных в разделе 4 настоящей методики, и навесок ГСО, приготовленных по приложению А.

Произвести не менее пяти измерений массовой доли компонента в соответствии с Р9 каждого ГСО (навески ГСО). Для каждого компонента рассчитать среднее арифметическое значение ($\bar{X}_j$), СКО (S_j) и относительную погрешность (δ_j) измерений массовой доли компонентов по формулам:

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

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

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

где X_{ji} – результат i -го измерения массовой доли j -го компонента в ГСО (навески ГСО), %;

A_j и ΔA_j – аттестованные значения массовой доли j -го компонента в ГСО (навески ГСО) и их погрешность соответственно, %;

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

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 определением погрешности по 8.3.1 (провести измерения массовой доли углерода и серы в начале, середине и в конце диапазона измерений). Диапазоны измерений массовой доли углерода и серы должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики

Наименование характеристик	Значения характеристик для модели		
	CS744	C744	S744
Диапазон измерений массовой доли, %: -углерода -серы	от $1 \cdot 10^{-4}$ до 6 от $1 \cdot 10^{-4}$ до 1,75	от $1 \cdot 10^{-4}$ до 6 -	- от $1 \cdot 10^{-4}$ до 1,75
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли, %: - углерода в диапазонах: от $1 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-3}$ включ. св. $1 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-3}$ включ. св. $5 \cdot 10^{-3}$ до $2 \cdot 10^{-2}$ % включ. св. $2 \cdot 10^{-2}$ до 6 % включ. - серы в диапазонах: от $1 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-3}$ % вкл.; св. $2 \cdot 10^{-3}$ до $7 \cdot 10^{-3}$ % включ. св. $7 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2}$ % включ. св. $5 \cdot 10^{-2}$ до 1,75 % включ.	± 50 ± 30 ± 8 ± 2 ± 50 ± 20 ± 10 ± 3	± 50 ± 30 ± 8 ± 2 - - -	- - - - ± 50 ± 20 ± 10 ± 3

8.3.3 Если анализатор используется не во всех поддиапазонах измерений, допускается периодическую поверку проводить в одном или нескольких поддиапазонах измерений с указанием этих поддиапазонов измерений в свидетельстве о поверке. В этом случае поверку относительной погрешности измерений массовой доли углерода и/или серы провести в трех точках используемого поддиапазона измерений (провести измерения в начале, середине и в конце используемого поддиапазона измерений).

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформить протокол проведения поверки по форме Приложения Б.

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, 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»



Зенков 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	Масса навески ГСО m_1 , г	Масса навески ГСО m_2 , г	Моделируемое значение массовой доли элемента, %
ГСО 3245-91П	Углерод	3,17	0,1	5	0,0634
ГСО 3245-91П	Углерод	3,17	0,01	5	0,00634
ГСО 666-81П	Углерод	0,0036	0,5	2	0,0009
ГСО 666-81П	сера	0,0042	1,0	0,5	0,0084
ГСО 666-81П	сера	0,0042	0,2	2	0,00042
ГСО 3245-91П	Сера	0,106	0,1	5	0,00212
ГСО 10821-2016 - 10824-2016	Сера	2,9	0,6	1,0	1,74

*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, %.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(рекомендуемое)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализатор углерода и серы LECO модель _____, зав. № _____

Документ на поверку: МП 27-241-2018 «ГСИ. Анализаторы углерода и серы LECO 744. Методика поверки».

Перечень эталонных средств, используемых при поверке:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °C _____
- относительная влажность воздуха, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица Б.1 - Результаты проверки относительной погрешности измерений массовой доли углерода и серы

№ ГСО, наименование компонента	Аттестованное значение массовой доли компонента, %	Результаты измерений массовой доли компонента, %	Относительная погрешность измерений массовой доли компонента, %	Нормируемые значения относительной погрешности измерений массовой доли компонента, %
(углерод)				
(сера)				

Таблица Б.2 – Результаты проверки диапазонов измерений массовой доли углерода и серы

Элемент	Полученный диапазон измерений массовой доли элемента, %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
Углерод		
Сера		

Результат проведения поверки: _____

Поверитель _____
подпись (Ф.И.О.)

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г., № _____

Организация, проводившая поверку _____