

**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»)**

УТВЕРЖДАЮ

**И.о. директора УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**



Е.П. Собина

2020 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы элементные LECO 828/928

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 108-241-2020

Екатеринбург

2020

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА УНИИМ - филиалом ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Зеньков Е.О.

3 УТВЕРЖДЕНА и.о. директора УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в декабре 2020 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.....	7
12	ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ	8
13	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	9
	ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	10
	ПРИЛОЖЕНИЕ Б.....	12

Государственная система обеспечения единства измерений Анализаторы элементные LECO 828/928 Методика поверки	МП 108-241-2020
--	------------------------

Дата введения: декабрь 2020 г

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы элементные LECO 828/928 (далее - анализаторы) производства фирмы «LECO Corporation», США и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Настоящая методика распространяется на следующие модели анализаторов: FP928, CN928, CNS928, NS928, FP828, FP828P, CN828, CN828S, CHN828, а также модели CHN828+ S832, CN828+ S832, где S832 – отдельный блок для определения серы.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализатора к ГЭТ 176-2019 «Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии с приказом Росстандарта № 2753 от 27.12.2018.

1.3 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 № 1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минтруда России №328н от 24.07.2013 «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Росстандарта № 2753 от 27.12.2018 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых 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 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	8	да	да
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	9	да	да
3 Проверка программного обеспечения	10	да	да
4 Определение метрологических характеристик	11		
4.1 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли углерода, азота, серы и водорода	11.1	да	да
4.2 Проверка диапазонов измерений массовой доли углерода, азота, серы и водорода	11.2	да	нет

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

3.3 Допускается проведение поверки для меньшего числа измеряемых величин (в зависимости от модели анализаторов) в соответствии с заявлением владельца, с обязательным указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 18 до 25;
- относительная влажность воздуха, % от 20 до 80.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

Для выполнения измерений допускаются лица, прошедшие инструктаж и обученные работе с анализатором.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

Таблица 2 – Средства поверки

Наименование	Метрологические и технические требования
стандартный образец состава цистина ГСО 11337-2019	интервал аттестованных значений массовой доли углерода от 29,08 до 30,1 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,3$ % при $P=0,95$; интервал аттестованных значений массовой доли водорода от 4,9 до 5,1 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,2$ % при $P=0,95$; интервал аттестованных значений массовой доли азота от 11,5 до 11,8 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,2$ % при $P=0,95$; интервал аттестованных значений массовой доли серы от 26,5 до 26,8 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,3$ % при $P=0,95$
стандартный образец состава меламина (СМ СО УНИИМ) ГСО 10825-2016	интервал аттестованных значений массовой доли азота от 63,30 до 66,64 %, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1,5$ % при $P=0,95$; интервал аттестованных значений массовой доли основного вещества от 95,0 до 100,0 %, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1,5$ % при $P=0,95$
весы неавтоматического действия I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1	наибольший предел взвешивания 120 г, дискретность 0,01 мг
гигрометр Rotronic HygroPalm	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п. 7

4.2 Эталоны, применяемые для поверки, должны быть поверены, если представлены средствами измерений утвержденного типа или аттестованы, если представлены средствами измерений неутвержденного типа, средства измерений - поверены.

4.3 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающие требуемую точность и диапазон измерений.

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 №328н от 24 июля 2013 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 стандартные образцы утвержденных типов (далее – ГСО), предусмотренные в качестве средств поверки в соответствии с инструкциями по применению на ГСО.

9.3 Опробование

Включить анализатор и запустить пробную процедуру измерения одного из ГСО, указанных 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 ПО выводятся на экран персонального компьютера при запуске ПО. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	Cornerstone
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 2.9.4
Цифровой идентификатор ПО	отсутствует

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли углерода, азота, серы и водорода

Проверку относительной погрешности измерений массовой доли углерода, азота, серы и водорода провести с использованием ГСО, в которых моделируемое значение массы элемен-

тов рассчитано по приложению А. Значения массовой доли углерода, азота, серы и водорода должны находиться в начале, середине и в конце диапазона измерений.

В соответствии с РЭ провести не менее пяти измерений массовой доли углерода, азота, серы и водорода каждой пробы ГСО.

11.2 Проверка диапазонов измерений массовой доли углерода, азота, серы и водорода

Проверку диапазонов измерений массовой доли углерода, азота, серы и водорода провести одновременно с определением относительной погрешности по 11.1 (провести измерения в начале и в конце диапазона измерений).

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Для каждого компонента рассчитать среднее арифметическое значение (\bar{X}_j), СКО (S_j) и относительную погрешность (δ_j) измерений массовой доли углерода, азота, серы и водорода 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 j -го компонента в ГСО (пробы ГСО), %;

A_j и ΔA_j – значения массовой доли j -го компонента в пробе ГСО и их погрешность соответственно (по Приложению А), %;

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

n – количество измерений.

12.2 Полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли углерода, азота, серы и водорода должны удовлетворять требованиям приложения Б.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.


13.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815. Знак поверки в виде оттиска поверительного клейма наносится на свидетельство о поверке.

13.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815.

Инженер I кат. лаб. 241

УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ

им. Д.И. Менделеева»



Е.О. Зеньков

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления навесок ГСО

А.1.1 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.1.2 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 элемента в ГСО, %;

m_1 - масса навески ГСО, измеренная на весах, мг;

m_2 - масса навески, которая устанавливается вручную в ПО анализатора, мг.

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 , мг	Масса навески ГСО m_2 , мг	Моделируемое значение массовой доли элемента, %	Отн. погрешность моделируемого значения, %
ГСО 11337-2019	углерод	29,8	200	70	85,14	0,98
	углерод	29,8	50	3000	0,50	2,17
	азот	11,57	50	2000	0,29	2,05
ГСО 10825-2016	азот	66,35	200	140	94,79	1,58
ГСО 11337-2019	сера	26,5	200	55	96,36	1,07
	сера	26,5	50	3000	0,44	2,21
	сера	26,5	30	3000	0,27	3,46
	сера	26,5	250	500	13,25	1,02
	водород	5	100	1500	0,33	3,16
	водород	5	1000	600	8,33	3,0

*Примечание – расчеты приведены для примера. Значения навесок ГСО следует выбирать исходя из аттестованного значения ГСО и требуемого моделируемого значения массовой доли элемента.

Относительную погрешность моделируемого значения массовой доли элементов рассчитывать по формуле

$$\Delta_{A'} = \frac{100}{A'} \cdot \sqrt{\left(\frac{m_1}{m_2}\right)^2 \cdot \Delta_A^2 + \left(\frac{A}{m_2}\right)^2 \cdot \Delta_m^2 + \left(\frac{A \cdot m_1}{m_2^2}\right)^2 \cdot \Delta_m^2}, \quad (\text{A.2})$$

где Δ_m - абс. погрешность весов, г;

Δ_A - абсолютная погрешность аттестованного значения массовой доли элемента в ГСО, %.

Приложение Б

(обязательное)

Метрологические характеристики анализаторов

Таблица Б.1 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значение характеристики для модели			
	FP928	CN928	CNS928	NS928
Диапазоны измерений массовой доли* (массы), % (мг): - азота - углерода - водорода - серы	от 0,01 до 100 (от 0,02 до 300)	от 0,01 до 100 (от 0,02 до 300) от 0,01 до 100 (от 0,02 до 200)	от 0,01 до 100 (от 0,02 до 300) от 0,01 до 100 (от 0,02 до 200) - от 0,01 до 25 (от 0,02 до 50)	от 0,01 до 100 (от 0,02 до 300) - - от 0,01 до 25 (от 0,02 до 50)
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли элемента**, %: - азота - углерода - водорода - серы	± 8 - - -	± 8 ± 8 - -	± 8 ± 8 - ± 8	± 8 - - ± 8
* Диапазон измерений массовой доли азота, углерода, водорода и серы приведен для массы навески 200 мг. ** Значения погрешности нормированы для ГСО 11337-2019 и ГСО 10825-2016				

Таблица Б.2 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значение характеристики для модели					
	FP828	FP828P	CHN828	CHN828+ S832	CN828	CN828+ S832
Диапазоны измерений массовой доли* (массы), % (мг):						
- азота	от 0,02 до 100 (от 0,04 до 300)	от 0,01 до 100 (от 0,02 до 300)	от 0,01 до 100 (от 0,02 до 300)	от 0,01 до 100 (от 0,02 до 300)	от 0,01 до 100 (от 0,02 до 300)	от 0,01 до 100 (от 0,02 до 300)
- углерода	-	-	от 0,01 до 87,5 (от 0,02 до 175)	от 0,01 до 87,5 (от 0,02 до 175)	от 0,01 до 87,5 (от 0,02 до 175)	от 0,01 до 87,5 (от 0,02 до 175)
- водорода	-	-	от 0,01 до 8,5 (от 0,02 до 17)	от 0,01 до 8,5 (от 0,02 до 17)	-	-
- серы	-	-	-	от $4 \cdot 10^{-3}$ до 15 (от 0,008 до 30)	-	от $4 \cdot 10^{-3}$ до 15 (от 0,008 до 30)
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли элемента**, %:						
- азота	± 8	± 8	± 8	± 8	± 8	± 8
- углерода	-	-	± 8	± 8	± 8	± 8
- водорода	-	-	± 8	± 8	-	-
- серы	-	-	-	± 8	-	± 8

* Диапазон измерений массовой доли азота, углерода, водорода и серы приведен для массы навески 200 мг.

** Значения погрешности нормированы для ГСО 11337-2019 и ГСО 10825-2016