

**ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ
«ЦЕНТР МЕТРОЛОГИИ СЕРТИФИКАЦИИ КАРТЕСТ»
(ООО «ЦМС КАРТЕСТ»)**

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор ООО «ЦМС КАРТЕСТ»



А.А. Клоков

2024 г.

**ГСИ. Анализаторы углерода и серы SD
Методика поверки**

МП КРТ-03-2024

г. Москва

2024 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на Анализаторы углерода и серы SD (далее - анализаторы) производства Hunan Sundry Science and Technology Co., Ltd, Китай, и устанавливает методы и средства поверок. Поверка анализаторов должна осуществляться в соответствии с требованиями настоящей методики поверки.

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 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 Росстандарта от 19 февраля 2021 г. № 148»;

- Государственному первичному эталону единицы массы – килограмму ГЭТ 3-2020 по приказу Росстандарта от 04.07.2022 года № 1622.

Передача единицы осуществляется методом прямых измерений при проведении измерений массовой доли компонентов – аттестованных значений 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 Приложении А.

2 Нормативные ссылки

2.1 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 года № 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 года № 761 «О внесении изменения 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 от 04.07.2022 года № 1622 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений массы»

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность проведения операции при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1 Внешний осмотр средства измерений	да	да	8
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	10
4 Определение метрологических характеристик средства измерений: Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов	да	да	11.2
Определение относительного среднеквадратического отклонения измерений массовой доли элементов	да	да	11.3
5 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется, и выполняются операции по п. 13.4.

3.3 На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки для меньшего числа измеряемых величин и (или) на меньшем числе поддиапазонов измерений (поверка в сокращенном объеме) с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C от 15 до 35;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80

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 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
1	2	3
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Диапазоны измерений: относительной влажности от 10 % до 95 %, температуры от минус 10 °C до плюс 60 °C, абсолютная погрешность по каналу относительной влажности $\pm 3,0$ %, по каналу температуры $\pm 0,4$ °C	Прибор комбинированный Testo 622, пер. № 53505-13

Продолжение таблицы 2

1	2	3
Раздел 11 Определение метрологичес- ких характеристик средства измерений	Интервал аттестованных значений массовой доли серы от 26,5 % до 26,8 % и массовой доли углерода от 29,8 % до 30,1 %, доверительные границы абсолютной погрешности массовой доли серы и углерода $\pm 0,3$ %, при $P=0,95$	Стандартный образец состава цистина ГСО 11337-2019
	Интервал аттестованных значений массовой доли углерода от 40,89 % до 41,10 %, доверительные границы абсолютной погрешности $\pm 0,10$ % при $P=0,95$	Стандартный образец состава этилендиамин-тетрауксусной кислоты (ЭДТА) ГСО 9655-2010
	Интервал аттестованных значений массовой доли углерода от 0,002 % до 0,06 % и массовой доли серы от 0,002 % до 0,04 %, доверительные границы абсолютной погрешности массовой доли углерода от $\pm 0,00027$ % до $\pm 0,0024$ % массовой доли серы от $\pm 0,0004$ % до $\pm 0,0012$ % при $P=0,95$.	Стандартный образец стали углеродистой типа 05кп (С1) ГСО 666-81П
	Интервал аттестованных значений массовой доли серы от 0,5 % до 1,5 %, доверительные границы абсолютной погрешности $\pm 0,018$ % при $P=0,95$.	Стандартный образец состава кокса каменноугольного (Р18) ГСО 723-87П
	Интервал аттестованных значений массовой доли углерода от 0,005 % до 0,035 % и массовой доли серы от 0,002 % до 0,03 %, доверительные границы абсолютной погрешности массовой доли углерода от $\pm 0,0004$ % до $\pm 0,0012$ % и массовой доли серы от $\pm 0,0004$ % до $\pm 0,0012$ % при $P=0,95$.	Стандартный образец стали углеродистой типа Ст0 (С2) ГСО 888-93П
	Интервал аттестованных значений массовой доли углерода от 0,1 % до 0,25 % и массовой доли серы от 0,15 % до 0,3 %, доверительные границы абсолютной погрешности массовой доли углерода от $\pm 0,0024$ % до $\pm 0,005$ %; массовой доли серы от $\pm 0,003$ % до $\pm 0,005$ % при $P=0,95$.	Стандартный образец стали углеродистой типа АС14 (У2) ГСО 1424-89П
	Интервал аттестованных значений массовой доли углерода от 0,01 % до 0,2 %, доверительные границы абсолютной погрешности от $\pm 0,0005$ % до $\pm 0,004$ % при $P=0,95$.	Стандартный образец состава стали легированной типа 3411 (С9) ГСО 1692-87П
	Интервал аттестованных значений массовой доли углерода от 3 % до 4 %, доверительные границы абсолютной погрешности $\pm 0,024$ % при $P=0,95$.	Стандартный образец чугуна типа ПЛ2 (Ч10) (У14) ГСО 4460-91П
	Интервал аттестованных значений массовых долей серы от 25 % до 35 %, доверительные границы относительной погрешности от $\pm 0,20$ % до $\pm 0,24$ % при $P=0,95$	Стандартный образец руды сульфидной медной Гайского ГОК (ИСО Р35-1) ГСО 11645-2020
	Интервал аттестованных значений массовой доли углерода от 70 % до 90 %, и массовой доли серы от 1 % до 3 %, доверительные границы абсолютной погрешности массовой доли углерода $\pm 1,0$ % и массовой доли серы $\pm 0,05$ % при $P=0,95$	Стандартный образец состава угля и кокса ГСО 10877-2017 из набора ГСО 10876-2017 / ГСО 10878-2017

Продолжение таблицы 2

1	2	3
	Интервал аттестованных значений массовых долей серы от 0,2 % до 1,0 %, доверительные границы абсолютной погрешности $\pm 0,05$ % при $P=0,95$	Стандартный образец состава угля каменного Кузнецкого бассейна (УК-2 СО МИСИС) ГСО 12118-2023
	Весы неавтоматического действия I (специального) класса точности, цена деления 0,1 мг, максимум – 220 г	Весы неавтоматического действия SECURA 224-1ORU, рег. № 55629-13

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

6.3 Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, другие стандартные образцы утвержденного типа в пределах срока годности, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 2.

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 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, провести тестирование (тест на утечку, проверка давления газа и т.д.) в соответствии с главой 6 РЭ.

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

9.3 Опробование

Провести контроль условий поверки с помощью прибора комбинированного в соответствии с таблицей 2.

Провести процедуру анализа холостой пробы в соответствии с главой 6 РЭ, после чего запустить пробную процедуру измерения одного из ГСО по таблице 2 или рабочей пробы. 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 метрологически значимой части ПО анализатора. Идентификационные данные метрологически значимой части ПО выводятся при обращении к подпункту меню анализатора «О программе». Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО для моделей SDICS450 SDIS450 SDHFCS1000	SDICS450 infrared carbon sulfur analyzer SDIS450 infrared sulfur analyzer High Frequency Infrared Carbon and Sulfur Test System
Номер версии ПО для моделей SDICS450 SDIS450 SDHFCS1000	не ниже V 1.0.5 не ниже V 1.0.5 не ниже V 1.02
Примечание – В номере версии неизменяемая часть 1.0 – отвечает за метрологически значимую часть ПО	

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Подготовка навесок из стандартных образцов, необходимых для определения метрологических характеристик анализаторов

В зависимости от модели и измеряемых величин (массовых долей элементов) анализатора углерода и серы SD (метрологические требования указаны в Приложении А), готовят по четыре выбранные навески стандартного образца по Приложению Б. Для каждой измеряемой величины: массовой доли элемента и поддиапазона измерений, должны быть приготовлены навески стандартных образцов не менее, чем для трех точек диапазона (поддиапазона) измерений.

11.2 Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов

В соответствии с главой 6 РЭ проводят измерения четырех подготовленных навесок ГСО по приложению Б. Последовательность выполняемых операций:

- провести измерения калибровочных образцов;
- при необходимости, провести процедуру коррекции дрейфа;
- провести измерения подготовленных навесок ГСО;
- считать полученные результаты с использованием ПО анализатора.

11.3 Определение относительного среднеквадратического отклонения измерений массовой доли элементов

Измерения массовой доли в поддиапазоне от 0,0001 % до 0,001 % проводятся для четырех подготовленных навесок ГСО по приложению Б. Измерения проводятся в соответствии с главой 6 РЭ в следующей последовательности:

- провести процедуру коррекции дрейфа;
- провести измерения подготовленных навесок ГСО;
- считать полученные результаты с использованием ПО анализатора.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Результат измерений массовой доли элемента рассчитать, как среднее арифметическое четырех результатов, полученных по п. 11.2. Относительную погрешность измерений массовой доли элемента рассчитать по формуле

$$\delta = \frac{\bar{X}_i - X_{izm}}{X_{izm}} \cdot 100\%, \quad (1)$$

где \bar{X}_i - среднее арифметическое значение массовой доли i -го элемента, %, где i – углерод, сера (в зависимости от модели анализатора);

X_{izm} - расчетное значение массовой доли i -го элемента в навеске ГСО, приготовленной по приложению Б, %.

Полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли каждого элемента должны удовлетворять требованиям, приведенным в Приложении А.

12.2 В поддиапазоне низких содержаний (от 0,0001 % до 0,001 %) для каждого элемента рассчитать относительное среднеквадратическое отклонение результатов измерений (S_o) по формуле

$$S_o = \frac{\sqrt{\sum_{i=1}^n (X_{ij} - \bar{X}_i)^2}}{\bar{X}_i} \cdot 100\% , \quad (2)$$

где \bar{X}_i – результат i -го измерения массовой доли компонента в j -ой навеске, %, где i – углерод, сера (в зависимости от модели анализатора), %;

n – количество измерений.

Полученные значения относительного среднеквадратического отклонения результатов измерений массовой доли каждого элемента должны удовлетворять требованиям, приведенным в Приложении А.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 Положительные результаты с учетом объема проведенной поверки (при проведении поверки в сокращенном объеме на основании письменного заявления владельца) оформляют в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510.


13.3 Нанесение знака поверки на анализатор не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации и оформляют результаты в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510.

13.5 Сведения о проведенной поверке передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510.

Разработчик

Инженер по метрологии ООО «ЦМС КАРТЕСТ»

 М.Ю. Медведевских

Приложение А

(обязательное)

Метрологические характеристики анализаторов углерода и серы SD

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой доли ¹⁾ углерода, %, для моделей SDICS450 SDHFCS1000 ²⁾	от 0,1 до 100 от 0,0001 до 100
Диапазон измерений массовой доли ¹⁾ серы, %, для моделей SDICS450 SDIS450 SDHFCS1000 ²⁾	от 0,01 до 50 от 0,01 до 50 от 0,0001 до 50
Предел допускаемого относительного среднеквадратического отклонения измерений массовой доли углерода (серы), %, в поддиапазоне измерений: - от 0,0001 до 0,001 % включ.	25
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли углерода, %, в поддиапазонах измерений: - от 0,001 до 0,01 % включ. - св. 0,01 до 0,3 % включ. - св. 0,3 до 100 % включ.	±30 ±10 ±5
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли серы, %, в поддиапазонах измерений: - от 0,001 до 0,01 % включ. - св. 0,01 до 0,3 % включ. - св. 0,3 до 50 % включ.	±30 ±10 ±5
¹⁾ Диапазон измерений массовой доли углерода и серы приведен для массы навески 100 мг. ²⁾ Диапазон измерений может быть ограничен изготовителем в соответствии с требованиями пользователя, указывается в Паспорте на конкретный экземпляр анализатора и не может быть изменен в процессе эксплуатации	

Приложение Б

(обязательное)

Процедура приготовления навесок ГСО

Б.1 Приготовление навесок ГСО с известными значениями массовой доли элемента провести путем отбора навесок в предварительно взвешенный тигель (алюминиевую гильзу или фольгу) с помощью весов неавтоматического действия I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

Б.2 При необходимости, рассчитать моделируемое значение (A') массовой доли элемента в подготовленной навеске по формуле

$$A' = A \cdot \frac{m_1}{m_2}, \quad (\text{Б.1})$$

где A – аттестованное значение массовой доли элемента в ГСО, %;

m_1 – масса навески ГСО, измеренная на весах, г;

m_2 – масса навески, установленная с использованием ПО анализатора, г.

Таблица Б.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 , г	Масса навески ГСО m_2 , г	Моделируемое значение массовой доли элемента, %
ГСО 11337-2019	углерод	29,8	0,1	0,05	59,6
ГСО 11337-2019	углерод	29,8	0,1	0,2	14,9
ГСО 11337-2019	углерод	29,8	0,1	2,0	4,98
ГСО 11337-2019	углерод	29,8	0,1	2,5	1,19
ГСО 11337-2019	углерод	29,8	0,01	2,0	0,15
ГСО 9976-2011	сера	26,7	0,20	0,2	26,7
ГСО 11337-2019	сера	26,6	0,20	0,5	10,64
ГСО 10877-2017	сера	1,31	0,20	0,2	1,31
ГСО 12118-2023	сера	0,3	0,20	0,2	0,3
ГСО 666-81П	углерод	0,0023	0,1	1	0,00023
ГСО 666-81П	сера	0,0021	0,1	1	0,00021

Примечания:

1. Расчеты приведены в качестве примера.
2. Значения навесок ГСО следует выбирать исходя из аттестованного значения ГСО и требуемого моделируемого значения массовой доли элемента.
3. Выбор ГСО осуществляется исходя из модели анализатора, определяемых элементов и их диапазонов.