

**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

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



Е.П. Соби́на

2021 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА
ИЗМЕРЕНИЙ**

Системы элементного CHNS/O анализа 2400

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 89-251-2020

Екатеринбург

2021

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. зам. зав. лаб. 251 к.т.н. Мигаль П.В.
- 3 СОГЛАСОВАНА** и.о. директора УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в 2021 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения	4
2 Нормативные ссылки	4
3 Перечень операций поверки средства измерений.....	4
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	6
10 Определение метрологических характеристик средства измерений	8
11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям.....	8
12 Оформление результатов поверки.....	10
ПРИЛОЖЕНИЕ А	11

Дата введения в действия «24» февраля 2021 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на системы элементного CHNS/O анализа 2400 (далее – системы), изготовленные фирмой «PerkinElmer Inc.», США, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка системы должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость системы 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» согласно поверочной схеме «Государственная поверочная схема для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах», утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2753 от 27 декабря 2018 г.

1.3 Интервал между поверками - 1 год.

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 Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт) от 27.12. 2018 № 2753 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»;
- Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»;
- 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 средства измерений

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 поверке	
		первичная	периодическая
Внешний осмотр	8	да	да
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	9	да	да
Проверка программного обеспечения	10	да	да
Определение метрологических характеристик средства измерений	11	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится

настройка системы в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем необходимые операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, система 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 +15 до +25
- относительная влажность, % от 20 до 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

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

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Наименование	Метрологические и технические требования
ГСО 11337-2019 стандартный образец состава цистина	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 $P=0,95$
ГСО 9655-2010 стандартный образец этилендиаминтетрауксусной кислоты	Интервал аттестованного значения массовой доли этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты от 99,70 до 100,00 %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,05$ % при $P=0,95$

Продолжение таблицы 2

Наименование	Метрологические и технические требования
ГСО 10498-2014 стандартный образец состава сульфаминовой кислоты ($\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$ СО УНИИМ)	Интервал аттестованного значения массовой доли сульфаминовой кислоты от 99,900 до 100,000 %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,030$ % при $P=0,95$
ГСО 10825-2016 стандартный образец состава меламина (СМ СО УНИИМ)	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 $P=0,95$
Термогигрометр	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п. 4

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке должны быть поверены. Стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих требуемую точность передачи единицы массовых долей углерода, водорода, азота и серы поверяемой системе.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа 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:

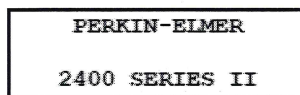
- соответствие внешнего вида системы сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений системы;
- соответствие комплектности, указанной в руководстве по эксплуатации (РЭ);
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае если при внешнем осмотре с выявлены повреждения или дефекты способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Подготовить систему в соответствии с руководством по эксплуатации.

9.1.1 При включении системы на дисплее передней панели появляется идентификационное сообщение



9.1.2 При этом осуществляется автоматическое тестирование электроники и аппаратных средств системы. Если процедура самотестирования прошла успешно, на дисплее системы будут последовательно появляться запросы на ввод следующей информации:

Time (Время)

Date (Дата)

Operator ID (Имя оператора)

FillPressure (Давление заполнения)

RunCounters (Счетчики экспериментов)

CombustionTemperature (Температура сжигания)

ReductionTemperature (Температура Восстановления)

Purge (Продувка)

9.1.3 Вводят текущие значения часа, минут и секунд и нажимают клавишу Enter, чтобы запустить часы системы. Вводят текущую дату и нажимают клавишу Enter, чтобы запустить календарь системы. Вводят на дисплее строку символов, подходящую для идентификации оператора и нажимают клавишу Enter. В результате на дисплее появится сообщение-запрос на ввод давления заполнения (FillPressure): **FILL PRESSURE 6.488 VOLTS**. Давление выражается в миллиметрах ртутного столба, но датчик давления системы откалиброван в единицах его выходного напряжения. Как правило, величина напряжения, характеризующая нормальное давление заполнения, должна быть около 6,5 Вольт. Эта величина может варьировать в зависимости от местоположения системы. Величина давления заполнения и интервалы времени для разделения сигналов уже введены в систему на заводе-изготовителе. Записывают в рабочий журнал величину давления заполнения, предъявленную системой во время процедуры автоматической самоподготовки, а также набор временных интервалов разделения сигналов. Вводят соответствующую величину напряжения и нажимают клавишу Enter.

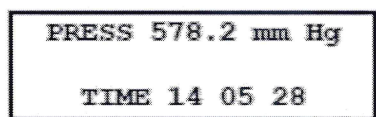
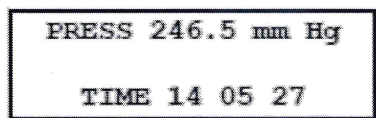
9.1.4 После этого задают несколько специальных счетчиков системы, а именно:

Reduction Counter (Счетчик восстановлений)

Combustion Counter (Счетчик сжиганий)

Vial Receptacle (Сборник капсул)

После этого система автоматически начинает выполнять последовательность операций, связанных с проверкой на герметичность. В ходе проверки на герметичность показания на дисплее обновляются через каждую секунду. Кроме того, с интервалом в одну минуту на принтер будут выводиться величины измеренного давления и текущего времени.



Если в течение пяти минут предписанное давление заполнения так и не было достигнуто, то, вероятно, система негерметична. Если система не выдержала проверку на герметичность, на принтер выводится сообщение: **CHECK PRESSURE (ПРОВЕРЬТЕ ДАВЛЕНИЕ)**. Если система прошла проверку на герметичность успешно, наступает перерыв длительностью около десяти секунд, в ходе которого автоматически стравливается давление заполне-

ния системы до атмосферного.

9.1.5 После успешного завершения проверки давления на дисплее прибора должно появиться сообщение, предлагающее параметризовать процесс продувки системы. Если в качестве газа-носителя используется гелий, на дисплее появится сообщение: PURGE GAS HELIUM? Y/N; если газ-носитель аргон: PURGE GAS ARGON? Y/N. Если необходимо осуществить продувку прибора гелием (или аргоном), нажмите при появлении таких сообщений клавишу Yes. На дисплее появится сообщение: PURGE GAS ENTER TIME. Введите продолжительность продувки (в секундах): 120 с и нажмите клавишу Enter. На протяжении всей операции продувки дисплей показывает, сколько секунд осталось до ее завершения. По окончании продувки на принтер выводится соответствующее сообщение:

HELIUM PURGE COMPLETED (ПРОДУВКА ГЕЛИЕМ ВЫПОЛНЕНА)

или

ARGON PURGE COMPLETED (ПРОДУВКА АРГОНОМ ВЫПОЛНЕНА).

По окончании описанной выше автоматической процедуры самоподготовки к работе система будет находиться в рабочем режиме аналитического определения элементов CHN, а на дисплее будет присутствовать сообщение STANDBY, указывающее на то, что прибор находится в состоянии ОЖИДАНИЯ.

9.1.6 Система признаётся прошедшей опробование, если на дисплее после процедуры самотестирования появляется надпись STANDBY.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Проверка относительного среднеквадратического отклонения (ОСКО) измерений массовой доли углерода, водорода, азота и серы

Для проверки ОСКО измерений массовой доли углерода, водорода, азота и серы используют стандартные образцы по п. 6.

Навески стандартных образцов примерной массой 1,5 мг помещают в оловянные капсулы и запаковывают. Проводят не менее 5 измерений массовых долей элементов каждого стандартного образца.

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

Для проверки относительной погрешности измерений массовой доли элементов используют результаты измерений, полученные в п.11.1, результаты заносят в протокол.

10.3 Проверка диапазонов измерений массовой доли углерода, водорода, азота и серы.

Для проверки диапазонов измерений массовой доли углерода, водорода, азота и серы используют результаты измерений, полученные в пп.11.1-11.2, результаты заносят в протокол.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Рассчитывают ОСКО измерений массовой доли i -го элемента в k -ом стандартном образце по формуле

$$S_{\omega_{ik}} = \frac{100}{\bar{\omega}_{ik}} \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (\omega_{ikj} - \bar{\omega}_{ik})^2}{n_j - 1}}, \quad (1)$$

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

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

$$\bar{\omega}_{ik} = \frac{\sum_{j=1}^n \omega_{ikj}}{n_j}, \quad (2)$$

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

11.2 Полученные значения ОСКО измерений массовой доли углерода, водорода, азота и серы должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

11.3 Относительную погрешность измерений массовой доли i -го элемента рассчитывают по формуле

$$\delta_{\omega_{ik}} = \frac{\omega_{ikj} - A_{ik}}{A_{ik}} \cdot 100, \quad (3)$$

где A_{ik} - аттестованное значение массовой доли i -го элемента для k -ого стандартного образца по паспорту, %, или значение, рассчитанное по формуле

$$A_{ik} = \frac{N_{ik} \cdot M_{\text{элемента}ik} \cdot W_k}{M_{\text{вещества}k}}, \quad (4)$$

где $M_{\text{элемента}ik}$ - молярная масса i -го элемента для k -ого стандартного образца, г/моль;

$M_{\text{вещества}k}$ - молярная масса вещества для k -ого стандартного образца, г/моль;

N_{ik} - число атомов i -го элемента в k -ом стандартном образце в соответствии со стехиометрическим составом вещества, шт;

W_k - аттестованное значение массовой доли основного вещества для k -ого стандартного образца, %.

11.4 Полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли углерода, водорода, азота и серы должны соответствовать требованиям таблицы 4.

11.5 За диапазоны измерений системы принимают диапазоны измерений массовой доли углерода, водорода, азота и серы, приведенные в таблице 4, если полученные по формулам (1) и (3) значения удовлетворяют требованиям таблицы 4.

Таблица 3– Метрологические характеристики системы

Наименование характеристики	Значения
Диапазон измерений массовой доли элемента, %:	
- C	от 28 до 50
- H	от 2 до 7
- N	от 8 до 70
- S	от 20 до 35
Предел допускаемого относительного среднего квадратичного отклонения измерений массовой доли элемента, %:	
- C	10
- H	10
- N	10
- S	10

Наименование характеристики	Значения
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли элемента, %:	
- С	± 12
- Н	± 12
- N	± 12
- S	± 12

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом по форме Приложения А.

12.2 При положительных результатах поверки систему признают пригодной к применению и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 или действующими на дату проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

12.3 При отрицательных результатах поверки систему к применению не допускают и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 или действующими на дату проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

Разработчик:

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



П.В. Мигаль

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)
ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ
ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Система элементного CHNS/O анализа 2400, зав. № _____.

Документ на поверку: МП 89-251-2020 «ГСИ. Системы для элементного CHNS/O анализа 2400. Методика поверки»

Информация об использованных средствах поверки: _____

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °C _____

- относительная влажность воздуха, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица А.1 – Результаты проверки ОСКО измерений массовой доли элементов

Номер ГСО	Аттестованная характеристика ГСО	Массовая доля элемента, %	Номер измерения	Масса навески ГСО, мг	Результаты измерений массовой доли элемента, %	ОСКО измерений массовой доли элемента, %	Предел допускаемого относительного среднего квадратичного отклонения измерений массовой доли элемента, %
			1				
			2				
			3				
			4				
			5				

Таблица А.2 – Результаты проверки относительной погрешности измерений массовой доли элементов

Номер ГСО	Аттестованная характеристика ГСО	Массовая доля элемента, %	Номер измерения	Масса навески ГСО, мг	Результаты измерений массовой доли элемента, %	Относительная погрешность измерений массовой доли элемента, %	Предел допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли элемента, %

Таблица А.3 – Результаты проверки диапазонов измерений системы

Наименование характеристики и ее размерность	Полученные значения диапазона измерений	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
Массовая доля углерода, %		
Массовая доля водорода, %		
Массовая доля азота, %		
Массовая доля серы, %		

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г, № _____

Поверитель _____

Подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____
