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

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»

_____ С.В. Медведевских

"26" июня 2017 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы углерода и серы EMIA

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 01-251-2017

г. Екатеринбург

2017 г.

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
2 ИСПОЛНИТЕЛЬ зав. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ», 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 К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЯ....5
6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ....5
7 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ....5
8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ....5
9 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ....5
9.1 Внешний осмотр....5
9.2 Опробование....6
9.3 Проверка метрологических характеристик....6
10 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ....7
ПРИЛОЖЕНИЕ А....8
ПРИЛОЖЕНИЕ Б....9
ПРИЛОЖЕНИЕ В....11

Дата введения в действие: __.__.2017 г.

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы углерода и серы EMIA (далее – анализаторы) производства фирмы «HORIBA, Ltd» (Япония) 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 от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке»

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

ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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	9.1	да	да
2 Опробование	9.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	9.3	да	да
3.1 Проверка среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли углерода и серы	9.3.1	да	да
3.2 Проверка диапазонов измерений массовой доли углерода и серы	9.3.2	да	нет

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.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- весы лабораторные I (специального) класса точности (НПВ= 100 г, Δ= ± 0,001 г) по ГОСТ OIML R 76-1–2011;

- стандартные образцы утвержденного типа, приведенные в таблице 2.

Таблица 2 - Стандартные образцы состава, используемые при поверке

№ ГСО	Компонент	Аттестованное значение массовой доли компонента, %	Границы абсолютной погрешности аттестованного значения при Р=0,95, %
ГСО 1130-92П	углерод	от 0,01 до 0,1	от ± 0,0005 до ± 0,0024
	сера	от 0,001 до 0,02	от ± 0,00024 до ± 0,0015
ГСО 250-91П	углерод	от 0,1 до 0,5	от ± 0,0024 до ± 0,005
	сера	от 0,1 до 0,3	от ± 0,0018 до ± 0,005
ГСО 6139-91	углерод	от 4 до 4,5	± 0,024
	сера	от 0,005 до 0,02	от ± 0,0004 до ± 0,0012
ГСО 10114-2012	углерод	0,0025	± 0,0002
	сера	0,0054	± 0,0002

4.2 Типы СИ, используемые при поверке, должны быть утверждены Росстандартом, зарегистрированы в Государственном реестре СИ, внесены в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. Свидетельства о поверке СИ должны быть действующими.

4.3 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и пределы измерений.

5 Требования к квалификации поверителя

К проведению работ по поверке анализаторов углерода и серы EMIA допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в порядке, установленном Росстандартом, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на анализаторы.

6 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования ГОСТ 12.2.007.0. Помещение должно быть обязательно оснащено приточно-вытяжной вентиляцией, чтобы не происходило скопление оксидов серы (IV), углерода (II) и углерода (IV).

7 Условия проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия, если иные не оговорены особо:

- температура окружающей среды, °С 22 ± 5
- относительная влажность (при t = 20 °С), %, не более 80

7.2 Анализатор устанавливается вдали от источников магнитных и электрических полей.

8 Подготовка к поверке

8.1 При подготовке к проведению поверки выполнить следующие операции:

- анализатор подготовить к работе в соответствии с РЭ.

8.2 Приготовить навески стандартных образцов утвержденных типов, предусмотренных в качестве средств поверки, в соответствии с инструкциями по применению на ГСО с учетом Приложения А.

Примечание *– в Приложении А приведен пример расчета моделируемых характеристик ГСО на конкретных партиях ГСО.*

9 Проведение поверки

9.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений анализатора, влияющих на метрологические характеристики;
- соответствие комплектности указанной в РЭ (кроме расходных материалов);

- четкость обозначений и маркировки.

9.2 Опробование.

9.2.1 Включить анализатор и проверить, что он проходит режим самодиагностики.

9.2.2 Провести градуировку поверяемого анализатора в соответствии с РЭ.

9.2.3 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. Номер версии ПО и идентификационное наименование ПО должны соответствовать данным, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение для анализатора	
	EMIA-Pro 20P, EMIA-Pro 21P, EMIA-Pro 22P	EMIA-Expert 20E, EMIA-Expert 21E, EMIA-Expert 22E
Идентификационное наименование ПО	EMIA-Pro	EMIA-Expert
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	не ниже 1.2.56.0	не ниже 1.2.63.1
Цифровой идентификатор ПО	-	-

9.3 Проверка метрологических характеристик.

Метрологические характеристики анализатора приведены в таблице Б.1 Приложения Б к настоящей методике поверки.

9.3.1 Проверка среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли углерода и серы

В зависимости от диапазона измерений массовой доли компонентов (см. Приложение Б к настоящей методике поверки) проводится проверка значения среднего квадратического отклонения (далее – СКО) или относительного среднего квадратического отклонения (далее - ОСКО) результата измерений массовой доли компонентов с использованием навесок ГСО, подготовленных в соответствии с Приложением А к настоящей методике поверки и РЭ на анализатор (в части добавки к пробе акселераторов).

Произвести не менее пяти измерений массовой доли компонента в соответствии с РЭ с использованием пяти навесок каждого ГСО, подготовленных по Приложению А. Для каждого компонента рассчитать среднее арифметическое значение ($\overline{X}_j$, %), значение СКО (S_j, %) и значение ОСКО (S_{oj}, %) по формулам:

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

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}\left(X_{ij} - \overline{X}_j\right)^2}{n-1}}, \quad (2)$$

$$S_{oj} = \frac{100}{\overline{X}_j} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(X_{ij} - \overline{X}_j)^2}{n-1}}, \quad (3)$$

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

n – число измерений.

Полученные значения СКО и ОСКО результатов измерений массовой доли компонентов должны удовлетворять требованиям таблицы Б.1 Приложения Б.

9.3.2 Проверка диапазона измерений массовой доли углерода и серы

Проверка диапазонов измерений массовой доли углерода и серы производится одновременно с определением значения СКО и ОСКО по 9.3.1. За диапазоны измерений анализатора принимают диапазоны измерений массовой доли углерода и серы, приведенные в

таблице Б.1 Приложения Б, если полученные значения СКО и ОСКО по 9.3.1 удовлетворяют требованиям Таблицы Б.1.

9.3.3 По требованию заказчика допускается проведение поверки анализаторов не по всем компонентам и (или) на меньшем числе поддиапазонов измерений. Соответствующая запись должна быть сделана в свидетельстве о поверке.

В случае проведения поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений проверку СКО и ОСКО результатов измерений массовой доли компонентов провести в трех точках используемого поддиапазона измерений: в начале, середине и конце поддиапазона. Навески ГСО подготовить по аналогии с процедурой, изложенной в Приложении А.

10 Оформление результатов поверки

10.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения В.

10.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815. Знак поверки наносится на переднюю панель анализатора.

10.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению, свидетельство о поверке аннулируют и выписывают извещение о непригодности к применению с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815.

Разработчик

Зав. лаб.251 ФГУП «УНИИМ», к.х.н. _____ **Е.П. Собина**

Приложение А

Процедура приготовления навесок стандартных образцов для проверки СКО и ОСКО результатов измерений массовой доли компонентов во всем диапазоне измерений анализаторов

А.1 Приготовление навесок стандартных образцов с известными значениями массовой доли компонентов (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 в соответствии с таблицей Б.1.

А.2 Рассчитать моделируемое значение массовой доли компонента в подготовленной навеске по формуле

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

где A – аттестованное значение массовой доли компонента ГСО в соответствии с паспортом, %; A' – моделируемое значение массовой доли компонента, %; m_1 – масса отобранной навески ГСО с помощью весов неавтоматического действия I (специального) класса точности, г; m_2 – масса навески, которая устанавливается вручную в ПО анализатора, г.

Таблица А.1 – Моделирование массовой доли углерода и серы с помощью навесок стандартных образцов твердых веществ

№ ГСО	Компонент	Аттестованное значение массовой доли компонента, %	Масса ГСО, m_1*, г	Масса ГСО, m_2*, г	Моделируемое значение массовой доли компонента, %
ГСО 1130-92П	углерод	0,040	0,3	0,3	0,040
	сера	0,0015	0,3	0,3	0,0015
ГСО 1130-92П	углерод	0,040	0,3	0,15	0,020
	сера	0,0015	0,3	0,15	0,00075
ГСО 250-91П	углерод	0,128	0,2	0,2	0,128
	сера	0,243	0,2	0,2	0,243
ГСО 250-91П	углерод	0,128	0,6	0,2	0,384
	сера	0,243	0,6	0,2	0,729
ГСО 6139-91	углерод	4,33	0,1	0,1	4,33
	сера	0,0101	0,1	0,1	0,0101
ГСО 10114-2012	углерод	0,0025	0,3	0,3	0,0025
	сера	0,0054	0,3	0,3	0,0054
ГСО 10114-2012	углерод	0,0025	0,3	0,9	0,00083
	сера	0,0054	0,3	0,9	0,0018

*Даны ориентировочные массы навесок ГСО: масса навески подбирается, исходя из уровня сигнала элемента в матрице конкретной партии ГСО.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Таблица Б.1 – Метрологические характеристики анализаторов углерода и серы EMIA*

Наименование характеристики	Значение характеристики для анализатора					
	EMIA - Pro 20P	EMIA - Pro 21P	EMIA - Pro 22P	EMIA - Expert 20E	EMIA - Expert 21E	EMIA - Expert 22E
1	*2*	*3*	*4*	*5*	*6*	*7*
Диапазон измерений массовой доли углерода, %	от 0,00024 до 6,0	от 0,00024 до 6,0	-	от 0,00009 до 10,0	от 0,00009 до 10,0	-
Диапазон измерений массовой доли серы, %	от 0,0003 до 1,0	-	от 0,0003 до 1,0	от 0,00009 до 1,0	-	от 0,00009 до 1,0
Предел допускаемого значения:						
- среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли углерода в диапазоне от 0,00024 до 0,02 % включ., %;	0,0002	0,0002	-	-	-	-
- относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли углерода в диапазоне св. 0,02 до 6,0 % включ., %	1,0	1,0	-	-	-	-
Предел допускаемого значения:						
- среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли углерода в диапазоне от 0,00009 до 0,002 % включ., %;	-	-	-	0,00003	0,00003	-
- среднего квадратического отклонений результата измерения массовой доли углерода в диапазоне св. 0,002 до 0,02 % включ., %;	-	-	-	0,00010	0,00010	-
- относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли углерода в диапазоне св. 0,02 до 10,0 % включ., %	-	-	-	0,5	0,5	-

Продолжение таблицы 2

1	*2*	*3*	*4*	*5*	*6*	*7*
Предел допускаемого значения: - среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли серы в диапазоне от 0,0003 до 0,02 % включ., %;	0,0002	-	0,0002	-	-	-
- относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли серы в диапазоне св. 0,02 до 1,0 % включ., %	1,5	-	1,5	-	-	-
Предел допускаемого значения: - среднего квадратического отклонения массовой доли серы в диапазоне от 0,00009 до 0,002 % включ., %;	-	-	-	0,00005	-	0,00005
- среднего квадратического отклонения массовой доли серы в диапазоне св. 0,002 до 0,02 % включ., %;	-	-	-	0,00015	-	0,00015
- относительного среднего квадратического отклонения массовой доли серы в диапазоне св. 0,02 до 1,0 % включ., %	-	-	-	0,75	-	0,75

* Метрологические характеристики обеспечиваются совместно с весами неавтоматического действия I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

ПРИЛОЖЕНИЕ В

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

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

Документ на поверку:

«ГСИ. Анализаторы углерода и серы EMIA. Методика поверки. МП 01-251-2017»

Перечень эталонных средств, используемых при поверке:

_____

Условия проведения поверки:

- температура окружающей среды, °С _____
- относительная влажность, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица В.1 – Результаты проверки значения среднего квадратического отклонения (СКО) и относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) результата измерений массовой доли углерода и серы

№ ГСО, наименование компонента	Моделируемое значение массовой доли компонента, %	Результаты измерений массовой доли компонента, %	Значение СКО результата измерений в диапазоне измерений массовой доли компонента, %	Значение ОСКО результата измерений в диапазоне измерений массовой доли компонента, %	Нормируемое значение СКО результата измерений в диапазоне измерений массовой доли компонента, %	Нормируемое значение ОСКО результата измерений в диапазоне измерений массовой доли компонента, %
1	*2*	*3*	*4*	*5*	*6*	*7*

Таблица В.2 - Проверка диапазонов измерений массовой углерода и серы

№	Характеристика	Соответствует (+/-)
1	Диапазон измерений массовой доли углерода	
2	Диапазон измерений массовой доли серы	

Результат проведения поверки: _____

Поверитель _____

(Ф.И.О.) подпись

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «___» _____ 20__ г., №_____

Организация, проводившая поверку_____