

**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»**



[Handwritten signature]
Е.П. Соби́на

15 " 12 2022 г.

**«ГСИ. Анализаторы углерода и серы LECO 844.
Методика поверки»**

МП 97-241-2022

Екатеринбург

2022

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 Голынец О.С.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в декабре 2022 г.

Государственная система обеспечения единства измерений Анализаторы углерода и серы LECO 844. Методика поверки	МП 97-241-2022
--	----------------

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы углерода и серы LECO 844 (далее – анализаторы) производства «LECO Corporation», США, 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 ГЭТ 3-2020 «Государственному первичному эталону единицы массы (килограмму)» посредством применения стандартных образцов утвержденных типов, аттестованные значения которых установлены в межлабораторном эксперименте с использованием поверенных весов. Передача единицы осуществляется методом прямых измерений при измерении массовой доли углерода и серы.

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		
	CS844	C844	S844
Диапазоны измерений массовой доли*, % (массы, мг):			
- углерода	от $0,6 \cdot 10^{-4}$ до 6 (от 0,0006 до 60)	от $0,6 \cdot 10^{-4}$ до 6 (от 0,0006 до 60)	-
- серы	от $0,6 \cdot 10^{-4}$ до 6 (от 0,0006 до 60)	-	от $0,6 \cdot 10^{-4}$ до 6 (от 0,0006 до 60)
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли углерода, % в поддиапазонах измерений:			
- от $0,6 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-3}$ % включ.		±40	
- св. $1 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-3}$ % включ.		±25	
- св. $5 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2}$ % включ.		±15	
- св. $5 \cdot 10^{-2}$ до 6 % включ.		±4,5	

Продолжение таблицы 1

Наименование характеристики	Значение для модификации		
	CS844	C844	S844
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли серы, %, в поддиапазонах измерений:			
- от $0,6 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-3}$ % включ.		±40	
- св. $2 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-3}$ % включ.		±25	
- св. $5 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2}$ % включ.		±15	
- св. $5 \cdot 10^{-2}$ до 6 % включ.		±4,5	
Примечание к таблице: * диапазоны измерений массовой доли углерода и серы приведены для массы навески 1 г.			

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 №2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений»

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	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Проверка метрологических характеристик: - относительной погрешности измерений массовой доли углерода и серы; - диапазонов измерений массовой доли углерода и серы	да да	да да	11
Подтверждение соответствия 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 поверки в сокращенном объеме (на меньшем числе 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, % от 20 до 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	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п. 4	гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04

Продолжение таблицы 3

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 11 Проверка 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
	Массовая доля углерода 0,0023 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,0002$ %; массовая доля серы 0,0021 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,0002$ %.	Стандартный образец стали углеродистой типа 05кп (С1) ГСО 666-81П
	Массовая доля серы 0,018 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,001$ %.	Стандартный образец состава стали легированной типа 08X18H12Б (С37) ГСО 890-92П
	Массовая доля серы 0,085 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,001$ %.	Стандартный образец состава стали легированной типа Св 08X19H9Ф2С2 (С41) ГСО 966-91П
	Массовая доля углерода 0,040 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,001$ %; массовая доля серы 0,0034 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,0002$ %.	Стандартный образец состава стали легированной типа 3411 (С9) ГСО 1692-87П
	Массовая доля углерода 0,0023 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,0002$ %; массовая доля серы 0,0057 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,0003$ %.	Стандартный образец стали углеродистой типа 05кп (У14) ГСО 4463-92П
	Массовая доля углерода 3,81 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,02$ %; массовая доля серы 0,034 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,001$ %.	Стандартный образец чугуна легированного типа ЧН2Х (Ч14) ГСО 6138-91
	Массовая доля серы 0,0003 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,0001$ %; массовая доля серы 0,0020 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,0002$ %.	Стандартный образец состава меди (комплект МС) ГСО 8095-2002
	Массовая доля серы 0,053 %, границы абсолютной погрешности $\pm 0,001$ %.	Стандартный образец чугуна передельного типа ПФ2 (Ч20) ГСО 8915-2007
	Массовая доля серы 3,25%, границы абсолютной погрешности $\pm 0,07$ %.	Стандартный образец состава угля (набор УГ-67 СО ЛЕКО) ГСО 10824-2016 из набора ГСО 10821-2016 / ГСО 10824-2016

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 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
Идентификационное наименование ПО	Cornerstone
Номер версии ПО	не ниже 2.0.0
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Проверка метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли углерода и серы.

Проверку 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 в не менее, чем двух точках каждого проверяемого поддиапазона измерений.

11.2 Проверка диапазонов измерений массовой доли углерода и серы.

Проверку диапазонов измерений массовой доли углерода и серы провести одновременно с проверкой относительной погрешности по п.11.1 (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), СКО (S_j) и относительную погрешность (δ_j) измерений массовой доли компонента по формулам:

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

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

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

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.

12.2 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.

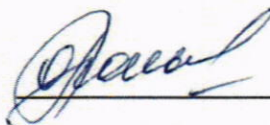
13.2 Положительные результаты с учетом объема проведенной поверки (при проведении поверки в сокращенном объеме на основании письменного заявления владельца) оформляют в соответствии с Приказом Минпромторга от 31.07.2020 № 2510.

13.3 Нанесение знака поверки и пломбирование анализатора не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, и оформляют результаты в соответствии с Приказом Минпромторга от 31.07.2020 № 2510.

13.5 Сведения о проведенной поверке передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга от 28.08.2020 г. № 2906.

И.о.зав. лаб. 241 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



О.С. Голынец

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	0,0036	0,25	1	0,0009
ГСО 4463-92П	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.