

**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. Анализатор газообразующих элементов в
неорганических материалах CS3500.**

Методика поверки»

МП 79-251-2024

Екатеринбург

2025

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. 251, Вострокнутова Е.В.
- 3 СОГЛАСОВАНА** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в 2025 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения	4
2 Нормативные ссылки	5
3 Перечень операций поверки.....	5
4 Требования к условиям проведения поверки	6
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку.....	6
6 Метрологические и технические требования к средствам поверки.....	6
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.....	9
12 Оформление результатов поверки.....	10

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализатор газообразующих элементов в неорганических материалах CS3500 (далее – анализатор) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка анализатора должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость анализатора обеспечивается 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» путем применения стандартных образцов утвержденных типов в соответствии с поверочной схемой, утвержденной 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)

- 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 в соответствии с приказом Росстандарта 31.12.2020 г. № 2315 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах»

1.3 В настоящей методике реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализатора, используемого в качестве рабочего средства измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала элемента, %:	
- канал «высокий углерод» ¹⁾	6
- канал «высокая сера» ¹⁾	6
- канал «низкий углерод» ²⁾	6
- канал «низкая сера» ²⁾	6
Чувствительность, В·с/мг, не менее	
- канал «высокий углерод» ¹⁾	2
- канал «высокая сера» ¹⁾	1,4
- канал «низкий углерод» ²⁾	150
- канал «низкая сера» ²⁾	45
Предел обнаружения, мкг, не более	
- канал «низкий углерод» ³⁾	1,6
- канал «низкая сера» ³⁾	4,4
¹⁾ значение нормировано для стандартных образцов с массовой долей элемента свыше 0,5 %; ²⁾ значение нормировано для стандартных образцов с массовой долей элемента от 0,010 % до 0,5 %; ³⁾ значение нормировано для стандартных образцов с массовой долей элемента от 0,0025 % до 0,5 %.	

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 Росстандарта от 19.02.2021 № 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 Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке 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	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	да	да	11
Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	да	да	11.1
Определение чувствительности	да	да	11.2
Определение предела обнаружения	да	да	11.3

3.2 На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проводить периодическую поверку для меньшего числа анализируемых элементов (поверка в сокращенном объеме) 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.

3.3 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, поверка прекращается, анализатор бракуется и выполняются операции по п. 12 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, %, 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 пользователя (далее – РУ) на анализатор.

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 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 и относительной влажности с диапазонами измерений температуры от + 15 °С до + 25 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,7$ °С, диапазон измерений относительной влажности от 0 % до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности $\pm 3,0$ %	Термогигрометр электронный «CENTER» 313, рег. № 22129-09
Раздел 11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала Раздел 11.2 Определение чувствительности	Стандартные образцы для каналов «высокий углерод» и «высокая сера»	ГСО 11337-2019
	с аттестованными значениями массовых долей углерода и серы свыше 0,5 %, границы абсолютной погрешности при $P=0,95 \pm 0,3$ %	
	Стандартные образцы для каналов «низкий углерод» и «низкая сера»	ГСО 250-91П ГСО 11700-2021
	с аттестованными значениями массовых долей углерода и серы от 0,01 % до 0,5 % включ., границы абсолютной погрешности при $P=0,95 \pm 0,005$ %	
	Средство измерений массы в диапазоне измерений от 0 до 220 г, границы абсолютной погрешности измерений массы до 50 г $\pm 0,2$ мг, св. 50 до 220 г – $\pm 0,3$ мг	весы лабораторные электронные BP221S, рег. №17935-98
Раздел 11.3 Определение предела обнаружения	Стандартные образцы	ГСО 250-91П ГСО 11700-2021 ГСО 10114-2012
	с аттестованными значениями массовых долей углерода и серы от 0,0025 % до 0,5 % включ., границы абсолютной погрешности при $P=0,95 \pm 0,005$ %	
	Средство измерений массы в диапазоне измерений от 0 до 220 г, границы абсолютной погрешности измерений массы до 50 г $\pm 0,2$ мг, св. 50 до 220 г – $\pm 0,3$ мг	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 пер-

вичным эталонам единиц величин того же рода.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 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 анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в описании типа;
- 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, поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Подготавливают анализатор в соответствии с РП.

9.2 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра, приведенного в таблице 3 настоящей методики поверки.

9.3 При включении анализатора осуществляется автоматическое тестирование электроники и аппаратных средств анализатора.

9.4 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготавливают в соответствии с инструкцией по применению, средства измерений, используемые при поверке, - согласно их эксплуатационной документации.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) анализатора. Идентификацию наименования и номера версии ПО проводят следующим образом: на главном экране программы нажимают вкладку «Помощь» → «Справка». В открывшемся окне отображается наименование и версия ПО, проверяют номер версии и наименование ПО.

Идентификационное наименование и номер версии ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 - Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Carbon & Sulphur Application Software
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.x.x.x*
Цифровой идентификатор ПО	-
* «х» относится к метрологически незначимой части ПО и принимает значения от 0 до 99	

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

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения (далее – относительное СКО) выходного сигнала

11.1.1 Для определения относительного СКО выходного сигнала используют один стандартный образец (далее – СО) для каждого канала в соответствии с п.6. Перед началом измерений в ПО анализатора включают измерительные каналы в соответствии с РП и выбранным СО.

11.1.2 При проведении измерений на каналах «низкий углерод» и «низкая сера» навеска СО должна быть массой не менее 0,4 г, при проведении измерений на каналах «высокий углерод» и «высокая сера» – не менее 0,09 г. Навеску помещают в керамический тигель. Далее к навеске СО добавляют (1,2-1,5) г ускоряющей добавки (вольфрам). Тигель с навеской СО и ускоряющей добавкой помещают в индукционную печь и при помощи ПО запускают проведение анализа. Процедуру (подготовку навески, добавление ускоряющей добавки, проведение анализа) повторяют не менее 5 раз.

11.1.3 Рассчитывают относительное СКО выходного сигнала (S_{rik} , %) i -го элемента в k -ом СО по формуле

$$S_{rik} = \frac{S_{ik}}{\bar{I}_{ik}} \cdot 100, \quad (1)$$

где S_{ik} - СКО результатов измерений выходного сигнала i -го элемента в k -ом СО, В·с/г, рассчитанное по формуле

$$S_{ik} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (I_{jik}/m_{jik} - \bar{I}_{ik})^2}{n - 1}}, \quad (2)$$

I_{jik} - j -ый результат измерений выходного сигнала i -го элемента в k -ом СО, В·с;

m_{jik} - j -ая масса навески, взятой для определения выходного сигнала i -го элемента в k -ом СО, г;

$\bar{I}_{ik}$ - среднее арифметическое значение приведенных к массе навески СО результатов измерений выходного сигнала i -го элемента в k -ом СО, В·с/г, рассчитанное по формуле

$$\bar{I}_{ik} = \frac{\sum_{j=1}^n I_{jik}/m_{jik}}{n}, \quad (3)$$

n - количество измерений выходного сигнала i -го элемента в k -ом СО.

Полученные значения относительного СКО выходного сигнала должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

11.2 Определение чувствительности

11.2.1 Для определения чувствительности анализатора к i -му элементу для каждого канала используют результаты выходных сигналов элементов, полученных по п. 11.1.2.

11.2.2 Рассчитывают чувствительность (N_{jik} , В·с/мг) j -го значения выходного сигнала

i -го элемента для k -го СО по формуле

$$N_{jik} = \frac{I_{jik}}{A_{ik} \cdot m_{jik} \cdot 10}, \quad (4)$$

где A_{ik} - аттестованное значение массовой доли i -го элемента для k -го СО, %;

10 – коэффициент пересчета массовой доли элемента из «%» в единицы массы и массы стандартного образца из г в мг.

Рассчитывают среднее арифметическое значение чувствительности ($\bar{N}_{ik}$, В·с/мг) к i -му элементу для k -го СО по формуле

$$\bar{N}_{ik} = \frac{\sum_{j=1}^n N_{jik}}{n}, \quad (5)$$

где n - количество измерений выходного сигнала i -го элемента в k -ом СО.

Полученные значения чувствительности должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

11.3 Определение предела обнаружения

11.3.1 Для определения предела обнаружения i -го элемента в пустой тигель помещают (1,2-1,5) г ускоряющей добавки (вольфрам) и проводят измерения выходного фонового сигнала i -го элемента на каналах «низкий углерод» и «низкая сера». Процедуру проводят не менее пяти раз.

11.3.2 Рассчитывают СКО полученных значений выходного фонового сигнала i -го элемента ($S_{\phi i}$, В·с) по формуле

$$S_{\phi i} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (I_{\phi ji} - \bar{I}_{\phi i})^2}{n-1}}, \quad (6)$$

где $I_{\phi ji}$ – j -ый результат измерений выходного фонового сигнала i -го элемента, В·с;

$\bar{I}_{\phi i}$ – среднее арифметическое значение выходного фонового сигнала i -го элемента, В·с, рассчитанное по формуле

$$\bar{I}_{\phi i} = \frac{\sum_{j=1}^n I_{\phi ji}}{n}. \quad (7)$$

где n – количество измерений выходного фонового сигнала i -го элемента.

11.3.3 Далее рассчитывают предел обнаружения i -го элемента (C_{imin} , мкг) по формуле

$$C_{imin} = \frac{3 \cdot S_{\phi i} \cdot 1000}{\bar{N}_{ik}}. \quad (8)$$

где 1000 – коэффициент пересчета предела обнаружения из мг в мкг.

Полученные значения предела обнаружения должны удовлетворять требованиям таблицы 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 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению.

12.4 Нанесение знака поверки на анализатор не предусмотрено. Пломбирование анализатора не предусмотрено.

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.

Разработчик:

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



Е.В. Вострокнутова