

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии  
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»  
УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»**

**СОГЛАСОВАНО**

**Директор УНИИМ – филиала**

**ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**



**Е.П. Собина**

**2025 г.**

**«ГСИ. Экспресс-анализаторы серы и углерода  
с индукционным нагревом АУС-9144.**

**Методика поверки»**

**МП 73-241-2025**

**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** и.о. зав. лабораторией 241 Гольнец О.С.

**3 СОГЛАСОВАНА** директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в ноябре 2025 г.

## СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения .....	4
2	Нормативные ссылки .....	5
3	Перечень операций поверки .....	6
4	Требования к условиям проведения поверки .....	6
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку .....	6
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 .....	9
12	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям.....	11
13	Оформление результатов поверки.....	13

## 1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на Экспресс-анализаторы серы и углерода с индукционным нагревом АУС-9144 (далее – анализаторы) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка анализаторов должна осуществляться в соответствии с требованиями настоящей методики поверки.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализаторов 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 согласно государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.02.2021 года № 148 с внесением изменений в приложение А к государственной поверочной схеме, утвержденных приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17.05.2021 года № 761.

Настоящей методикой поверки предусмотрена поверка методом прямых измерений.

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 таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала <sup>1)</sup> , %	
- углерода <sup>2)</sup>	1
- серы <sup>3)</sup>	2
Чувствительность для углерода <sup>2)</sup> , у.е/г, не менее, для длины кюветы:	
- 5 мм	12000
- 10 мм	24000
- 20 мм	48000
- 100 мм	300000

Наименование характеристики	Значение
Чувствительность для серы <sup>3)</sup> , у.е/г, не менее, для длины кюветы: - 10 мм - 20 мм - 100 мм - 300 мм	4000 8000 40000 150000
Предел обнаружения для углерода, мг, для длины кюветы: - 5 мм - 10 мм - 20 мм - 100 мм	0,03 0,01 0,005 0,001
Предел обнаружения для серы, мг, для длины кюветы: - 10 мм - 20 мм - 100 мм - 300 мм	0,05 0,02 0,005 0,001
<sup>1)</sup> Выходным сигналом в анализаторе является массовая доля элементов. <sup>2)</sup> При массовой доле углерода более 0,1 %. <sup>3)</sup> При массовой доле серы более 0,02 %.	

## 2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений»

Приказ Минтруда России от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии 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 Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии 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 Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148»

### 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 при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик:			
- определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала;	да	да	11.1
- определение чувствительности;	да	да	11.2
- определение предела обнаружения.	да	да	11.3
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.

3.3 Первичная поверка проводится в соответствии с комплектацией анализатора кюветами, указанными в паспорте. На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки на меньшем количестве кювет (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, °С от +15 до +25;
- относительная влажность воздуха, % от 20 до 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 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п.4. Допускаемая абсолютная погрешность измерений температуры $\pm 2$ °С, относительной влажности $\pm 5,0$ %.	Гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Стандартные образцы в виде стехиометрических соединений, содержащих углерод и/или серу, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли основного компонента (соединения) от 99,900 до 100,000 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности $\pm 0,030$ % при $P=0,95$ .	Стандартный образец массовой доли карбоната натрия в карбонате натрия высокой чистоты (Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> СО УНИИМ) ГСО 10450-2014
		Стандартный образец состава сульфаминовой кислоты (NH <sub>2</sub> SO <sub>3</sub> H СО УНИИМ) ГСО 10498 2014
	Матричные стандартные образцы, содержащие углерод и/или серу, допускаемые аттестованные значения массовой доли углерода не менее 0,1 % и/или массовой доли серы не менее 0,02 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности от $\pm 0,0005$ до $\pm 0,05$ % при $P=0,95$ .	Стандартный образец стали углеродистой типа АС14 (У2) ГСО 1424-89П
		Стандартный образец состава чугуна передельного типа ПЛ1 (Ч11) ГСО 5787-91
Весы неавтоматического действия, I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011.	Весы неавтоматического действия МСА225S-2ORU-I, рег.№ 79348-20	

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

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого анализатора с требуемой точностью.

## **7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки**

7.1 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 эксплуатационной документации (далее – ЭД);
- 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 Подготовка к проведению поверки

9.1.1 Провести контроль условий поверки с помощью гигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.1.2 Перед проведением поверки анализатор подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ).

9.2 Опробование

9.2.1 При опробовании проверить работоспособность органов управления и регулировки анализатора при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

## **10 Проверка программного обеспечения средства измерений**

10.1 Провести проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) анализатора. Для однозначной идентификации ПО достаточно определения только номера версии (идентификационного номера). Номер версии ПО может быть выведен во вкладке «Информация» ПО анализатора.

10.2 Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	cheSCan
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.X <sup>1)</sup>
Цифровой идентификатор ПО	–
<sup>1)</sup> «X» относится к метрологически незначимой части ПО и принимает значения от 0 до 9. Формат номера может содержать от 1 до 3 значений «X», разделенных точкой.	

## 11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала

11.1.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала анализатора провести путем измерений выходного сигнала<sup>1)</sup> для каждого из элементов с помощью стандартных образцов (далее – СО) в виде стехиометрических соединений, содержащих углерод и/или серу, либо с использованием матричных СО, указанных в таблице 3. Выбрать один СО, содержащий все определяемые элементы, или несколько СО, содержащих по одному определяемому элементу.

11.1.2 СО подобрать таким образом, чтобы масса элемента, содержащаяся в навеске СО, была не менее 0,05 мг. Массу элемента, содержащуюся в навеске СО и попадающую на детектор анализатора ( $m_{\text{э}ik}$ , мг), рассчитать по формуле

$$m_{\text{э}ik} = \frac{\omega_{\text{ам}ik} \cdot m_{ik}}{100} \cdot 1000, \quad (1)$$

где  $\omega_{\text{ам}ik}$  – аттестованное значение массовой доли углерода и/или серы в  $k$ -ом СО, %;

$m_{ik}$  – масса навески  $k$ -го СО, содержащая  $i$ -ый элемент, г (должна быть в диапазоне от 0,1 до 1,0 г).

11.1.3 При использовании матричных СО аттестованное значение массовой доли элементов должно быть не ниже 0,1 % для углерода и не ниже 0,02 % для серы. При этом масса навески должна быть в диапазоне от 0,1 до 1,0 г, а масса элемента, содержащаяся в навеске СО и попадающая на детектор анализатора, должна удовлетворять условию, указанному в п.11.1.2.

11.1.4 Если в паспорте СО в виде стехиометрических соединений указано аттестованное значение массовой доли основного компонента (соединения), то аттестованное значение массовой доли углерода и/или серы в СО ( $\omega_{\text{ам}ik}$ , %) определить по формуле

$$\omega_{\text{ам}ik} = \frac{z_i \cdot Ar_i}{M_k} \cdot A_k, \quad (2)$$

<sup>1)</sup> Поскольку метод измерений разрушаемый, при определении относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала в качестве выходного сигнала использовать массовые доли элементов.

где  $Ar_i$  – относительная атомная масса  $i$ -ого элемента в СО –  $Ar(C)=12,011$ ,  $Ar(S)=32,06$ ;

$z_i$  – число атомов  $i$ -ого элемента в молекуле соединения;

$M_k$  – молярная масса основного компонента (соединения) в  $k$ -ом СО, –  $M(NH_2SO_3H)=97,088$ ,  $M(Na_2CO_3)=105,988$ <sup>1)</sup>;

$A_k$  – аттестованное значение массовой доли основного компонента (соединения) в  $k$ -ом СО, %.

11.1.5 В таблице 5 приведены примеры массы навесок СО и соответствующие им массы элементов, попадающие на детектор анализатора.

Таблица 5 – Примеры массы навесок СО и соответствующие им массы элементов, попадающие на детектор анализатора

№ СО	Элемент	Аттестованное значение массовой доли элемента в СО $\omega_{amik}$ , %	Масса навески СО $m_{ik}$ , г	Масса элемента, попадающая на детектор анализатора $m_{zik}$ , мг
ГСО 10450-2014	углерод	11,33	0,1	11,33
ГСО 10498-2014	сера	33,01	0,1	33,01
ГСО 1424-89П	углерод	0,136	0,6	0,82
ГСО 1424-89П	сера	0,193	0,5	0,97
ГСО 5787-91	углерод	3,61	0,2	7,22
ГСО 5787-91	сера	0,0204	1,0	0,20
ГСО 250-91П	углерод	0,134	0,6	0,80
ГСО 250-91П	сера	0,189	0,5	0,95

11.1.6 Провести измерения в следующем порядке:

11.1.6.1 Во вкладке «Параметры» выделить позицию «Показать площади пиков»;

11.1.6.2 Создать новый образец во вкладке «Анализ»;

11.1.6.3 Поместить керамический тигель на чашу весов и выполнить тарирование (установить весы на «ноль»);

11.1.6.4 С помощью шпателя, взять навеску СО, содержащую массу элемента, рассчитанную по формуле 1, передать массу пробы в список измерений при помощи кнопки на весах или ввести ее в соответствующем окне;

11.1.6.5 Добавить необходимое количество катализатора сжигания (плавень вольфрамовый или др. в соответствии с РЭ);

<sup>1)</sup> Значения молярных масс соединений рассчитаны на основе стехиометрии по значениям относительных атомных масс элементов, приведенных в отчете Международного Совета по теоретической и прикладной химии IUPAC [Prohaska, T. et al. Standard atomic weights of the elements 2021 (IUPAC Technical Report). Pure and Applied Chemistry, vol. 94, no. 5, 2022, pp. 573-600. <https://doi.org/10.1515/pac-2019-0603>]

11.1.6.6 Поместить керамический тигель с навеской СО и ускоряющей добавкой на пьедестал индукционной печи;

11.1.6.7 Заполнить указанные в меню значения в соответствии с РЭ. Проверить, что в списке измерений заполнены следующие столбцы «Масса», «Название образца». На экране нажать на кнопку запуска анализа «Анализ».

11.1.7 Провести не менее пяти измерений выходного сигнала для каждого элемента, фиксируя результаты измерений массовых долей элементов и соответствующие им навески СО и значения площадей пиков элементов. Значения площадей пиков элементов и соответствующие им массы навески СО используются в дальнейшем при расчете чувствительности.

## 11.2 Определение чувствительности

11.2.1 Определение чувствительности провести одновременно с определением относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала анализатора по п. 11.1.

## 11.3 Определение предела обнаружения

11.3.1 Определение предела обнаружения провести без использования СО, измеряя фоновый сигнал каждого элемента.

11.3.2 Во вкладке «Параметры» выделить позицию «Показать площади пиков». Создать новый образец во вкладке «Анализ»

11.3.3 С помощью шпателя, входящего в комплект поставки, взять необходимое количество катализатора сжигания (плавень вольфрамовый или др. в соответствии с РЭ). Поместить керамический тигель с ускоряющей добавкой на подставку, разместив его по центру. При заполнении столбца «Масса» в качестве массы указать 1,0 г. На экране нажать на кнопку запуска анализа «Анализ».

11.3.4 Провести не менее 5 измерений фонового сигнала каждого определяемого элемента, фиксируя значения площадей пиков фонового сигнала элементов.

## 12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Для результатов измерений, полученных по 11.1, рассчитать среднее арифметическое значение результатов измерений массовой доли каждого элемента ( $X_i$ , %) и относительное среднее квадратическое отклонение результатов измерений выходного сигнала ( $S_i$ , %) по формулам

$$X_i = \frac{\sum_{i=1}^n X_{ij}}{n} \quad (3)$$

$$S_i = \frac{100}{X_i} \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (X_{ij} - X_i)^2}{n-1}} \quad (4)$$

где  $X_{ij}$  –  $j$ -ый результат измерений массовой доли  $i$ -ого элемента в СО, %;

$n$  – количество измерений.

Полученные значения относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала не должны превышать пределов, приведенных в таблице 1.

12.2 Для результатов измерений, полученных по 11.2, рассчитать чувствительность для каждого  $j$ -ого результата измерений площади пика  $i$ -ого элемента ( $N_{ij}$ , у.е./г) и среднее арифметическое значение чувствительности к  $i$ -ому элементу ( $N_i$ , у.е./г) по формулам

$$N_{ij} = \frac{Y_{ij}}{C_i \cdot m_{ij}} \cdot 100, \quad (5)$$

$$N_i = \frac{\sum_{j=1}^n N_{ij}}{n} \quad (6)$$

где  $Y_{ij}$  –  $j$ -ый результат измерений площади пика  $i$ -ого элемента в СО, у.е.;

$C_i$  – аттестованное значение массовой доли  $i$ -ого элемента в СО (указано в паспорте на СО, либо рассчитано по формуле 2), %;

$m_{ij}$  –  $j$ -ая масса пробы для измерений массовой доли  $i$ -ого элемента в СО, г;

$n$  – количество измерений.

Полученные значения чувствительности должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 1.

12.3 Для результатов измерений, полученных по 11.3, рассчитать среднее арифметическое значение площадей пиков фонового сигнала для каждого элемента ( $Y_{\phi i}$ , у.е.), среднее квадратическое отклонение полученных значений площадей пиков фонового сигнала ( $S_{\phi i}$ , у.е.) и предел обнаружения ( $C_{oi}$ , мг) для каждого проверяемого элемента по формулам

$$Y_{\phi i} = \frac{\sum_{j=1}^n Y_{\phi ij}}{n}, \quad (7)$$

$$S_{\phi i} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (Y_{\phi ij} - Y_{\phi i})^2}{n-1}} \quad (8)$$

$$C_{oi} = \frac{3 \cdot S_{\phi i} \cdot 1000}{N_i} \quad (9)$$

где  $Y_{\phi ij}$  –  $j$ -ый результат измерений площади пика фонового сигнала  $i$ -ого элемента, у.е.;  
 $N_i$  – среднее арифметическое значение чувствительности к  $i$ -ому элементу (рассчитано по формуле б), у.е./г;  
 $n$  – количество измерений.

Полученные значения предела обнаружения не должны превышать пределов, приведенных в таблице 1.

### 13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки и пломбирование анализатора не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки.

13.6 По заявлению владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510, при отрицательных – извещение о непригодности к применению анализатора.

И.о.зав. лаб. 241 УНИИМ – филиала  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



О.С. Гольнец