

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

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских
" 03 " 09 _____ 2018 г.



ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
Анализаторы углерода и азота 828/928 LECO
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 69-241-2018

Екатеринбург

2018

ПРЕДИСЛОВИЕ

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

СОДЕРЖАНИЕ

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

Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы углерода и азота 828/928 LECO. Методика поверки	МП 69-241-2018
--	-----------------------

Дата введения в действие: сентябрь 2018 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы углерода и азота 828/928 LECO (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 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 абсолютной погрешности измерений массы углерода и азота	8.3.1	да	да
3.2 Проверка диапазонов измерений массы углерода и азота	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 неавтоматического действия I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011;

- стандартный образец состава цинк-цинк ГСО 9112-2008 (массовая доля азота от 11,5 до 11,8 %, отн. погрешность $\pm 0,12$ %);

- стандартный образец состава ЭДТА ГСО 9113-2008 (массовая доля углерода 40,8 %, абс. погрешность $\pm 0,1$ %; массовая доля азота 9,5 %, абс. погрешность $\pm 0,06$ %).

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

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 (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Comerstone
Номер версии ПО	не ниже 2.5.0 Beta 14.23
Цифровой идентификатор ПО	-

8.3 Проверка метрологических характеристик.

8.3.1 Проверка абсолютной погрешности измерений массы углерода и азота

Проверку абсолютной погрешности измерений массы углерода и азота провести с использованием ГСО, указанных в разделе 4 настоящей методики, и проб на основе ГСО, приготовленных по приложению А.

Провести не менее пяти измерений массы углерода или азота в соответствии с РЭ каждого ГСО (пробы ГСО). Для каждого компонента рассчитать среднее арифметическое значение (\bar{X}_j), СКО (S_j) и абсолютную погрешность (Δ_j) измерений массы углерода или азота по формулам:

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

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

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

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

A_j и ΔA_j - аттестованные значения массовой доли j -го компонента в ГСО (пробы 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 абсолютной погрешности измерений массовой доли углерода и азота должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.2 Проверка диапазонов измерений массы углерода и азота

Проверку диапазонов измерений массы углерода и азота провести одновременно с определением абсолютной погрешности по 8.3.1 (провести измерения в начале, середине и в конце диапазона измерений).

Полученные значения диапазонов измерений массы углерода и азота должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристик	Значения характеристик для модели				
	FP928	CN928	CN828	FP828P	FP828
Диапазон измерений массы азота, мг	от 0,02 до 300				от 0,04 до 300
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массы азота, мг	$\pm (0,016+0,012 \cdot m_n)^*$				
Диапазон измерений массы углерода, мг	-	от 0,02 до 200	от 0,02 до 175	-	-
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массы углерода, мг	-	$\pm (0,016+0,012 \cdot m_n)^*$		-	-
* Примечание - m_n – масса азота (углерода) в пробе, мг					

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 наносится на лицевую панель анализатора в соответствии с рисунками 1 и 2, приведенными 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

(обязательное)

Процедура приготовления проб ГСО

А.1 Приготовление проб ГСО с известными значениями массовой доли углерода и азота 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 Приготовить пробы на основе ГСО путем взвешивания навески исходного ГСО согласно таблице А.1.

Массу азота или углерода в пробе (m_X), мг, рассчитать по формуле

$$m_X = \frac{m_H \cdot W_X}{100}, \quad (\text{A.1})$$

где m_H - масса навески ГСО, мг;

W_X - массовая доли азота или углерода в ГСО, %.

Абсолютную погрешность масса азота или углерода в ГСО рассчитать по формуле

$$\Delta_X = \sqrt{\left(\frac{W_X}{100}\right)^2 \cdot \Delta m^2 + \left(\frac{m_H}{100}\right)^2 \cdot \Delta_{ГСО}^2}, \quad (\text{A.2})$$

где Δm - абсолютная погрешность весов, мг;

$\Delta_{ГСО}$ - абсолютная погрешность массовой доли углерода или азота в ГСО, %.

А.3 Расчетные значения массы азота в пробах на основе ГСО 9112-2018 и ГСО 9113-2008, их абсолютные погрешности приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 - Расчетные значения массы азота в пробах

№ ГСО	Аттестованное значение массовой доли азота в ГСО, %	Масса навески ГСО, мг	Расчетное значение массы азота в пробе ГСО, мг	Абсолютная погрешность расчетного значения массы азота в пробе, мг
ГСО 9113-2008	9,5	0,5	0,0475	0,005
		10	0,95	0,008
ГСО 9112-2008	11,5	1000	115	1,20
		2500	287,5	3,00

А.4 Расчетные значения массы углерода в пробах на основе ГСО 9113-2008 и их абсолютные погрешности приведены в таблице А.2.

Таблица А2 - Расчетные значения массы углерода в пробах

Аттестованное значение массовой доли углерода в ГСО, %	Масса навески ГСО, мг	Расчетное значение массы углерода в пробе ГСО, мг	Абсолютная погреш- ность расчетного значе- ния массы углерода в пробе, мг
40,8	0,2	0,0816	0,004
	100	40,8	0,041
	420	171,36	0,171

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(рекомендуемое)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализатор модель _____, зав. № _____

Документ на поверку: МП 69-241-2018 «ГСИ. Анализаторы углерода и азота 828/928 LECO. Методика поверки».

Перечень эталонных средств, используемых при поверке:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °С _____

- относительная влажность воздуха, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица Б.1 - Результаты проверки абсолютной погрешности измерений массовой доли углерода и азота

№ ГСО	Значение массы компонента в пробе ГСО, мг	Результаты измерений массы компонента, мг	Абсолютная погрешность измерений массы компонента, мг	Нормируемые значения абсолютной погрешности измерений массы компонента, мг

Таблица Б.2 – Результаты проверки диапазонов измерений массы углерода и азота

Компонент	Полученный диапазон измерений массы, мг	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
Углерод		
Азот		

Результат проведения поверки: _____

Поверитель _____
подпись (Ф.И.О.)

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «___» _____ 20__ г., № _____

Организация, проводившая поверку _____