

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
– ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯ-
ТИЯ «ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТ-
РОЛОГИИ ИМ. Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»)**

СОГЛАСОВАНО

Директор УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»



Е.П. Собина

" 01 " 2023 г.

«ГСИ. Анализаторы углерода и серы G4 ICARUS.

Методика поверки»

МП 79-251-2022

Екатеринбург

2023

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** зам. зав. лаб. 251, Вострокнутова Е.В.
- 3 **СОГЛАСОВАНА** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в 2023 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения	4
2 Нормативные ссылки	4
3 Перечень операций поверки.....	5
4 Требования к условиям проведения поверки	5
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	5
6 Метрологические и технические требования к средствам поверки.....	5
7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	6
8 Внешний осмотр средства измерений.....	6
9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	7
10 Проверка программного обеспечения средства измерений.....	7
11 Определение метрологических характеристик средства измерений	8
12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям.....	8
13 Оформление результатов поверки.....	9

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы углерода и серы G4 ICARUS (далее – анализаторы), изготовленные фирмой «Bruker AXS GmbH», Германия, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость анализатора обеспечивается к:

- ГЭТ 3-2020 «Государственному первичному эталону единицы массы (килограмм)» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы», использованием стандартных образцов, аттестованных путем проведения межлабораторного эксперимента, согласно приказа Минпромторга России от 28.08.2020 № 2905, посредством применения поверенных средств измерений, прослеживаемых к соответствующим эталонам.

1.3 В настоящей методике реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 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 характеристик	Значение
Определяемые элементы	C, S
Предел допускаемого относительного СКО результатов измерений массовой доли элемента, %:	
- C ¹⁾	2,0
- S ²⁾	2,0
Предел обнаружения, %, не более:	
- C	$5 \cdot 10^{-5}$
- S	$5 \cdot 10^{-5}$
¹⁾ при значении массовой доли углерода не менее 0,1 %; ²⁾ при значении массовой доли серы не менее 0,018 %.	

2 Нормативные ссылки

2.1 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 Минпромторга России от 28.08.2020 №2905 «Об утверждении порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, порядка утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений, порядка выдачи сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, формы сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений и порядка их нанесения»;

- Приказ Росстандарта Российской Федерации от 04.07.2022 №1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»;
- Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

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 поверки при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений	да	да	11
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем необходимые операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, анализатор бракуется и выполняются операции по п. 13 настоящей методики поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

- 4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:
- температура окружающей среды, °С от +18 до +26
 - относительная влажность, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на анализатор.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка	Средство измерений температуры и	Термогигрометр электронный

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
к поверке и опробование	относительной влажности с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 4	«CENTER» 313, рег. № 22129-09
Раздел 11 Определение метрологических характеристик	Стандартный образец стали углеродистого типа 18ЮА (С5), интервал аттестованных значений массовой доли углерода от 0,1 до 0,3 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности при $P=0,95$ от $\pm 0,0024$ до $\pm 0,005$ %; интервал аттестованных значений массовой доли серы от 0,005 до 0,03 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности при $P=0,95$ от $\pm 0,0004$ до $\pm 0,0012$	ГСО 1556-92П
	Средство измерения массы I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011	Весы лабораторные электронные ВР221S, рег. № 17935-98

6.2 Стандартные образцы применяемые для поверки должны иметь действующий паспорт, средства измерений должны быть поверены.

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих требуемую точность передачи единицы массовых долей углерода и серы поверяемому анализатору.

6.4 При выборе средств поверки рекомендуется отдавать приоритет стандартным образцам с установленной прослеживаемостью к государственным первичным эталонам единиц величин и (или) первичным референтным методикам (методам) измерений.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре необходимо установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в руководстве по эксплуатации (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, поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или де-

фектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Подготавливают анализатор в соответствии с РЭ, при необходимости проводят градуировку.

9.2 При включении анализатора осуществляется автоматическое тестирование электроники и аппаратных средств анализатора.

9.3 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготавливают в соответствии с инструкцией по применению средства измерений, используемые при поверке, и согласно их эксплуатационной документации.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) анализатора. Идентификационное наименование и номер версии ПО проводят следующим образом: в панели инструментов операционной системы WINDOWS выбирают пункт «Программы и компоненты» («Programs and Features»). В открывшемся окне находят строку GA Client и убеждаются в корректности номера версии. На рисунке 1 приведено окно с названием и номером версии ПО.

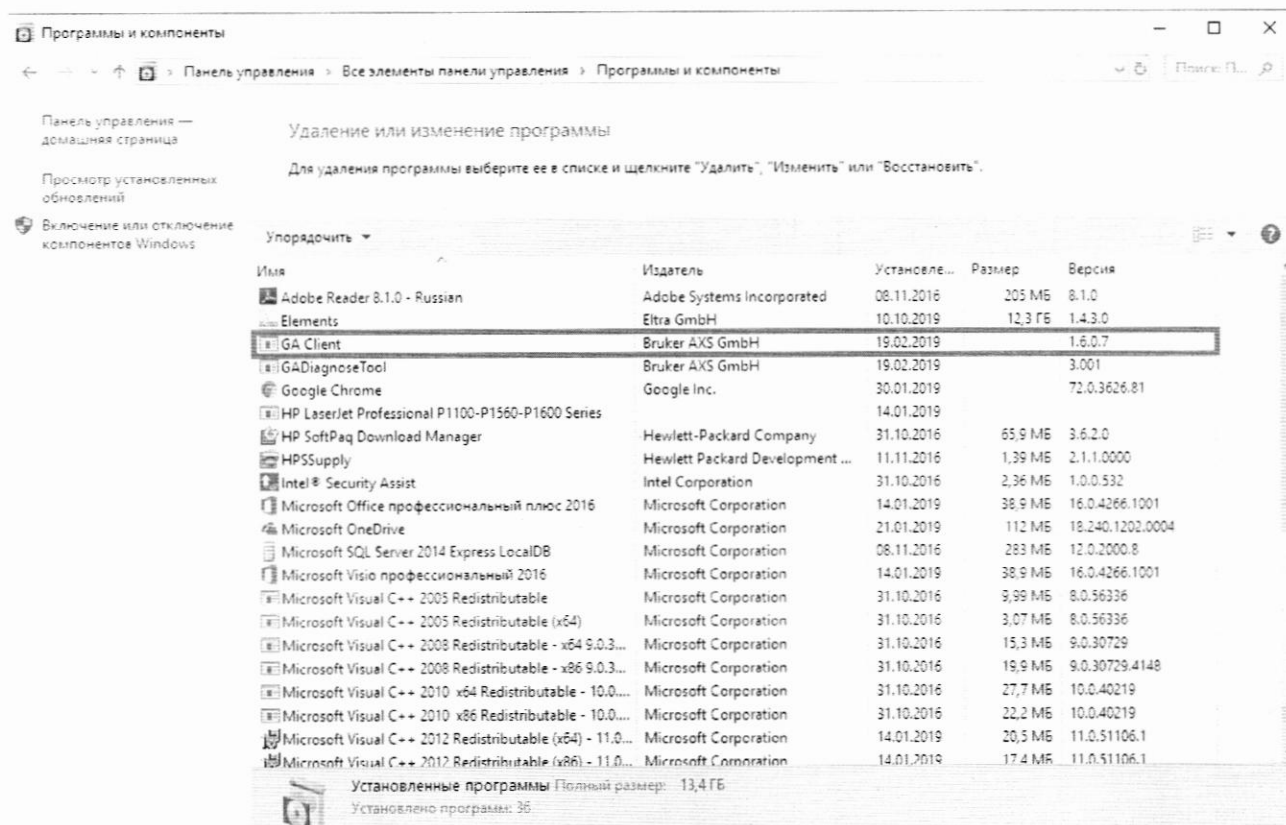


Рисунок 1 – Название и номер версии ПО

Идентификационное наименование и номер версии ПО должны соответствовать указанному в таблице 4.

Таблица 4 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	GA Client
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.6.0.7
Цифровой идентификатор	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка относительного среднего квадратичного отклонения (ОСКО) результатов измерений массовой доли элемента

11.1.1 Для проверки ОСКО результатов измерений массовой доли элемента используют стандартные образцы по п. 6, измерение массовой доли углерода и серы проводят с использованием ГСО 1556-92П.

11.1.2 Навески стандартного образца массой $(0,600 \pm 0,050)$ г помещают в керамические тигли. В стандартный образец ГСО 1556-92П добавляют необходимое количество ускоряющей добавки в соответствии с РЭ.

11.1.3 Проводят не менее 5 измерений массовой доли i -го элемента k -го стандартного образца. Результаты измерений массовой доли элементов и полученные значения выходных сигналов заносят в протокол.

11.2 Проверка предела обнаружения

11.2.1 Для проверки предела обнаружения i -ого элемента проводят не менее пяти измерений ($j=1 \dots n$, $n \geq 5$) выходного фонового сигнала i -ого элемента (в пустом тигле), результаты заносят в протокол.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Рассчитывают ОСКО результатов измерений массовой доли i -го элемента (S_{rik}) в k -ом стандартном образце по формуле

$$S_{rik} = \frac{S_{ik}}{\bar{\omega}_{ik}} \cdot 100, \quad (1)$$

где S_{ik} - среднее квадратическое отклонение результатов измерений массовой доли i -го элемента в k -ом стандартном образце, которое вычисляется по формуле

$$S_{ik} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (\omega_{jik} - \bar{\omega}_{ik})^2}{n - 1}}, \quad (2)$$

где ω_{jik} - j -ый результат измерений массовой доли i -го элемента в k -ом стандартном образце, %;

$\bar{\omega}_{ik}$ - среднее арифметическое значение результатов измерений массовой доли i -го элемента в k -ом стандартном образце, %, рассчитанное по формуле

$$\bar{\omega}_{ik} = \frac{\sum_{j=1}^n \omega_{jik}}{n}, \quad (3)$$

n - количество измерений массовой доли i -го элемента в k -ом стандартном образце.

12.2 Рассчитывают чувствительность анализатора к i -му элементу, используя значения выходных сигналов, полученные по п.11.1 настоящей методики поверки, по формуле

$$N_{jik} = \frac{Y_{jik} \cdot 100}{C_{ik} \cdot m_{jikГСО}}, \quad (4)$$

где Y_{jik} - j -ое значение выходного сигнала i -го элемента для k -го стандартного образца, усл.ед., полученное по п.11.1 настоящей методики поверки;

C_{ik} - аттестованное значение массовой доли i -го элемента для k -го стандартного образца, %;

$m_{jikГСО}$ - j -ая масса навески k -ого стандартного образца, взятого для определения чувствительности анализатора к i -му элементу, г.

По полученным по формуле (4) значениям рассчитывают среднее арифметическое значение чувствительности к i -му элементу по формуле

$$\bar{N}_{ik} = \frac{\sum_{j=1}^n N_{jik}}{n}, \quad (5)$$

где n - количество измерений выходного сигнала i -го элемента в k -ом стандартном образце.

12.3 Рассчитывают СКО полученных значений выходного фонового сигнала i -ого элемента по результатам измерений п. 11.2, $S_{\phi i}$, по формуле

$$S_{\phi i} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (Y_{\phi ji} - \bar{Y}_{\phi i})^2}{n-1}}, \quad (6)$$

где $Y_{\phi ji}$ - j -ый результат измерений выходного фонового сигнала i -го элемента, усл.ед.;

$\bar{Y}_{\phi i}$ - среднее арифметическое значение выходного фонового сигнала i -го элемента, усл.ед., рассчитанное по формуле

$$\bar{Y}_{\phi i} = \frac{\sum_{j=1}^n Y_{\phi ji}}{n}, \quad (7)$$

где n - количество измерений выходного фонового сигнала i -го элемента.

12.4 Предел обнаружения для i -ого элемента, C_{imin} , %, определяют по формуле

$$C_{imin} = \frac{3 \cdot S_{\phi i}}{\bar{N}_{ik} \cdot \bar{m}_{ikГСО}} \cdot 100, \quad (8)$$

где $\bar{m}_{ikГСО}$ - среднее арифметическое значение навески k -го стандартного образца, г, рассчитанное по формуле

$$\bar{m}_{ikГСО} = \frac{\sum_{j=1}^n m_{jikГСО}}{n}, \quad (9)$$

где $m_{jikГСО}$ - j -ая масса навески k -го стандартного образца, взятого для определения чувствительности анализатора к i -му элементу по п. 11.1, г.

Полученные значения ОСКО результатов измерений массовой доли и пределов обнаружения должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению.

13.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению.

13.4 Нанесение знака поверки на анализаторы не предусмотрено. Пломбирование анализаторов не предусмотрено.

13.5 По заявке заказчика при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке, при отрицательных – извещение о непригодности.

13.6 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком.

Разработчик:

**Зам. зав. лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»**



Е.В. Вострокнутова