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 – филиала

ФГУН ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

Е.П. Собина

_ 2023 г.

«ГСИ. Анализаторы углерода и серы CSR-910.

Методика поверки»

МП 35-221-2023

Екатеринбург

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. 221 Тюрнина А.Е.
- 3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2023 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ4
2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ5
3 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ6
4 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ7
5 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ7
6 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ7
7 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ9
8 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ9
9 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ9
10 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ10
11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ10
12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ
ПРИЛОЖЕНИЕ А

Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы углерода и серы CSR-910

MП 35-221-2023

Методика поверки

Дата введения в действие:

1 Общие положения

- 1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы углерода и серы CSR-910 (далее анализаторы), выпускаемые Wuxi Create Analytical Instrument Co., Ltd., Китай. Анализаторы подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке. Поверка анализаторов должна проводиться в соответствии с требованиями настоящей методики.
 - 1.2 При проведении поверки прослеживаемость анализатора обеспечивается к:
- ГЭТ 176 «ГПЭ единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» по Приказу Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах» и по Приказу Росстандарта от 17.05.2021 г. № 761 «О внесении изменений 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»;
- ГЭТ 3 «ГПЭ единицы массы (килограмма)» посредством применения стандартных образцов утверждённых типов, метрологические характеристики которых определены методом межлабораторного эксперимента с использованием аттестованных методик измерений, предусматривающих применение поверенных весов, прослеживаемых к ГЭТ 3 в соответствии с приказом Росстандарта РФ от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы».
- 1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов с диапазонами измерений (ДИ), указанными в таблице 1, используемых в качестве средств измерений в соответствии с государственными поверочными схемами, приведенными в разделе 2 настоящей методики поверки. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значение
Диапазоны измерений массовой доли элементов, % - углерода - серы	от 0,001 до 100 от 0,001 до 40
Чувствительность, усл.ед/мг, не менее - углерод - сера	10 20
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала, %	3

Наименование характеристики	Значение	
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений		
массовой доли углерода, %, в поддиапазонах:		
- от 0,001 % до 0,01 % включ.	±25	
- cв. 0,01 % до 1,0 % включ.	±10	
- cв. 1,0 % до 10,0 % включ.	±5	
- cв. 10 % до 100 % включ.	±5	
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений	<u> </u>	
массовой доли серы, %, в поддиапазонах:		
- от 0,001 % до 0,01 % включ.	±25	
- cв. 0,01 % до 1,0 % включ.	±10	
- cb. 1 % до 40 % включ.	±5	
Предел допускаемого относительного среднего		
квадратического отклонения результатов измерений массовой		
доли углерода, %, в поддиапазонах:		
- от 0,001 % до 0,01 % включ.	10	
- cв. 0,01 % до 1,0 % включ.	5	
- cв. 1,0 % до 10,0 % включ.	3	
- cв. 10 % до 100 % включ.	3	
Предел допускаемого относительного СКО результатов		
измерений массовой доли серы, %, в поддиапазонах:		
- от 0,001 % до 0,01 % включ.	15	
- cb. 0,01 % до 1,0 % включ.	8	
- cb. 1 % до 40 % включ.	4	

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- Приказ Минтруда России от 15.12.2020 № 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 твердых веществах и материалах
- Приказ Росстандарта от 17.05.2021 г. № 761 О внесении изменений 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
- Приказ Росстандарта Российской Федерации от 04.07.2022 № 1622 Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы
- ГОСТ OIML R 76-1-2011 ГСИ. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания
- ГОСТ 1770-74 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия (с Изменениями № 1-10)
- ГОСТ 12.2.007.0-75 ССБТ. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

Примечание – При пользовании настоящим документом целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям,

опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим документом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Перечень операций поверки

3.1 Для поверки анализаторов должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

	Обязательность проведения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в
Наименование операции поверки	первичной поверке	периодической поверке	соответствии с которым выполняется операция поверки
1 Внешний осмотр	да	да	8
2 Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
3 Проверка программного обеспечения	да	да	10
4 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям 4.1 Проверка чувствительности и относительного среднего			
квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала 4.2 Определение относительного	да	да	11.1
СКО результатов измерений массовой доли элементов	да	да*	11.2
4.3 Определение относительной погрешности и проверка диапазона измерений массовой доли элементов	да	да*	11.3

^{*}При периодической поверке анализаторов, которые применяются в соответствии с методиками измерений, разработанными для конкретных объектов операции не выполняют. Неисключенную систематическую погрешность в таких методиках оценивают на основании допускаемых значений чувствительности и СКО выходного сигнала

^{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 все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С

от +15 до +25;

- атмосферное давление, кПа

от 84 до 106;

- относительная влажность, %, не более

80.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке анализаторов допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие РЭ на анализаторы, настоящую методику поверки и работающих в качестве поверителей в организации, аккредитованной на право поверки средств измерений физико-химического состава и свойств веществ.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки согласно таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические и технические требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средство измерений температуры, относительной влажности и атмосферного давления с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 4	Термогигрометр ИВА-6 модификация ИВА-6А-КП-Д, рег. № 46434-11
Раздел 11, пункт 11.1. Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Массовая доля углерода от 40,89 % до 41,10 %, границы абсолютной погрешности ±0,10 % при P=0,95. Массовая доля серы от 32,861 % до 33,026 %, границы абсолютной погрешности ±0,10 % при P=0,95.	ГСО 9655-2010 СО состава этилендиаминтетрауксусной кислоты. ГСО 10498-2014 СО состава сульфаминовой кислоты (NH ₂ SO ₃ H CO УНИИМ).

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
средств поверки	Массовая доля углерода от 70 % до 90 %, границы абсолютной погрешности ±1,0 % при P=0,95. Массовая доля углерода от 0,002 % до 0,06 %, границы абсолютной погрешности ±(0,00027-0,0024) % при P=0,95. Массовая доля углерода от 0,005 % до 0,035 %, границы абсолютной погрешности ±(0,0004,0,0012) % ири	ГСО 10876-2017 СО состава угля и кокса (УГ-680 СО ЛЕКО). ГСО 666-81П СО стали углеродистой типа 05кп (С1). ГСО 888-93П СО стали углеродистой типа Ст0 (С2).
Раздел 11, пункты 11.2, 11.3. Определение метрологических характеристик средства	погрешности ±(0,0004-0,0012) % при P=0,95; массовая доля серы от 0,002 % до 0,03 %, границы абсолютной погрешности ±(0,0004-0,0012) % при P=0,95. Массовая доля углерода от 0,01 % до 0,1 %, границы абсолютной погрешности ±(0,0005-0,0024) % при P=0,95; массовая доля серы от 0,001 % до 0,2 %, границы	ГСО 1130-92П СО состава сплава прецизионного типа X27Ю5Т (С45).
измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	абсолютной погрешности $\pm (0,00024\text{-}0,0007)$ % при P=0,95. Массовая доля углерода от 0,8 % до 1,2 %, границы абсолютной погрешности $\pm (0,007\text{-}0,012)$ % при P=0,95; массовая доля серы от 0,005 % до 0,025 %, границы абсолютной погрешности $\pm (0,0004\text{-}0,0012)$ % при P=0,95. Массовая доля углерода от 1,5 % до	ГСО 1639-93П СО стали легированной типа Р6М5 (С24). ГСО 8209-2002 СО чугуна типа
	3 %, границы абсолютной погрешности ±(0,024-0,03) % при P=0,95. Массовая доля серы от 0,15 % до 0,3 %, границы абсолютной погрешности ±(0,003-0,005) % при	АЧВ-1 (Ч17). ГСО 1424-89П СО стали углеродистой типа АС14 (У2).
	P=0,95. Массовая доля серы от 25 % до 40 %, границы абсолютной погрешности ±(0,19-0,3) % при P=0,95.	ГСО 9683-2010 СО концентрата медного типа КМ7 (Р34).

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Массовая доля серы от 2 % до 4 %, границы абсолютной погрешности $\pm (0.05-0.07)$ % при $P=0.95$.	ГСО 9453-2009 СО концентрата железорудного (Р33).
	Массовая доля углерода 8,6 %, абсолютная погрешность ±0,02 % при P=0,95	ГСО 11588-2020 СО феррохрома высокоуглеродистого типа ФХ900Б (ИСО Ф47/1)
	Наибольший предел взвешивания 50 г, КТ I.	Весы неавтоматического действия М модификация MS105DU/A, per. № 63293-16

- 6.2 Стандартные образцы (далее CO) утвержденного типа должны иметь действующие паспорта,), средства измерений поверены.
- 6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих соотношение погрешности аттестованного значения массовой доли элемента в СО к погрешности поверяемого СИ не более 0,5.
- 6.4 При выборе средств поверки предпочтительным является использование СО утвержденного типа с установленной прослеживаемостью к государственному первичному эталону единицы величины того же рода.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 15.12.2020 № 903н и требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

- 9.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с таблицей 3.
 - 9.2 Анализатор готовят к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.
- 9.3 При опробовании проверяют работоспособность анализатора путем отображения наименования модели на дисплее анализатора.
- 9.4 Результаты опробования считают положительными, если при включении отсутствует информация об отказах (коды ошибок).

10 Проверка программного обеспечения

- 10.1 Для проверки соответствия встроенного метрологически значимого программного обеспечения (ПО) выполняют следующие операции:
- 1) проводят визуализацию идентификационных данных ПО анализатора (номер версии) в меню анализатора:
- 2) сравнивают полученные данные с номером версии, установленным эксплуатационной документации анализатора.
- 10.2 Результаты проверки программного обеспечения считают положительными, если номер версии соответствует указанному в эксплуатационной документации анализатора.

11 Определение метрологических характеристик средства измерений и измерений метрологическим подтверждение средства соответствия требованиям

- 11.1 Проверка чувствительности и относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала
- 11.1.1 Для проверки чувствительности и относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала используют стандартные образцы в виде стехиометрических соединений, содержащих углерод и/или серу. Если в паспорте СО указано аттестованное значение массовой доли основного компонента (соединения), то аттестованное значение массовой доли серы или углерода в СО, ω_{arik} , %, определяют по формуле

$$\omega_{\text{ar}ik} = \frac{z_i \cdot Ar_i}{M_k} \cdot A_k \tag{1}$$

где

 Ar_i – относительная атомная масса i-го элемента¹;

 z_i — число атомов i-го элемента в молекуле соединения;

 M_k — молярная масса основного компонента (соединения) в k-м CO^2 ;

 A_k – аттестованное значение массовой доли основного компонента в k-м СО, %.

Максимальные массы навесок k-го CO рассчитывают по формуле

$$m_{ik} = m_{3i} \cdot \frac{100}{\omega_{\text{ar}ik}},\tag{2}$$

 $m_{
m 3}i$ — предельная масса i-го элемента (5 мг для углерода; 3 мг для серы при где использовании железа в качестве ускоряющей добавки), мг.

11.1.2 Навески массой, не превышающей рассчитанные по формуле 2, вместе с ускоряющей добавкой помещают в керамические тигли и проводят измерения выходного сигнала анализатора.

11.1.3 Рассчитывают чувствительность
$$\overline{N}_{ik}$$
, усл.ед/мг, по формуле
$$\overline{N}_{ik} = \frac{100 \cdot \sum_{j=1}^{n} \frac{Y_{jik}}{m_{Bjk}}}{\omega_{arik} \cdot n}$$
(3)

 Y_{jik} - j-ое значение выходного сигнала i-го элемента для k-го стандартного где образца, усл.ед;

 $m_{{\rm B}\,ik}$ — масса j-ой навески k-го СО, измеренная на весах, мг;

¹ Ar(S)=32,06; Ar(C)=12,011 [Prohaska, T. et al. Standard atomic weights of the elements 2021 (IUPAC Technical Report). Pure and Applied Chemistry, vol. 94, no. 5, 2022, pp. 573-600. https://doi.org/10.1515/pac-2019-0603];

 $^{^{2}}$ M(C₁₀H₁₆N₂O₈)=292,244; M(NH₂SO₃H)=97,088 (значения молярных масс соединений рассчитаны на основе стехиометрии по значениям относительных атомных масс элементов, приведенным в отчете Международного Совета по теоретической и прикладной химии IUPAC [Prohaska, T. et al. Standard atomic weights of the elements 2021 (IUPAC Technical Report). Pure and Applied Chemistry, vol. 94, no. 5, 2022, pp. 573-600. https://doi.org/10.1515/pac-2019-0603]).

n – количество измерений выходного сигнала i-го элемента j-ой навески k-го CO (n≥5).

11.1.4 Рассчитывают относительное СКО выходного сигнала $S_{\text{в}ik}$, %, i-го элемента в k-ом стандартном образце по формуле

$$S_{\text{B}ik} = \frac{100}{\overline{Y}_{ik}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{n} {\binom{Y_{jik}}{m_{\text{B}jk}} - \overline{Y}_{ik}}^2}{n-1}},$$
(4)

где \bar{Y}_{ik} - среднее арифметическое значение выходных сигналов при измерении i-го элемента в k-ом стандартном образце, усл.ед/мг, рассчитанное по формуле

$$\bar{Y}_{ik} = \frac{\sum_{j=1}^{n} Y_{jik} / m_{\mathrm{B}jk}}{n}.$$
 (5)

- 11.1.5 Результаты считают положительными, если рассчитанные значения чувствительности и относительного СКО выходного сигнала соответствуют значениям, указанным в таблице 1.
 - 11.2 Определение относительного СКО результатов измерений массовой доли элементов
- 11.2.1 Используют матричные СО. Навески стандартного образца помещают в керамические тигли. Проводят не менее 5 измерений ($n \ge 5$) массовой доли i-го элемента не менее, чем в двух точках каждого проверяемого поддиапазона измерений, в котором нормирована относительная погрешность. При отсутствии СО утвержденного типа с требуемым аттестованным значением допускается приготовление навесок СО с моделируемым значением в соответствии с Приложением А.

11.2.2 Фиксируют полученные значения массовой доли элементов для каждого k-го стандартного образца.

Рассчитывают СКО результатов измерений массовой доли S_{ik} , %, i-го элемента в k-ом стандартном образце по формуле

$$S_{ik} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{n} (\omega_{jik} - \overline{\omega}_{ik})^2}{n-1}}.$$
 (6)

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

n – количество измерений массовой доли i-го элемента в k-ом стандартном образце; $\overline{\omega}_{ik}$ - среднее арифметическое значение результатов измерений массовой доли i-го

элемента в k-ом стандартном образце, %, рассчитанное по формуле

$$\overline{\omega}_{ik} = \frac{\sum_{j=1}^{n} \omega_{jik}}{n}.$$
 (7)

11.2.3 Относительное СКО результатов измерений массовой доли S_{iko} , %, i-го элемента в k-ом стандартном образце определяют по формуле

$$S_{iko} = \frac{100}{\overline{\omega}_{ik}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{n} (\omega_{jik} - \overline{\omega}_{ik})^2}{n-1}}.$$
 (8)

- 11.2.4 Результаты считают положительными, если рассчитанные значения относительного СКО результатов измерений массовой доли углерода и серы соответствуют значениям, указанным в таблице 1.
- 11.3 Определение относительной погрешности и проверка диапазона измерений массовой доли элементов
- 11.3.1 По результатам измерений по п. 11.2 рассчитывают относительную погрешность измерений массовой доли i-го элемента в k-ом стандартном образце δ_{ik} , %, по формуле

$$\delta_{ik} = \frac{100}{\overline{\omega}_{ik}} \cdot \frac{\frac{t \cdot S_{ik}}{\sqrt{n}} + \Theta_{ik}}{\frac{S_{ik}}{\sqrt{n}} + \frac{\Theta_{ik}}{1.1 \cdot \sqrt{3}}} \cdot \sqrt{\frac{S_{ik}^2}{n} + \frac{\Theta_{ik}^2}{3,63}}.$$
(9)

где t – коэффициент Стьюдента, который зависит от доверительной вероятности P и числа результатов измерений n, равен 2,78 для n=5 при P=0,95;

 $\Delta_{\omega_{\mathrm{ar}ik}}$ – абсолютная погрешность аттестованного значения *i*-го элемента в *k*-ом стандартном образце, %.

11.3.2 Неисключенную систематическую составляющую погрешности Θ_{ik} , %, рассчитывают по формуле

$$\Theta_{ik} = 1.1 \cdot \sqrt{(\overline{\omega}_{ik} - \overline{\omega}_{aTik})^2 + (\Delta_{\omega_{aTik}})^2 + (\frac{\overline{\omega}_{aTik} \cdot \Delta_B}{m_{Bik}})^2} , \qquad (10)$$

гле $\Delta_{\text{в}}$ – абсолютная погрешность взвешивания, г.

11.3.3 Результаты считают положительными, если диапазон измерений и рассчитанные значения относительной погрешности измерений массовой доли углерода и серы соответствуют значениям, указанным в таблице 1.

12 Оформление результатов поверки

- 12.1 Результаты поверки оформляют протоколом произвольной формы.
- 12.2 При положительных результатах поверки средство измерений признают пригодным к применению. Нанесение знака поверки на анализаторы не предусмотрено. Пломбирование анализаторов не предусмотрено.
- 12.3 При отрицательных результатах поверки средство измерений признают непригодным к применению.
- 12.4 По заявке заказчика при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке, при отрицательных извещение о непригодности.
- 12.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком.
- 12.6 В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки при проведении поверки для меньшего числа анализируемых элементов или на меньшем числе поддиапазонов измерений.

Зам. зав. лаб. 221 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

А.Е. Тюрнина

приложение а

(рекомендуемое)

Процедура приготовления навесок СО утвержденного типа

А.1 Приготовление навесок СО утвержденного типа с известными значениями массовой доли провести путем отбора навесок в предварительно взвешенный тигель с помощью весов I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

А.2 Рассчитать моделируемое значение ω' массовой доли элемента в подготовленной навеске по формуле

 $\omega' = \omega_{\text{aT}} \cdot \frac{m_1}{m_2},\tag{A.1}$

где $\omega_{\rm at}$ – аттестованное значение массовой доли углерода (серы) в СО утвержденного типа, %;

 m_1 – масса навески СО утвержденного типа, измеренная на весах, г;

 m_2 — масса навески, установленная вручную в ПО анализатора, г.

А.3 Абсолютную погрешность моделируемого значения массовой доли элементов рассчитать по формуле

$$\Delta_{\omega'} = \sqrt{\left(\frac{m_1}{m_2}\right)^2 \cdot \Delta_{\omega_{\text{aT}}}^2 + \left(\frac{\omega_{\text{aT}}}{m_2}\right)^2 \cdot \Delta_{\text{B}}^2 + \left(\frac{\omega_{\text{aT}} \cdot m_1}{m_2^2}\right)^2 \cdot \Delta_{\text{B}}^2},\tag{A.2}$$

где $\Delta_{\omega_{a\tau}}$ – абсолютная погрешность аттестованного значения массовой доли элемента в СО утвержденного типа, %;

 $\Delta_{\rm B}$ – абсолютная погрешность взвешивания, г.