

**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»**



[Signature] _____ **Е.П. Собина**

_____ " *07* _____ **2022 г.**

«ГСИ. Анализаторы азота и углерода. Методика поверки»

МП 67-241-2021

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.лаб. 241 Медведевских М.Ю.

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

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы азота и углерода (далее - анализаторы) производства «VELP Scientifica SRL», Италия и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализатора к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019 согласно государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта № 148 от 19.02.2021 года. Передача единицы осуществляется методом прямых измерений при проведении измерений стандартных образцов утвержденного типа.

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	
	NDA 701, NDA 702	CN 802
Диапазон измерений массы азота, мг	от 0,2 до 200	от 0,2 до 200
Диапазон измерений массы углерода, мг	-	от 0,3 до 300
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массы азота, мг	$\pm(0,02+0,02 \cdot m_N)^*$	$\pm(0,02+0,02 \cdot m_N)^*$
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массы углерода, мг	-	$\pm(0,02+0,02 \cdot m_C)^{**}$
Примечания к таблице * m_N – масса азота в пробе, мг; ** m_C – масса углерода в пробе, мг		

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 г. №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 г. №903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах»

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 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
Определение метрологических характеристик			
Определение абсолютной погрешности измерений массы азота и углерода	да	да	11.1
Определение диапазонов измерений массы азота и углерода	да	да	11.2
Подтверждение соответствия метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С

от 18 до 25

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 не менее требуемых по п. 4	гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04
	Стандартный образец (СО) порошкообразного материала: массовая доля азота от 18,47 % до 18,66 %; границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 0,6$ % при $P=0,95$	стандартный образец состава глицина СГ СО УНИИМ ГСО 10272-2013
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	СО порошкообразного материала: массовая доля азота от 3,00 % до 7,00 %; границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,03$ % при $P=0,95$ с	стандартный образец состава молока сухого АСМ-1 ГСО 9563-2010
	СО порошкообразного материала: массовая доля азота от 18,47 % до 18,66 %; границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 0,6$ % при $P=0,95$	стандартный образец состава глицина СГ СО УНИИМ ГСО 10272-2013
	СО порошкообразного материала: массовая доля азота от 11,50 % до 11,80 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,05$ % при $P=0,95$; массовая доля углерода от 29,8 % до 30,1 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,3$ % при $P=0,95$	стандартный образец состава цистина ГСО 11337-2019
	I (специальный) класс точности по ГОСТ OIML R 76-1 дискретность отчета не более 0,1 мг	весы лабораторные электронные LE225D, рег. № 28158-04

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

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 руководстве по эксплуатации (далее - 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 РЭ.

9.2 Подготовить стандартные образцы утвержденных типов (далее – ГСО), предусмотренные в качестве средств поверки в соответствии с инструкциями по применению на ГСО.

9.3 Опробование

Провести контроль условий поверки с помощью гигрометра в соответствии с таблицей 3.

Включить анализатор и запустить пробную процедуру измерения ГСО, указанного в разделе 6. Убедиться, что анализатор функционирует, и результаты измерения выводятся на экран персонального компьютера с использованием программного обеспечения анализатора.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Идентификационные данные отображаются при включении анализатора. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение для модификации	
	NDA 701, NDA 702	CN 802
Идентификационное наименование ПО	DUMASoft	CNSoft
Номер версии (идентификационный номер) ПО	-	-
Цифровой идентификатор ПО	-	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение абсолютной погрешности измерения массы азота и углерода

Определение абсолютной погрешности измерений массы азота и углерода провести с использованием проб на основе ГСО, указанных в разделе 6 настоящей методики, приготовленных по Приложению А. Приготовить не менее четырех проб с расчетным значением массы азота и углерода, соответствующим началу, середине и концу диапазона измерений.

Для каждой пробы ГСО провести измерения массы азота и (или) углерода в соответствии с РЭ. Регистрировать значения массы азота и углерода, измеренные анализатором.

11.2 Определение диапазонов измерений массы азота и углерода

Определение диапазонов измерений массы азота и углерода провести одновременно с определением абсолютной погрешности по 11.1 (провести измерения в начале, середине и конце диапазона измерений).

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

По каждому результату, полученному по 11.1, рассчитать абсолютную погрешность измерений массы азота и углерода по формуле

$$\Delta_i = \sqrt{(X_i - m_i)^2 + \Delta m_i^2}, \quad (1)$$

где X_i – результат измерений массы азота и углерода в i -й пробе ГСО, мг;

m_i – расчетное значение массы азота и углерода в i -й пробе ГСО (Приложение А), мг;

Δm_i – абсолютная погрешность расчетного значения массы азота и углерода в i -й пробе ГСО (Приложение А), мг.

Полученные значения абсолютной погрешности, а также диапазона измерений массы азота и углерода должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформить протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 Положительные результаты с учетом объема проведенной поверки оформить в соответствии с Приказом Минпромторга от 31.07.2020 г № 2510.

13.3 Нанесение знака поверки на анализатор и пломбирование анализатора не предусмотрено.

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

13.5 Сведения о проведенной поверке передать 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»



М.Ю. Медведевских

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления проб ГСО

А.1 Приготовление проб ГСО с известными значениями массы азота и (или) углерода проводят путем отбора навесок в предварительно взвешенный тигель с помощью весов неавтоматического действия I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1.

А.2 Готовят пробы на основе ГСО путем взвешивания навески исходного ГСО согласно таблицам А.1-А.2.

Массу азота и углерода в i -й пробе ГСО (m_i), мг, рассчитывают по формуле

$$m_i = \frac{m_{Hi} \cdot W}{100}, \quad (\text{A.1})$$

где m_{Hi} - масса навески ГСО для приготовления i -й пробы ГСО, мг;

W - массовая доля азота и (или) углерода в ГСО (приведены в паспорте), %.

Абсолютную погрешность расчетного значения массы азота и углерода в i -й пробе ГСО (Δm_i), мг, рассчитывают по формуле

$$\Delta m_i = m_i \sqrt{\left(\frac{\Delta m_{Hi}}{m_{Hi}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta W}{W}\right)^2}, \quad (\text{A.2})$$

где Δm_{Hi} - абсолютная погрешность весов при приготовлении i -й пробы ГСО, мг;

ΔW - абсолютная погрешность массовой доли азота и углерода в ГСО (из паспорта на ГСО), %.

А.3 Примеры расчетов значений массы азота и углерода и их абсолютных погрешностей в пробах на основе ГСО 9563-2010, ГСО 10272-2013 и ГСО 11337-2019 приведены в таблицах А.1-А.2.

Таблица А.1 - Пример расчета значений массы азота в пробах ГСО

Номер 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 ГСО, мг
9563-2010	4,05	10	0,405	0,005
		100	4,05	0,03
10272-2013	18,50	250	46,3	0,3
		1000	185,0	1,1

Таблица А.2 - Пример расчета значений массы углерода в пробах ГСО

Номер ГСО	Аттестованное значение массовой доли углерода в ГСО, %	Масса навески ГСО, мг	Расчетное значение массы углерода в пробе ГСО, мг	Абсолютная погрешность расчетного значения массы углерода в пробе ГСО, мг
11337-2019	29,94	2	0,599	0,03
		30	8,98	0,08
		150	44,9	0,4
		1000	299,4	2,5