

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
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

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Е.П. Соби́на

2025 г.



«ГСИ. Анализаторы углерода и серы Melytec.

Методика поверки»

МП 68-251-2025

г. Екатеринбург

2025 г.

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 – ведущий инженер лаб. 251, Засухин А.С.
3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2025 г.

СОДЕРЖАНИЕ

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

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы углерода и серы Melytec (далее – анализаторы) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки обеспечивается прослеживаемость анализаторов:

– 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 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 (или)

– к ГЭТ 154-2019 «Государственный первичный эталон единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах» посредством применения стандартных образцов утвержденных типов, метрологические характеристики которых определены по аттестованным методикам измерений, предусматривающим применение стандартных образцов утвержденного типа, прослеживаемых к ГЭТ 154-2019 в соответствии с приказом Росстандарта от 31.12.2020 г. № 2315 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах»

и (или)

– к ГЭТ 3-2020 «Государственный первичный эталон единицы массы – килограмма» посредством применения стандартных образцов утвержденных типов, метрологические характеристики которых определены методом межлабораторного эксперимента с использованием аттестованных методик измерений, предусматривающих применение поверенных весов, прослеживаемых к ГЭТ 3-2020 в соответствии с приказом Росстандарта от 04.07.2022 г. № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы».

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 характеристики	Значение для модификации					
	S100	C100	CS100	S100TF	C100TF	CS100TF
Предел допускаемого относительного СКО результатов измерений массовой доли элемента при измерении в импульсной печи, %:						
- канал «низкий углерод» ¹⁾	-	6	6	-	6	6
- канал «низкая сера» ²⁾	5	-	5	4	-	5
- канал «высокий углерод» ³⁾	-	5	5	-	5	5
- канал «высокая сера» ⁴⁾	4	-	4	4	-	4
Предел допускаемого относительного СКО результатов измерений массовой доли элемента при измерении в резистивной печи, %:						
- канал «низкий углерод» ¹⁾	-	-	-	-	10	10
- канал «низкая сера» ²⁾	-	-	-	15	-	15
- канал «высокий углерод» ³⁾	-	-	-	-	10	10
- канал «высокая сера» ⁴⁾	-	-	-	15	-	15
Предел обнаружения при измерении в импульсной печи, %, не более:						
- канал «низкий углерод»	-	0,001	0,001	-	0,001	0,001
- канал «низкая сера»	0,0005	-	0,0005	0,0005	-	0,0005
- канал «высокий углерод»	-	0,0025	0,0025	-	0,0025	0,0025
- канал «высокая сера»	0,002	-	0,002	0,002	-	0,002
Предел обнаружения при измерении в резистивной печи, %, не более:						
- канал «низкий углерод»	-	-	-	-	0,001	0,001
- канал «низкая сера»	-	-	-	0,0005	-	0,0005
- канал «высокий углерод»	-	-	-	-	0,0045	0,0045
- канал «высокая сера»	-	-	-	0,004	-	0,004
¹⁾ значение нормировано для стандартных образцов с массовой долей углерода в диапазоне от 0,005 % до 0,05 %; ²⁾ значение нормировано для стандартных образцов с массовой долей серы в диапазоне от 0,002 % до 0,05 %; ³⁾ значение нормировано для стандартных образцов с массовой долей углерода в диапазоне свыше 0,2 %; ⁴⁾ значение нормировано для стандартных образцов с массовой долей серы в диапазоне свыше 0,1 %.						

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

– Приказ Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 г. № 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 31.12.2020 г. № 2315 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах»;

– Приказ Росстандарта от 04.07.2022 г. № 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»;

– ГОСТ OIML R 76-1-2011 «ГСИ. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

3 Перечень операций поверки

3.1 Для поверки 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 средства измерений	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям			11
Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли элементов	да	да	11.1
Проверка предела обнаружения	да	да	11.2

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

3.3 На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проводить периодическую поверку для меньшего числа измеряемых элементов (для модификаций анализаторов CS100, CS100TF) и (или) для меньшего числа каналов для каждого измеряемого элемента (поверка в сокращенном объеме), и (или) только одного типа печи (импульсной или резистивной для модификаций анализаторов S100TF, C100TF, CS100TF) с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки. Данная информация приводится в свидетельстве о поверке (в случае его оформления) и в сведениях, направляемых в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от + 18 до + 25
- 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 Руководством по эксплуатации (далее – РЭ) на анализатор.

5.2 Для получения экспериментальных данных с анализатора допускается участие сервис-инженера или оператора, обслуживающего средство измерений.

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 и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	– Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от плюс 15 °С до плюс 30 °С с абсолютной погрешностью не более ± 1 °С; – Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 10 % до 80 %, с абсолютной погрешностью не более ± 3 %	Термогигрометры электронные «CENTER» моделей 310, 311, 313, 314, 315, 316 (рег. № 22129-09)
п.11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Стандартные образцы с аттестованным значением массовой доли углерода:	
	от 0,005 % до 0,05 %, границы относительной погрешности аттестованного значения при $P = 0,95$ не более ± 25 %	ГСО 11701-2021 ГСО 1181-91П ГСО 888-93П
	св. 0,2 %, границы относительной погрешности аттестованного значения при $P = 0,95$ не более ± 15 %	ГСО 11699-2021 ГСО 3245-91П ГСО 11337-2019
	Стандартные образцы с аттестованным значением массовой доли серы:	
	от 0,002 % до 0,05 %, границы относительной погрешности аттестованного значения при $P = 0,95$ не более ± 25 %	ГСО 11699-2021 ГСО 11701-2021, ГСО 1181-91П ГСО 888-93П
	св. 0,1 %, границы относительной погрешности аттестованного значения при $P = 0,95$ не более ± 15 %	ГСО 11337-2019
	Весы неавтоматического действия I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1, наибольший предел взвешивания не менее 50 г	Весы лабораторные электронные BP221S (рег. № 17935-98)

Примечание – Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, стандартные образцы утвержденного типа с действующими паспортами, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.

6.2 При выборе средств поверки рекомендуется отдавать приоритет стандартным образцам утвержденных типов с установленной прослеживаемостью к государственным первичным эталонам единиц величин того же рода.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 г. № 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 устанавливают:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в описании типа;
- наличие 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 прекращается, анализатор бракуется.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.2 Подготавливают анализатор в соответствии с РЭ.

9.3 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготавливают в соответствии с инструкцией по применению.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) анализатора: в строке команд основного окна ПО выбирают пункт «Помощь»; в открывшемся меню выбрать пункт «О программе» – откроется окно «Справка», содержащее идентификационное наименование ПО и номер версии ПО. Идентификационное наименование и номер версии ПО анализатора должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	CS
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	1.X.X.X*
Цифровой идентификатор ПО	-
* «X» не относится к метрологически значимой части ПО и могут принимать цифровые значения от 0 до 9	

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

11.1 Определение относительного среднего квадратичного отклонения результатов измерений массовой доли элемента

11.1.1 Для определения относительного среднего квадратичного отклонения (далее – ОСКО) результатов измерений массовой доли элемента используют стандартные образцы по п. 6.1 настоящей методики поверки.

11.1.2 На весы по п. 6.1 настоящей методики поверки помещают керамический тигель при работе с импульсной печью или керамическую лодочку при работе с резистивной печью

из комплекта поставки анализатора, обнуляют показания весов. В тигель (лодочку) вносят навеску стандартного образца по п. 6.1 настоящей методики массой не менее 0,5 г при проверке каналов «низкий углерод» и «низкая сера» и не менее 0,01 г при проверке каналов «высокий углерод» и «высокая сера», фиксируют показания весов. В тигель (лодочку) вносят ускоряющую добавку (вольфрам) массой (0,9-1,1) г. Тигель (лодочку) с навеской стандартного образца и ускоряющей добавкой помещают в импульсную (резистивную) печь, при помощи ПО анализатора запускают проведение анализа. По завершении анализа фиксируют значение массовой доли и значение выходного сигнала для каждого определяемого элемента, заданного канала и типа печи в протоколе свободной формы.

11.1.3 Процедуры по п. 11.1.2 проводят не менее пяти раз для каждого определяемого элемента, заданного канала и типа печи.

11.1.4 Рассчитывают ОСКО результатов измерений массовой доли каждого определяемого элемента на заданном канале и типе печи анализатора S_{ri} , %, в стандартном образце по формуле

$$S_{ri} = \frac{S_i}{\bar{\omega}_i} \cdot 100, \quad (1)$$

где S_i – среднее квадратическое отклонение массовой доли i -го элемента в стандартном образце на заданном канале и типе печи анализатора, %, которое вычисляется по формуле

$$S_i = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (\omega_{ij} - \bar{\omega}_i)^2}{n-1}}, \quad (2)$$

где n – количество измерений массовой доли i -го элемента в стандартном образце на заданном канале и типе печи анализатора;

ω_{ij} – j -ый результат измерений массовой доли i -го элемента на заданном канале анализатора и типе печи в стандартном образце, %;

$\bar{\omega}_i$ – среднее арифметическое значение результатов измерений массовой доли i -го элемента на заданном канале и типе печи анализатора в стандартном образце, %:

$$\bar{\omega}_i = \frac{\sum_{j=1}^n \omega_{ij}}{n}. \quad (3)$$

11.1.5 Полученные значения ОСКО результатов измерений массовой доли элементов на заданном канале и типе печи анализатора не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

11.2 Проверка предела обнаружения

11.2.1 Для проверки предела обнаружения проводят измерения выходного сигнала в отсутствии пробы (фоновый сигнал). В импульсную (резистивную) печь помещают керамический тигель (лодочку) с ускоряющей добавкой (вольфрам) массой (0,9-1,1) г. Запускают анализ, по завершении которого фиксируют значение выходного сигнала для каждого определяемого элемента, заданного канала и типа печи в протоколе свободной формы.

11.2.2 Процедуры по п. 11.2.1 проводят не менее пяти раз для каждого определяемого элемента, заданного канала и типа печи.

11.2.3 Для каждого определяемого элемента на заданном канале и типе анализатора рассчитывают среднее квадратичное отклонение значений выходного фонового сигнала при анализе пустого тигля $S_{\phi i}$, (мВ·с), по формуле

$$S_{\phi i} = \sqrt{\frac{\sum_{l=1}^t (Y_{\phi il} - \bar{Y}_{\phi i})^2}{t-1}}, \quad (4)$$

где t – количество измерений выходного фонового сигнала i -го элемента на заданном канале и типе печи анализатора;

$Y_{\phi il}$ – l -ый результат измерений выходного фонового сигнала i -го элемента на заданном канале и типе печи анализатора, мВ·с;

$\bar{Y}_{\phi i}$ – среднее арифметическое значение выходного фонового сигнала i -го элемента на заданном канале и типе печи анализатора, (мВ·с):

$$\bar{Y}_{\phi i} = \frac{\sum_{l=1}^t Y_{\phi il}}{t}. \quad (5)$$

11.2.4 С учетом данных, полученных в пп. 11.1.2-11.1.3 настоящей методики поверки, рассчитывают предел обнаружения для каждого определяемого элемента на заданном канале и типе печи анализатора C_{imin} , %, по формуле

$$C_{imin} = \frac{3 \cdot S_{\phi i} \cdot A_i}{\bar{Y}_i} \cdot \frac{\bar{m}_i}{m_{\phi}}, \quad (6)$$

где

$$\bar{Y}_i = \frac{\sum_{l=1}^n Y_{ij}}{n}, \quad (7)$$

$$\bar{m}_i = \frac{\sum_{j=1}^n m_{ij}}{n}, \quad (8)$$

Y_{ij} – j -ое значение выходного сигнала при измерении i -го элемента стандартного образца на заданном канале и типе печи анализатора, полученное по пп. 11.1.2-11.1.3 настоящей методики поверки, (мВ·с);

m_{ij} – j -ая масса навески стандартного образца, взятая по пп. 11.1.2-11.1.3 настоящей методики поверки для измерения i -го элемента на заданном канале и типе печи анализатора, г;

A_i – аттестованное значение массовой доли i -го элемента в стандартном образце, %;

m_{ϕ} – масса пробы, задаваемая в анализаторе при измерении фонового сигнала, $m_{\phi} = 1$ г.

11.2.5 Полученные значения предела обнаружения элементов на заданных каналах и типе печи анализатора не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

12.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению.

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

12.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению.

12.5 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений, или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещение о

непригодности к применению средства измерений.

12.6 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки.

Ведущий инженер лаб. 251 УНИИМ - филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Засухин А.С.