

**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, водорода, азота и серы SD
Методика поверки**

МП КРТ-02-2024

Москва

2024



1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на Анализаторы углерода, водорода, азота 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 «КОНТРОЛЬ. 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

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия

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
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, °С от 15 до 30;
- 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 +10 °С до +35 °С, абсолютная погрешность по каналу относительной влажности $\pm 3,0$ %, по каналу температуры $\pm 0,5$ °С	Прибор комбинированный Testo 622, рег. № 53505-13
Раздел 10 Определение метрологических характеристик средства измерений	Интервал аттестованных значений массовых долей углерода от 29,8 % до 30,1 %, водорода от 4,9 % до 5,1 %, азота от 11,5 % до 11,8 %, серы от 26,5 % до 26,8 %, доверительные границы абсолютной погрешности массовых долей углерода $\pm 0,3$ %, водорода $\pm 0,2$ %, азота $\pm 0,2$ %, серы $\pm 0,3$ % при $P=0,95$	Стандартный образец состава цистина ГСО 11337-2019
	Интервал аттестованных значений массовых долей азота от 63,3 % до 66,63 %, основного вещества – меламина от 95 % до 100 %, доверительные границы относительной погрешности массовых долей азота $\pm 1,5$ %, основного вещества – меламина $\pm 1,5$ % при $P=0,95$	Стандартный образец состава меламина ГСО 10825-2016
	Интервал аттестованных значений массовых долей основного вещества – ЭДТА от 99,50 % до 100,00 %, углерода от 40,89 % до 41,10 %, водорода от 5,491 % до 5,519 %, азота от 9,538 % до 9,586 %, доверительные границы абсолютной погрешности массовых долей основного вещества – ЭДТА $\pm 0,05$ %, углерода $\pm 0,10$ %, водорода $\pm 0,014$ %, азота $\pm 0,023$ % при $P=0,95$	Стандартный образец состава этилендиаминтетрауксусной кислоты (ЭДТА) ГСО 9655-2010
	Интервал аттестованных значений массовых долей основного вещества – натрия щавелевокислого от 99,700 % до 100,000 %, доверительные границы абсолютной погрешности $\pm 0,050$ % при $P=0,95$	Стандартный образец состава натрия щавелевокислого 1-го разряда ГСО 3219-85
	Интервал аттестованных значений массовой доли основного вещества – кислоты сорбиновой от 95 % до 100 %, доверительные границы абсолютной погрешности $\pm 0,5$ % при $P=0,95$	Стандартный образец состава кислоты сорбиновой ГСО 12298-2023

Продолжение таблицы 2

1	2	3
Раздел 10 Определение метрологических характеристик средства измерений	Интервал аттестованных значений массовой доли основного вещества – толуола от 99,7 % до 100 %, доверительные границы абсолютной погрешности $\pm 0,3$ % при $P=0,95$	Стандартный образец состава толуола ГСО 7814-2000
	Интервал аттестованных значений массовых долей углерода от 70 % до 90 %, водорода от 3 % до 6 %, азота от 0,5 % до 5,0 %, серы от 1 % до 3 %, доверительные границы абсолютной погрешности массовых долей углерода $\pm 1,0$ %, водорода $\pm 0,3$ %, азота $\pm 0,15$ %, 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
	Интервал аттестованных значений массовых долей серы от 25 % до 35 %, доверительные границы относительной погрешности \pm от 0,20 % до 0,24 % при $P=0,95$	Стандартный образец руды сульфидной медной Гайского ГОК (ИСО Р35-1) ГСО 11645-2020
	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
Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018		
	Весы неавтоматического действия, цена деления 0,01 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 анализатора модели SDCHNS636 (SDCHN636+ SDIS401) SDCHN636 SDCH636 SDC636 SDH636 SDN636 SDIS401	SDCHNS carbon hydrogen nitrogen sulfur analyzer SDCHN636 carbon hydrogen nitrogen analyzer SDCH636 carbon hydrogen analyzer SDC636 carbon analyzer SDH636 hydrogen analyzer SDN636 nitrogen analyzer SDIS401 elemental analyzer
Номер версии (идентификационный номер) ПО анализаторов	V 1.0.X
Цифровой идентификатор ПО	-
Примечание - в номере версии неизменяемая часть 1.0 – отвечает за метрологически значимую часть ПО, значение X – относится к метрологически незначимой части и принимает значения от 3 до 99.	

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, водорода, азота и серы SD (метрологические требования указаны в Приложении А), готовят по четыре выбранные навески стандартного образца или дистиллированной воды по Приложению Б. Для каждой измеряемой величины: массовой доли элемента и поддиапазона измерений, должны быть приготовлены навески стандартных образцов или воды дистиллированной не менее, чем для трех точек диапазона (поддиапазона) измерений.

11.2 Проведение измерений при определении относительной погрешности измерений массовой доли элементов.

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

- проведение измерения калибровочных образцов;
- при необходимости, проведение процедуры коррекции дрейфа;
- проведение измерений подготовленных навесок ГСО и воды;
- считать полученные результаты с использованием ПО анализатора.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

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

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

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

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

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

12.2 Проверка диапазонов измерений

Проверку диапазонов измерений массовой доли элементов провести одновременно с определением погрешности по 11.2 (провести измерения не менее, чем в трех точках: в начале, середине и в конце диапазона измерений).

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 Приказами 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, водорода, азота и серы SD

Таблица А.1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение для моделей						
	SDCHNS636	SDCHN636	SDCH636	SDC636	SDH636	SDN636	SDIS401
Диапазон измерений массовой доли элементов*, % - углерод - водород - азот - сера	от 0,005 до 100	от 0,005 до 100	от 0,005 до 100	от 0,005 до 100	-	-	-
	от 0,01 до 15	от 0,01 до 15	от 0,01 до 15	-	от 0,01 до 15	-	-
	от 0,01 до 50	от 0,01 до 50	-	-	-	от 0,01 до 50	-
	от 0,01 до 50	-	-	-	-	-	от 0,01 до 50
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли углерода, %, в поддиапазонах измерений от 0,005 до 3 % включ. св. 3 до 30 % включ. св. 30 до 100 % включ.	±10	±10	±10	±10	-	-	-
	±8	±8	±8	±8			
	±8	±8	±8	±8			
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли элемента, % - водород - азот - сера	±8	±8	±8	-	±8	-	-
	±8	±8	-	-	-	±8	-
	±8	-	-	-	-	-	±8

* Диапазон измерений массовой доли азота, углерода, водорода приведен для массы навески 100 мг,
 Диапазон измерений массовой доли серы – для массы навески 200 мг.

Приложение Б

(обязательное)

Процедура приготовления навесок ГСО

А.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.

А.2 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 10877-2017	углерод	77,0	0,1	0,1	77,0
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 11337-2019	углерод	29,8	0,01	5,0	0,06
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 11337-2019	азот	11,6	0,10	0,1	11,6
ГСО 12118-2023	азот	2,4	0,10	0,1	2,4
ГСО 10877-2017	азот	1,4	0,10	2,0	0,07
Вода дист.	водород	11,1	0,10	0,1	11,1
ГСО 10877-2017	водород	4,9	0,10	0,1	4,9
ГСО 10877-2017	водород	4,9	0,10	2,0	0,245
ГСО 10877-2017	водород	4,9	0,10	5,0	0,098

Таблица Б.2 – Примеры расчета моделируемых значений массовой доли элементов в ГСО, охарактеризованных массовой долей основного вещества (не менее 95%)

ГСО	Химическая формула	Молярная масса, г/моль	Элемент	Моделируемое значение массовой доли элемента, %	Рекомендуемая масса навески, г
ГСО 12298-2023	$C_6H_8O_2$	112,12	углерод	64,28	0,10
ГСО 12298-2023	$C_6H_8O_2$	112,12	водород	5,39	0,10
ГСО 3219-85	$Na_2C_2O_4$	134,0	углерод	17,93	0,10
ГСО 9655-2010	$C_{10}H_{16}N_2O_8$	292,24	углерод	41,10	0,10
ГСО 9655-2010	$C_{10}H_{16}N_2O_8$	292,24	водород	5,51	0,10
ГСО 9655-2010	$C_{10}H_{16}N_2O_8$	292,24	азот	9,59	0,10
ГСО 11872-2022	$C_8H_{10}N_4O_2$	194,19	углерод	49,48	0,10
ГСО 11872-2022	$C_8H_{10}N_4O_2$	194,19	водород	5,19	0,10
ГСО 11872-2022	$C_8H_{10}N_4O_2$	194,19	азот	28,85	0,10
ГСО 12371-2023	C_7H_8	92,14	углерод	91,25	0,10
ГСО 10825-2016	$C_3H_6N_6$	126,12	азот	66,63	0,10

Примечания к таблицам Б.1 и Б.2

1. Расчеты приведены в качестве примера.
2. Значения навесок ГСО (по таблице Б.1) 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.