

**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. Соби́на**

**2024 г.**

**«ГСИ. Анализаторы углерода и серы SES.**  
**Методика поверки»**

**МП 92-241-2024**

**Екатеринбург**

**2024**

## **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 2024 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.....       | 9  |
| 8  | Внешний осмотр средства измерений .....                                        | 9  |
| 9  | Подготовка к поверке и опробование средства измерений.....                     | 9  |
| 10 | Проверка программного обеспечения средства измерений.....                      | 10 |
| 11 | Определение метрологических характеристик средства измерений .....             | 10 |
| 12 | Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям..... | 13 |
| 13 | Оформление результатов поверки.....                                            | 14 |

## 1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на Анализаторы углерода и серы SES (далее – анализаторы) производства «SiChuan Syens Instrument Co., LTD.», Китайская Н.Р., 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<br>характеристики                                                      | Значение для моделей        |                             |                                                                                                                      |                             |                             |
|-------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------|-----------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
|                                                                                     | SES-702,<br>SES-706         | SES-802                     | SES-902,<br>SES-902S,<br>SES-902T,<br>SES-902C,<br>SES-902TC,<br>SES-902TS,<br>SES-902CS,<br>SES-902TCS,<br>SES-902F | SES-902Z,<br>SES-902Y       | SES-906,<br>SES-906C        |
| Диапазон измерений массы<br>углерода, мг:<br>- для детектора L<br>- для детектора H | от 0,001 до 5<br>от 1 до 50 | от 0,001 до 5<br>от 1 до 50 | от 0,001 до 5<br>от 1 до 50                                                                                          | от 0,001 до 5<br>от 1 до 50 | от 0,001 до 5<br>от 1 до 50 |
| Диапазон измерений массы<br>серы, мг:<br>- для детектора L<br>- для детектора H     | от 0,001 до 5<br>от 1 до 50 | от 0,001 до 5<br>от 1 до 50 | от 0,001 до 5<br>от 1 до 50                                                                                          | от 0,001 до 5<br>от 1 до 50 | от 0,001 до 5<br>от 1 до 50 |

| Наименование<br>характеристики                                                                                                                                                                                                                                                                               | Значение для моделей |         |                                                                                                                      |                       |                      |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------|---------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|----------------------|
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                              | SES-702,<br>SES-706  | SES-802 | SES-902,<br>SES-902S,<br>SES-902T,<br>SES-902C,<br>SES-902TC,<br>SES-902TS,<br>SES-902CS,<br>SES-902TCS,<br>SES-902F | SES-902Z,<br>SES-902Y | SES-906,<br>SES-906C |
| Предел допускаемого<br>относительного среднего<br>квадратического отклонения<br>результатов измерений<br>выходного сигнала для<br>углерода, %, в поддиапазонах<br>измерений:                                                                                                                                 |                      |         |                                                                                                                      |                       |                      |
| - от 0,001 до 0,01 мг включ.                                                                                                                                                                                                                                                                                 | 6                    | 6       | 6                                                                                                                    | 6                     | 8                    |
| - св. 0,01 до 0,1 мг включ.                                                                                                                                                                                                                                                                                  | 4                    | 4       | 4                                                                                                                    | 4                     | 6                    |
| - св. 0,1 до 1 мг включ.                                                                                                                                                                                                                                                                                     | 3                    | 3       | 3                                                                                                                    | 3                     | 4                    |
| - св. 1 до 5 мг включ.                                                                                                                                                                                                                                                                                       | 2                    | 2       | 2                                                                                                                    | 2                     | 3                    |
| - св. 5 до 50 мг                                                                                                                                                                                                                                                                                             | 2                    | 2       | 2                                                                                                                    | 2                     | 2                    |
| Предел допускаемого<br>относительного среднего<br>квадратического отклонения<br>результатов измерений<br>выходного сигнала для серы,<br>%, в поддиапазонах<br>измерений:                                                                                                                                     |                      |         |                                                                                                                      |                       |                      |
| - от 0,001 до 0,01 мг включ.                                                                                                                                                                                                                                                                                 | 10                   | 10      | 8                                                                                                                    | 8                     | 12                   |
| - св. 0,01 до 0,1 мг включ.                                                                                                                                                                                                                                                                                  | 8                    | 8       | 6                                                                                                                    | 6                     | 8                    |
| - св. 0,1 до 1 мг включ.                                                                                                                                                                                                                                                                                     | 6                    | 6       | 5                                                                                                                    | 5                     | 6                    |
| - св. 1 до 5 мг включ.                                                                                                                                                                                                                                                                                       | 4                    | 4       | 4                                                                                                                    | 4                     | 4                    |
| - св. 5 до 50 мг                                                                                                                                                                                                                                                                                             | 3                    | 3       | 3                                                                                                                    | 3                     | 2                    |
| Чувствительность для<br>углерода, у.е./г, не менее:                                                                                                                                                                                                                                                          |                      |         |                                                                                                                      |                       |                      |
| - для детектора L <sup>1)</sup>                                                                                                                                                                                                                                                                              | 60                   | 80      | 70                                                                                                                   | 70                    | 80                   |
| - для детектора H <sup>2)</sup>                                                                                                                                                                                                                                                                              | 30                   | 30      | 40                                                                                                                   | 40                    | 40                   |
| Чувствительность для серы,<br>у.е./г, не менее:                                                                                                                                                                                                                                                              |                      |         |                                                                                                                      |                       |                      |
| - для детектора L <sup>1)</sup>                                                                                                                                                                                                                                                                              | 50                   | 50      | 60                                                                                                                   | 60                    | 60                   |
| - для детектора H <sup>2)</sup>                                                                                                                                                                                                                                                                              | 20                   | 20      | 30                                                                                                                   | 30                    | 30                   |
| Предел обнаружения <sup>3)</sup> , млн <sup>-1</sup> :                                                                                                                                                                                                                                                       |                      |         |                                                                                                                      |                       |                      |
| - углерода                                                                                                                                                                                                                                                                                                   | 0,5                  | 0,5     | 0,2                                                                                                                  | 0,2                   | 0,1                  |
| - серы                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | 2                    | 2       | 1                                                                                                                    | 1                     | 0,5                  |
| <sup>1)</sup> Установлено в диапазоне массовой доли элементов от 0,001 до 0,01 %.<br><sup>2)</sup> Установлено в диапазоне массовой доли элементов от 1 до 5 %.<br><sup>3)</sup> Установлено при номинальной массе навески 1 г для детектора, предназначенного для определения низкого содержания элементов. |                      |         |                                                                                                                      |                       |                      |

## 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 15.12.2020г. №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 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»

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

## 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                                                                                             |

| Наименование операции                                                                                     | Обязательность проведения операций при |                       | Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------|-----------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------|
|                                                                                                           | первичной поверке                      | периодической поверке |                                                                                                |
| Определение метрологических характеристик:                                                                |                                        |                       |                                                                                                |
| - определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала; | да                                     | да                    | 11.1                                                                                           |
| - проверка диапазона измерений массы элементов;                                                           | да                                     | да                    | 11.2                                                                                           |
| - определение чувствительности;                                                                           | да                                     | да                    | 11.3                                                                                           |
| - определение предела обнаружения.                                                                        | да                                     | да                    | 11.4                                                                                           |
| 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 детекторами, указанными в паспорте. 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, °C от +15 до +25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 70

## 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 и технические 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 | Весы неавтоматического действия, I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1                                                                                                                                                                                                       | Весы неавтоматического действия MCA225S-2ORU-I, рег. № 79348-20                                               |
|                                                                        | 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 $\pm 0,05$ % при $P=0,95$ | Стандартный образец состава сульфаминовой кислоты ( $\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$ СО УНИИМ) ГСО 10498-2014 |
|                                                                        |                                                                                                                                                                                                                                                                                             | Стандартный образец состава этилендиамина-тетрауксусной кислоты ГСО 9655-2010                                 |
|                                                                        | Стандартный образец стали углеродистой типа 05кп (С1), массовая доля углерода от 0,002 % до 0,06 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности от $\pm 0,00027$ % до $\pm 0,0024$ % при $P=0,95$                                                                                   | ГСО 666-81П                                                                                                   |
|                                                                        | Стандартный образец стали углеродистой типа АС14 (У2), массовая доля: углерода от 0,1 % до 0,25 %, серы от 0,15 % до 0,3 %; границы допускаемых значений абсолютной погрешности: углерода от $\pm 0,0024$ % до $\pm 0,005$ %, серы от $\pm 0,003$ % до $\pm 0,005$ % при $P=0,95$           | ГСО 1424-89П                                                                                                  |
|                                                                        | Стандартный образец стали легированной типа Р6М5 (С24), массовая доля: углерода от 0,8 % до 1,2 %, серы от 0,005 % до 0,025 %; границы допускаемых значений абсолютной погрешности: углерода от $\pm 0,007$ % до $\pm 0,012$ %, серы от $\pm 0,0004$ % до $\pm 0,0012$ % при $P=0,95$       | ГСО 1639-93П                                                                                                  |
|                                                                        | Стандартный образец состава меди (комплект VSMS2), массовая доля серы от 0,00033 % до 0,031 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности от $\pm 0,00005$ % до $\pm 0,02$ % при $P=0,95$                                                                                          | ГСО 10441-2014                                                                                                |
|                                                                        | Стандартный образец состава кокса                                                                                                                                                                                                                                                           | ГСО 723-87П                                                                                                   |

| Операции поверки, требующие применения средств поверки | Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки                                                              | Перечень рекомендуемых средств поверки |
|--------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------|
|                                                        | каменноугольного (P18) (комплект VSMS2), массовая доля серы от 0,5 % до 1,5 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности $\pm 0,018$ % при $P=0,95$ |                                        |

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.

6.4 При выборе средств поверки предпочтительным является использование стандартных образцов утвержденного типа с установленной прослеживаемостью к первичному эталону единицы величины того же рода.

## **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 в окне ПО анализатора при обращении к подпункту меню в программном обеспечении «Об устройстве».

Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

| Идентификационные данные (признаки)                     | Значение |
|---------------------------------------------------------|----------|
| Идентификационное наименование ПО                       | HCS-900  |
| Номер версии (идентификационный номер) ПО <sup>1)</sup> | 4.x      |
| Цифровой идентификатор ПО                               | -        |

<sup>1)</sup> x – метрологически не значимая часть ПО, которая может меняться от 00 до 99

## 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 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.

Стандартные образцы подобрать таким образом, чтобы масса элемента, содержащаяся в СО, попадала в каждый проверяемый поддиапазон измерений. Массу элемента, содержащуюся в СО и попадающую на детектор анализатора ( $m_{sik}$ , мг) рассчитать по формуле

$$m_{sik} = \frac{\omega_{amik} \cdot m_{ik}}{100} \cdot 1000, \quad (1)$$

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

$m_{ik}$  – масса навески  $k$ -го СО, г.

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 ( $\omega_{amik}$ , %) определить по формуле

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

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, –  
 $M(NH_2SO_3H)=97,088$ ,  $M(C_{10}H_{16}N_2O_8)=292,244$ <sup>1</sup>;

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

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

Таблица 5 – Рекомендуемые 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 $m_{aik}$ , мг | Проверяемый поддиапазон измерений массы, мг |
|----------------|---------|------------------------------------------------------------------------|-------------------------------|-------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------|
| ГСО 666-81П    | Углерод | 0,0023                                                                 | 0,050                         | 0,0012                                                            | от 0,001 до 0,01 включ.                     |
| ГСО 1424-89    |         | 0,136                                                                  | 0,050                         | 0,068                                                             | св. 0,01 до 0,1 включ.                      |
| ГСО 1424-89    |         | 0,136                                                                  | 0,200                         | 0,27                                                              | св. 0,1 до 1 включ.                         |
| ГСО 1639-93П   |         | 0,91                                                                   | 0,200                         | 1,82                                                              | св. 1 до 5 включ.                           |
| ГСО 9655-2010  |         | 41,08                                                                  | 0,120                         | 49,30                                                             | св. 5 до 50                                 |
| ГСО 10441-2014 | Сера    | 0,0006                                                                 | 0,200                         | 0,0012                                                            | от 0,001 до 0,01 включ.                     |
| ГСО 1639-93П   |         | 0,0144                                                                 | 0,200                         | 0,029                                                             | св. 0,01 до 0,1 включ.                      |
| ГСО 1424-89    |         | 0,193                                                                  | 0,200                         | 0,39                                                              | св. 0,1 до 1 включ.                         |
| ГСО 723-87П    |         | 1,34                                                                   | 0,200                         | 2,68                                                              | св. 1 до 5 включ.                           |
| ГСО 10498-2014 |         | 33,01                                                                  | 0,150                         | 49,5                                                              | св. 5 до 50                                 |

11.1.2 Взять навески СО в следующем порядке:

- поместить керамический тигль на чашу весов по таблице 2 и выполнить тарирование (установить весы на «ноль»);

- с помощью шпателя, входящего в комплект поставки, взять навески СО массой, рассчитанной по формуле 1, добавить 1,5 г 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>]

- поместить керамический тигль с навеской СО и ускоряющей добавкой на подставку, разместив его по центру.

11.1.3 Заполнить указанные в меню значения в соответствии с РЭ. Проверить, что в меню заполнены следующие столбцы «Weight» («Вес») – прописать массу навески образца, Sample No. – номер или название образца. В верхней части экрана нажать на кнопку запуска анализа «Start(F5)» («Приступить к проведению анализа»). По окончании анализа считать результаты в базе данных.

11.1.4 Провести не менее пяти измерений выходного сигнала для каждого элемента в каждом поддиапазоне измерений.

#### 11.2 Проверка диапазона измерений массы

11.2.1 Проверку диапазона измерений массы элементов провести одновременно с определением относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала анализатора по 11.1 (проводят измерения выходного сигнала анализатора в точках, соответствующих началу, середине и концу диапазона измерений массы).

#### 11.3 Определение чувствительности

11.3.1 Определение чувствительности провести путем измерений выходного сигнала для каждого из элементов с помощью СО по таблице 2. Аттестованные значения массовой доли углерода и серы в СО должны находиться в диапазоне от 0,001 до 0,01 % (для детектора, предназначенного для определения низких концентраций содержания элементов – детектор L) и от 1 до 5 % (для детектора, предназначенного для определения высоких концентраций содержания элементов – детектор H). Рекомендуемый интервал массы навески от 200 до 300 мг. Допускается проводить определение чувствительности одновременно с определением относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала анализатора по 11.1, фиксируя навески СО и значения выходных сигналов (область пиков) элементов.

11.3.2 Провести не менее пяти измерений выходного сигнала для каждого элемента.

#### 11.4 Определение предела обнаружения

11.4.1 Определение предела обнаружения углерода и серы провести с использованием пустых керамических тиглей, измеряя фоновый сигнал каждого элемента.

11.4.2 С помощью шпателя, входящего в комплект поставки, взять навеску катализатора сжигания (плавень вольфрамовый) массой 1,5 г. Поместить керамический тигль с ускоряющей добавкой на подставку, разместив его по центру. При заполнении столбца «Weight» («Вес») в качестве массы указать 1,0 г, в строке Sample No. – номер или название образца. В верхней части экрана нажать на кнопку запуска анализа «Start(F5)» («Приступить к проведению анализа»). По окончании анализа считать результаты в базе данных.

11.4.3 Провести не менее 5 измерений выходного фонового сигнала каждого определяемого элемента.

## 12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Для результатов измерений, полученных по 11.1, рассчитать среднее арифметическое результатов измерений выходного сигнала  $i$ -ого элемента ( $Y_i$ , у.е./г) и относительное среднее квадратическое отклонение результата измерений выходного сигнала  $i$ -ого элемента ( $\sigma_{\text{вых}i}$ , %) по формулам

$$Y_i = \frac{\sum_{j=1}^n \left( \frac{Y_{ij}}{m_{ij}} \right)}{n} \quad (3)$$

$$\sigma_{\text{вых}i} = \frac{100}{\bar{Y}_i} \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n \left( \frac{Y_{ij}}{m_{ij}} - Y_i \right)^2}{n-1}} \quad (4)$$

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

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

$n$  – количество измерений.

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

12.2 Полученные значения диапазона измерений массы элементов должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.3 Для результатов измерений, полученных по 11.3, рассчитать чувствительность для каждого  $j$ -ого результата измерений выходного сигнала  $i$ -ого элемента ( $N_{ij}$ , у.е./г) и среднее арифметическое значение чувствительности к  $i$ -ому элементу ( $N_i$ , у.е./г) по формулам

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

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

где  $Y_{ij}$  –  $j$ -ый результат измерений выходного сигнала  $i$ -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.

12.4 Для результатов измерений, полученных по 11.4, рассчитать среднее арифметическое значение выходного фонового сигнала для каждого элемента ( $Y_{\phi i}$ , у.е.), среднее квадратическое отклонение полученных значений выходного фонового сигнала ( $S_{\phi i}$ , у.е.) и предел обнаружения ( $C_{oi}$ , млн<sup>-1</sup>) для каждого проверяемого элемента по формулам

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

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

$$C_{oi} = \frac{3 \cdot S_{\phi i}}{N_i} \cdot 10^6 \quad (9)$$

где  $Y_{\phi ij}$  –  $j$ -ый результат измерений выходного фонового сигнала  $i$ -ого элемента, у.е.;

$N_i$  – среднее арифметическое значение чувствительности к  $i$ -ому элементу для детектора, предназначенного для определения низких концентраций содержания элементов – детектор L (рассчитано по формуле 6), 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 и о составе поверенного средства измерений.

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. Голынец