

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



А.Н.Пронин

М.п. «18» 08 2025 г.

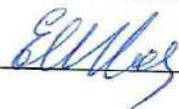
Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы серы и углерода инфракрасные 5E-CS3800

Методика поверки

МП 2414-0079-2025

Руководитель лаборатории эталонов и
научных исследований в области
калориметрии сжигания и
высокочистых органических веществ
метрологического назначения (НИЛ 2414)

 Е.Н. Корчагина

Инженер I категории лаборатории
эталонов и научных исследований
в области калориметрии сжигания и
высокочистых органических веществ
метрологического назначения (НИЛ 2414)

 А.А. Заречнова

Санкт-Петербург
2025 г

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы серы и углерода инфракрасные 5E-CS3800 (далее – анализаторы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость 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».

Передача единицы осуществляется методом прямых измерений при проведении измерений массовой доли компонентов – аттестованных значений стандартных образцов утвержденного типа.

1.3 В результате поверки должны быть подтверждены метрологические характеристики анализаторов, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой доли элементов, % — углерод — сера	от 0,5 до 100 от 0,01 до 35
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли серы, %, в диапазонах измерений — от 0,01 до 2,00 включ. — св. 2,00 до 35	± 10 ± 6
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли углерода, %, в диапазонах измерений — от 0,5 до 35,0 включ. — св. 35,0 до 100,0	± 8 ± 5
Относительное среднее квадратическое отклонение случайной составляющей погрешности измерений массовой доли серы, %, не более, в диапазонах измерений — от 0,01 до 2,00 включ. — св. 2,00 до 35,00	5 3
Относительное среднее квадратическое отклонение случайной составляющей погрешности измерений массовой доли углерода, %, не более, в диапазонах измерений — от 0,5 до 35,0 включ. — св. 35,0 до 100,0	5 3

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Перечень операций поверки

Наименование операции	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1. Внешний осмотр средства измерений	Да	Да	7
2. Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	8.1
3. Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	8.2
4. Проверка программного обеспечения средства измерений	Да	Да	9
5. Определение метрологических характеристик	Да	Да	10
5.1 Определение относительной погрешности измерений массовой доли углерода и серы	Да	Да	10.2
5.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения	Да	Да*	
6. Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	11
* При периодической поверке анализаторов, которые применяются в соответствии с аттестованными методиками измерений, разработанными для конкретных объектов, определение относительного среднего квадратического отклонения не выполняют			

2.2 Поверку прекращают, если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат.

2.3 Первичная поверка средств измерений проводится в полном объеме, предусмотренном настоящей методикой поверки, для всех применимых измеряемых величин и во всем диапазоне измерений.

2.4 Допускается проведение периодической поверки в сокращенном объеме для отдельных измерительных каналов и (или) на меньшем числе поддиапазонов измерений с обязательной передачей информации об объеме проведенной поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. Поверка в сокращенном объеме проводится на основании письменного заявления владельца средства измерений или лица, представившего средство измерений на поверку, оформленного в произвольной форме.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия

- температура окружающего воздуха, °C от +18 до +25
- относительная влажность окружающего воздуха, %, не более 80

3.2 При проведении поверки должны отсутствовать вибрация, удары и оборудование, интенсивно излучающее тепло, создающее мощные потоки воздуха и сильное электромагнитное излучение.

3.3 Не допускается попадание на корпус анализатора прямых лучей солнечного света.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 Лица, выполняющие работы по настоящей методике поверки, должны соответствовать квалификационным требованиям, указанным в квалификационных справочниках или профессиональных стандартах для выполняемого вида профессиональной деятельности, должны пройти повышение квалификации в области поверки средств физико-химических измерений.

4.2 К выполнению измерений и обработке результатов допускаются лица, ознакомившиеся с эксплуатационной документацией поверяемого анализатора, применяемых СИ и используемого оборудования и требованиями настоящей методики.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки должны быть применены средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки и их технические и/или метрологические характеристики

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения проверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 8.1 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Средство измерений температуры и относительной влажности воздуха: Диапазон измерений температуры от +10 °С до +30 °С; пределы допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,5$ °С. Относительная влажность окружающего воздуха не более 80 %; пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 4 %.	Термогигрометр автономный ИВА-6Н-Д (рег.№ 82393-21)
п. 10 Определение метрологических характеристик	Стандартные образцы состава угля и кокса с аттестованным значением массовой доли углерода от 0,5 % абс. до 25,0 % абс. и от 40,0 % абс. до 95,0 % абс., границами допускаемой погрешности аттестованного значения не более 1,5 % отн.	ГСО 10877–2017 СО состава угля и кокса
	Стандартные образцы состава угля и кокса с аттестованным значением массовой доли серы от 0,06 % абс. до 2,0 % абс. и границами допускаемой погрешности аттестованного значения не более 1,5 % отн.	
	Стандартные образцы состава органических веществ с аттестованным значением массовой доли углерода от 25 % абс. до 40,0 % абс. и границами допускаемой погрешности аттестованного значения не более 1,5 % отн.	ГСО 11337–2019 СО состава цистина
	Стандартные образцы состава органических веществ с аттестованным значением массовой доли серы от 20,0 % абс. до 30,0 % абс. и границами допускаемой погрешности аттестованного значения не более 4,0 % отн.	

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения проверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Стандартные образцы состава органических веществ с аттестованным значением массовой доли углерода от 40,0 % абс. до 50,0 % абс. и границами допускаемой погрешности аттестованного значения не более 0,32 % отн.	ГСО 9113-2008 СО состава этилен-диаминтетрауксусной кислоты
	Стандартные образцы состава угля и кокса с аттестованным значением массовой доли серы от 2,0 % абс. до 35,0 % абс. и границами допускаемой погрешности аттестованного значения не более 4,0 % отн.	ГСО 11645-2020 СО руды сульфидной медной Гайского ГОК (ИСО Р35-1)
	Стандартные образцы состава органических веществ с аттестованным значением массовой доли серы от 0,01 % абс. до 0,6 % абс. и границами допускаемой погрешности аттестованного значения не более 4,0 % отн.	ГСО 10723-2015 СО состава угля тощего (УТ-ВНИИМ)
	Материал-разбавитель для приготовления контрольных смесей: кварцевый песок с аттестованным значением массовой доли оксида кремния от 95% или обогащенный кварцевый песок по ГОСТ 22551-2019 марки не ниже ОВС	ГСО 9090-2008 СО состава песка кварцевого (28-11-92)
	Весы лабораторные I класса точности по ГОСТ OIML R 76-1, с поверочным делением не более 1 мг и пределами допускаемой погрешности весов не более ± 1e	Весы лабораторные электронные CUBIS мод. MSA524S-1CE-DI (рег.№ 49613-12)
	Микрошпатель лабораторный металлический	
	Редуктор кислородный БКО-50-2 с манометрами по ГОСТ 2405-88	
	Кислород газообразный технический или медицинский по ГОСТ 5583-78	
Примечание - Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, стандартные образцы и средства измерений утвержденного типа, удовлетворяющие метрологическим требованиям		

5.2 Средства измерений, применяемые при проведении поверки анализатора, должны быть поверены в установленном порядке, результаты поверки должны быть внесены в ФИФ ОЕИ.

5.3 Стандартные образцы, применяемые при проведении поверки анализатора, должны иметь действующие паспорта СО и сроки годности.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При подготовке и проведении работ по поверке анализатора в соответствии с требованиями настоящей методики необходимо соблюдать требования безопасности и производственной санитарии, установленные требованиями ГОСТ 12.1.007 и приведенные в эксплуатационной документации на применяемые СИ и оборудование, и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

6.2 Запрещается работать с оборудованием при отсутствии защитного заземления, если оно предусмотрено его конструкцией. Заземление должно быть выполнено в соответствии с Правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей электрической энергии (утв. Приказом Минэнерго России от 12.08.2022 № 811).

6.3 Кислородный редуктор с манометрами должен иметь паспорт предприятия-изготовителя с отметкой годности в свидетельстве о приемке.

6.4 Запрещается наклоняться над анализатором в момент сжигания образца.

6.5 Помещение должно быть снабжено системой приточной и/или вытяжной вентиляции, выполненной в виде вытяжки (тяги, свечи, вытяжного шкафа).

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие поверяемого анализатора следующим требованиям:

- соответствие комплектности и маркировки требованиям ЭД на анализатор;
- соответствие внешнего вида средства измерений описанию и изображению, приведенному в описании типа;
- целостность замков;
- отсутствие внешних повреждений, способных повлиять на работоспособность анализатора;
- исправность органов управления, настройки, коррекции, отображения данных.

7.2 Этап внешнего осмотра считается пройденным, если анализатор соответствует п. 7.1.

8 Подготовка к поверке и опробование

8.1 Подготовка к поверке

8.1.1 Контроль условий поверки провести с использованием средств измерений, указанных в таблице 3, в соответствии с п. 3.1 настоящей методики поверки и требованиями их эксплуатационной документации.

8.1.2 Провести подготовительные работы в соответствии с главой 8 РЭ.

8.1.3 Перед проведением измерений массовой доли углерода и серы тигли (лодочки) должны быть подготовлены в соответствии с рекомендациями производителя. Для контроля правильности подготовки и исключения влияния остатков летучих веществ, способных исказить результаты измерений, проводят холостой опыт (анализ пустого тигля без навески).

8.1.4 Перед проведением поверки анализатора необходимо проверить дату последней калибровки (градуировки) анализатора. Калибровка должна быть выполнена в соответствии с требованиями руководства по эксплуатации и/или аттестованных методик (методов) измерений. По возможности для выполнения измерений при поверке рекомендуется использовать калибровку, выполненную с применением веществ, близких по составу к используемым ГСО. При этом калибровка должна быть проведена не ранее чем за один межповерочный интервал, предшествующий поверке.

8.2 Опробование.

8.2.1 Анализатор проверяют на месте его постоянной эксплуатации.

8.2.2 Перед проведением поверки выдержать анализатор во включенном состоянии до готовности к проведению измерений в течение времени, предусмотренного в разделе 8 РЭ.

8.2.3 При опробовании проверить соответствие функционирования основных узлов анализатора, элементов управления и программного обеспечения согласно разделу 8 РЭ.

8.2.4 Провести процедуру анализа холостой пробы согласно разделу 8 РЭ, после чего запустить пробную процедуру анализа одного из ГСО или рабочей пробы, чтобы прогреть весь контур и убедиться в стабильности системы.

8.2.5 Анализатор считается пригодным к проведению поверки в случае успешного выполнения всех операций опробования.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Этап поверки заключается в подтверждении соответствия идентификационных данных метрологически значимой части программного обеспечения (далее – ПО) анализатора данным, указанным в его описании типа. Процедура идентификации ПО описана в п. 6.4 РЭ.

9.2 Этап поверки считается выполненным, если идентификационные данные (признаки) метрологически значимой части ПО соответствуют данным, указанным в описании типа поверяемого анализатора.

9.3 В случае несоответствия идентификационных данных (признаков) метрологически значимой части ПО данным, указанным в описании типа, поверку прекращают.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Подготовка навесок стандартных образцов, необходимых для определения метрологических характеристик анализатора.

Для определения метрологических характеристик анализатора используются стандартные образцы утвержденных типов (ГСО) в соответствии с таблицей 3.

10.1.1 Для поверки выбирают ГСО из таблицы 3, аттестованные значения которых позволяют провести измерения в двух точках: в начале и конце диапазона измерений (или поддиапазона измерений для проведения периодической поверки в сокращенном объеме).

10.1.2 Если ГСО с соответствующим аттестованным значением отсутствуют, применяют метод разбавления и готовят контрольную смесь в соответствии с Приложением А.

10.1.3 При поверке с использованием ГСО угля подготовку проб и обработку результатов измерений выполняют в соответствии с инструкцией по применению СО и/или ГОСТ 32979-2014.

10.2 Проведение измерений при определении относительной погрешности анализатора и относительного среднего квадратического отклонения (СКО) случайной составляющей погрешности

В соответствии с разделом 8 РЭ проводят по 6 измерений. массой 0,3 г с ГСО с известным аттестованным значением или смеси, приготовленной в соответствии с Приложением А.

Обработка результатов измерений проводится с использованием ПО анализатора, которое автоматически рассчитывает массовую долю элемента в образце.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Определение относительной погрешности измерений массовой доли углерода и серы

Для определения относительной погрешности измерений проводят расчет по формуле (1):

$$\delta = \frac{\bar{X}_i - X_{i\text{эт}}}{X_{i\text{эт}}} \cdot 100, \quad (1)$$

где $X_{i\text{эт}}$ – аттестованное/расчетное значение массовой доли i -го элемента в навеске ГСО, %;

$\bar{X}_i$ – среднее арифметическое значение массовой доли i -го элемента, %, рассчитанное по формуле:

$$\bar{X}_i = \frac{\sum_{l=1}^N X_l}{N}, \quad (2)$$

где N – количество измерений.

11.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности

Относительное СКО случайной составляющей погрешности, полученное в серии из шести измерений ($N=6$) массовой доли i -го элемента (S_o), рассчитывают по формуле (3):

$$S_o = \frac{S}{\bar{X}} \cdot 100, \quad (3)$$

где S - СКО случайной составляющей погрешности анализатора:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (X_i - \bar{X})^2}{N-1}} \quad (4)$$

11.3 Проверку диапазонов измерений массовой доли элементов провести одновременно с определением погрешности по 11.1 и 11.2 (только во время проведения первичной поверки).

11.4 Анализатор признают соответствующим метрологическим требованиям, если для каждого диапазона измерений относительная погрешность анализатора, полученная по п. 11.1, и относительное среднее квадратическое отклонение (СКО) случайной составляющей погрешности, полученное по п. 11.2, не превышают значений, установленных в таблице 1.

11.5 При невыполнении хотя бы одного из условий, указанных в п. 11.4, анализатор признают непригодным к применению и выполняют действия в соответствии с п.12.3.

12 Оформление результатов поверки

12.1 По результатам проведения поверки анализатора оформляют протокол поверки, рекомендуемая форма которого приведена в Приложении Б.

12.2 Анализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению с учетом объема проведенной поверки, вносят результаты в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца выдают свидетельство о поверке установленной формы.

12.3 При отрицательных результатах поверки вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца выдают извещение о непригодности установленной формы, с указанием причин непригодности.

12.4 Нанесение знака поверки на средство измерений не предусмотрено.

Процедура приготовления контрольных смесей на основе ГСО

А.1 Приготовление контрольной смеси с известным значением массовой доли углерода и массовой доли серы проводится путем последовательного отбора навесок ГСО и материала-разбавителя (кварцевого песка) в предварительно подготовленный и взвешенный тигель с помощью лабораторных весов I класса точности. Полученную контрольную смесь перемешивают с помощью микрошпателя, избегая потерь.

А.2 Масса навески ГСО должна составлять не менее 0,1 г, а полученная масса контрольной смеси должна находиться в пределах от 0,3 г до 7 г.

А.3 Значение массовой доли элемента контрольной смеси после разбавления (W') вычисляют по формуле:

$$W' = W \frac{m_{\text{ГСО}}}{m_{\text{смеси}}},$$

где W – аттестованное значение массовой доли углерода в ГСО;

$m_{\text{ГСО}}$ – масса навески ГСО;

$m_{\text{смеси}}$ – суммарная масса контрольной смеси после внесения материала-разбавителя.

Таблица А.1 – Расчет массовой доли углерода в контрольной смеси

ГСО	Аттестованное значение массовой доли углерода в ГСО, % абс.	Масса навески ГСО, г	Масса контрольной смеси, г	Массовая доля углерода в контрольной смеси, % абс.
ГСО 10877	76,8	0,15	0,40	28,8
		0,10	4,00	1,9
ГСО 11337	29,8	0,20	6,50	0,9

Таблица А.2 – Расчет массовой доли серы в контрольной смеси

ГСО	Аттестованное значение массовой доли серы в ГСО, % абс.	Масса навески ГСО, г	Масса контрольной смеси, г	Массовая доля серы в контрольной смеси, % абс.
ГСО 11645	31,5	0,2	0,45	15,75
			0,90	7,88

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № XXXX от XX. XX. 20 XX г.

Наименование средства измерений, тип	
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений	
Заводской номер	
Год выпуска (при необходимости)	
Заказчик (наименование и юридический адрес) (при необходимости)	
Адрес места выполнения поверки (если поверка выполняется на территории Заказчика)	

Методика поверки МПИ 2414-0079-2025

Средства поверки:

Наименование и регистрационные номера эталона, СИ, СО в ФИФ ОЕИ	Метрологические характеристики

Условия поверки:

Параметры	Требования НД	Измеренные значения
Температура окружающего воздуха, °С	от + 18 до + 25	
Относительная влажность воздуха, %	не более 80	
Атмосферное давление, мм рт. ст.	—	

Результаты поверки:

- Внешний осмотр: _____
- Опробование: _____
- Подтверждение соответствия ПО: _____

4. Результат измерений:

№ п/п	Масса образца, г	Результат измерения*, %	Среднее арифметическое значение, $\bar{X}_i$
1			
...			
6			
* в пересчете на сухое состояние с массовой долей влаги, равной, рассчитанной в соответствии с			

5. Подтверждение соответствия:

№ п/п	Наименование	Посчитанное значение	Требование МП	Выполняется/не выполняется
1	Среднее арифметическое значение, $\bar{X}_t$, %			
2	Относительная погрешность, δ , %			
3	Относительное СКО случайной составляющей погрешности, S_o , %			

Заключение: СИ соответствует (не соответствует) предъявляемым требованиям и признано годным (непригодным) к применению.

Поверку произвел: _____
(ФИО) (подпись) (дата)