

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

УТВЕРЖДАЮ



Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских

02 2017 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы газов в твердых материалах ELEMENTRAC

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 05-251-2017

Екатеринбург

2017

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** зав. лаб. 251, к.х.н., Собина Е.П.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** директором ФГУП «УНИИМ» в 2017 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	4
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....	5
6	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ	5
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....	5
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	5
	8.1 Внешний осмотр	5
	8.2 Опробование	6
	8.3 Проверка метрологических характеристик	6
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....	7
	ПРИЛОЖЕНИЕ А (РЕКОМЕНДУЕМОЕ) ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ НАВЕСОК СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ	8
	ПРИЛОЖЕНИЕ Б (РЕКОМЕНДУЕМОЕ) ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ	9

Дата введения в действие: 2017 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы газов в твердых материалах ELEMENTRAC, выпускаемые фирмой «Eltra GmbH», Германия, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка анализатора должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

Интервал между поверками – 1 год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

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

Приказ Минтруда России от 24.07.2013 N 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке».

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
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3	да	да
3.1 Проверка относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли элементов	8.3.1	да	да
3.2 Проверка относительной нестабильности результатов измерений массовой доли элементов за 6 часов непрерывной работы	8.3.2	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций проводится настройка и градуировка анализаторов в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

3.3 Допускается проводить поверку в ограниченном диапазоне измерений и для ограниченного числа измеряемых элементов, для которых предполагается использовать анализатор. Данную информацию приводят на обороте свидетельства о поверке.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

4.1.1 Стандартные образцы утвержденного типа:

- ГСО 9725-2010 (аттестованное значение массовой доли азота 0,0043 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,0001$ %, аттестованное значение массовой доли кислорода 0,0200 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,0004$ %);

- ГСО 8725-2010 (аттестованное значение массовой доли азота 0,00384 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,00016$ %, аттестованное значение массовой доли кислорода 0,00167 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,00016$ %, аттестованное значение массовой доли водорода 0,00015 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,00003$ %);

- ГСО 9724-2010 (аттестованное значение массовой доли азота 0,0072 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,0002$ %, аттестованное значение массовой доли кислорода 0,0121 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,0002$ %);

- ГСО 10152-2012 (аттестованное значение массовой доли азота 0,055 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,001$ %);

- ГСО 8447-2003 (интервал аттестованных значений массовой доли кислорода от 0,0004 % до 0,0007 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,00004$ %).

4.1.2 Весы лабораторные I (специального) класса точности (НПВ= 100 г, $\Delta = \pm 0,001$ г) по ГОСТ OIML R 76-1-2011;

4.1.3 Термогигрометр CENTER, (10 - 100) %; $\Delta = \pm 3$ %; (минус 20 - 60) °C; $\Delta = \pm 0,7$ °C);

4.2 Допускается применение других стандартных образцов и средств измерений с метрологическими характеристиками не хуже приведенных в 4.1.

5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 N 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C от 18 до 25
- относительная влажность воздуха, не более, % 80

6.2 Анализатор устанавливается вдали от источников магнитных и электрических полей. Анализатор должен находиться на ровной и устойчивой поверхности, без возможности тряски; а также соблюдая другие рекомендации РЭ.

7 Подготовка к поверке

7.1 Анализатор подготовить к работе в соответствии с РЭ.

7.2 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготовить в соответствии с их инструкцией по применению.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре установить:

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

8.2 Опробование

8.2.1 Проверить работоспособность органов управления и регулировки анализатора при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора.

Идентификационное наименование ПО, номер версии ПО идентифицируется при включении анализатора, запуска ПО и дальнейшего вывода из ПО на экран монитора номера версии ПО и его идентификационного наименования. Наименование ПО анализатора должно соответствовать приведенным в таблице 2 идентификационным данным.

Таблица 2 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Elements
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	Выше 0.X
Цифровой идентификатор ПО	-

8.3 Проверка метрологических характеристик

8.3.1 Проверка относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли элементов

8.3.1.1 Проверку относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли элементов провести с использованием стандартных образцов утвержденных типов, приведенных в 4.1, а также навесок ГСО, путем моделирования их массы по Приложению А.

8.3.1.2 Для каждого ГСО провести не менее пяти измерений массовой доли элементов на анализаторе. Рассчитать относительное СКО результата измерений массовой доли элементов, $S_i, \%$ для каждого результата измерений массовой доли элемента по формуле

$$S_i = \frac{100}{A_i} \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (C_{ij} - \bar{C}_i)^2}{n-1}}, \quad (1)$$

где C_{ij} - j -й результат массовой доли i -го элемента в ГСО, %;

A_i - аттестованное значение массовой доли i -го элемента в ГСО, %;

$\bar{C}_i = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n C_{ij}$ - среднееарифметическое результатов измерений массовой доли i -го элемента в ГСО, %;

n - число результатов измерений.

Значения относительных СКО результата измерений массовой доли элементов, полученные по формуле (1), для всех результатов измерений должны находиться в пределах допустимых значений относительных СКО, приведенных в таблице 3.

8.3.2 Проверка относительной нестабильности результатов измерений массовой доли элементов за 6 часов непрерывной работы

Провести 5 измерений одного из элементов ГСО, массовая доля которого более 0,005 %, через каждый час в течение 6 часов непрерывной работы анализатора (допускается проведение измерений в начальный момент времени и через 6 часов непрерывной работы). Относительную нестабильность результатов измерений массовой доли элементов за 6 часов непрерывной работы, $V, \%$, рассчитать по формуле

$$V = \left| \frac{C_{\max} - C_{\min}}{\bar{C}} \right| \cdot 100\%, \quad (2)$$

где C_{\max} - наибольший результат измерения массовой доли элемента в ГСО в течение 6 часов непрерывной работы анализатора, %;

C_{\min} - наименьший результат измерения массовой доли элемента в ГСО в течение 6 часов непрерывной работы анализатора, %;

$\bar{C} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n C_i$ - среднеарифметическое результатов измерений массовой доли элемента в ГСО, %;

где C_i - i -й результат измерения массовой доли элемента в ГСО, %;

n - число результатов измерений.

Полученные значения относительной нестабильности результатов измерений массовой доли элементов за 6 часов непрерывной работы, рассчитанное по формуле (2), не должно превышать предела, приведенного в таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики

Наименование характеристик	Значения характеристик для модели		
	ELEMENTRAC OH-p	ELEMENTRAC ON-p	ELEMENTRAC ONH-p
Диапазоны измерений массовой доли элементов, %: - кислорода - азота - водорода	от 0,0001 до 3 - от 0,00001 до 0,1	от 0,0001 до 3 от 0,0001 до 5 -	от 0,0001 до 3 от 0,0001 до 5 от 0,00001 до 0,1
Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли элементов, %, в диапазонах измерений: - от 0,00001 до 0,0005 % включ. - св. 0,0005 до 0,1 % включ. - св. 0,1 до 5 % включ.		20 7 3	
Относительная нестабильность результатов измерений массовой доли элементов за 6 часов непрерывной работы (при массовой доле элемента выше 0,005 %), %		5	

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения А.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке и на анализатор в соответствии с рисунком внешнего вида, приведенном в описании типа.

9.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство, гасят клеймо и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

Процедура приготовления навесок стандартных образцов

А.1 Приготовление навесок стандартных образцов с известными значениями массовой доли элементов провести путем отбора навесок в предварительно взвешенный тигель с помощью весов лабораторных электронных I (специального) класса точности в соответствии с таблицей А.1.

А.2 Рассчитать моделируемое аттестованное значение массовой доли компонента в подготовленной навеске моделируемого аттестованного значения по формуле

$$A' = A \frac{m_1}{m_2}, \quad (A.1)$$

где A - аттестованное значение массовой доли элемента в соответствии с паспортом, %;

A' - моделируемое аттестованное значение массовой доли компонента, %;

m_1 - масса отобранной навески ГСО с помощью весов лабораторных электронных I (специального) класса точности, г;

m_2 - масса навески, заданная в анализаторе, которая устанавливается вручную в ПО анализатора.

Таблица А.1 – Моделирование массовой доли элементов с помощью навесок стандартных образцов твердых веществ

№ ГСО, наименование элемента	Номинальная масса навески ГСО, задаваемая в ПО анализатора, m_1 , мг	Масса навески ГСО, фактически помещаемая в анализатор, m_2 , мг	Аттестованное значение массовой доли элемента, %	Моделируемое аттестованное значение массовой доли элемента, %
ГСО 9724-2010, кислород	100	$m_2 = 10 \cdot m_1$	0,0121	0,121
ГСО 8725-2005, кислород	1000	$m_2 = \frac{m_1}{10}$	0,00167	0,000167
ГСО 8725-2005, азот	1000	$m_2 = \frac{m_1}{10}$	0,00384	0,000384
ГСО 10152-2012, азот	100	$m_2 = 10 \cdot m_1$	0,055	0,550

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(рекомендуемое)
ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ
ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализаторов газов в твердых материалах ELEMENTRAC модель _____, зав № _____

Документ на поверку: МП 05-251-2017 «ГСИ. Анализаторы газов в твердых материалах ELEMENTRAC. Методика поверки».

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °C _____

- относительная влажность воздуха, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица Б.1 - Проверка относительного СКО результатов измерений

Элемент	Результаты измерений массовой доли элемента, %	Относительное СКО результатов измерений массовой доли элемента, %	Предел допускаемого значения относительного СКО результатов измерений массовой доли элемента, %
...			

Таблица Б.2 - Проверка относительной нестабильности результатов измерений за 6 часов непрерывной работы

Время/ Час	Результаты измерений массовой доли элемента, %	Относительная нестабильность результатов измерений за 6 часов непрерывной работы, %	Предел относительной нестабильности результатов измерений за 6 часов непрерывной работы, %

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г, № _____

Поверитель _____
Подпись
(Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____