

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

2024 г.

«ГСИ. Анализаторы углерода, водорода и серы

ELTRA ELEMENTRAC.

Методика поверки»

МП 82-241-2024

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 Голынец О.С.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в октябре 2024 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	7
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.....	10
13	Оформление результатов поверки	11

Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы углерода, водорода и серы ELTRA ELEMENTRAC. Методика поверки	МП 82-241-2024
---	-----------------------

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на Анализаторы углерода, водорода и серы ELTRA ELEMENTRAC (далее – анализаторы) производства «Eltra GmbH», Германия, 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 для модели			
	ELEMENTRAC CHS-r	ELEMENTRAC CS-r	ELEMENTRAC CS-i	ELEMENTRAC CS-d
Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала, %	2	2	2	2

Наименование характеристики	Значение для модели			
	ELEMENTRAC CHS-r	ELEMENTRAC CS-r	ELEMENTRAC CS-i	ELEMENTRAC CS-d
Чувствительность для углерода, у.е./мг, не менее, для длины кюветы, мм:				
- 3	3	3	3	3
- 6	9	9	9	9
- 10	15	15	15	15
- 100	150	150	150	150
- 200	400	400	400	400
Чувствительность для серы, у.е./мг, не менее, для длины кюветы, мм:				
- 10	3	3	3	3
- 20	5	5	5	5
- 100	30	30	30	30
- 200	50	50	50	50
- 300	100	100	100	100
Чувствительность для водорода, у.е./мг, не менее	30	—	—	—

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
Определение метрологических характеристик: - определение чувствительности и относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала.	да	да	11
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 и печами, 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 и/или печей (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 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 со 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 $\pm 2^\circ\text{C}$, 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, серу и/или водород, 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_2CO_3 СО УНИИМ) ГСО 10450-2014
		Стандартный образец состава сульфаминовой кислоты ($\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$ СО УНИИМ) ГСО 10498 2014
	Матричные стандартные образцы, содержащие углерод, серу и/или водород, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли углерода, серы и/или водорода от 0,001 до 1 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности от $\pm 0,0001$ до $\pm 0,001\%$ при $P=0,95$.	Стандартный образец стали углеродистой типа А12 (У17) ГСО 4501-91П
		Стандартный образец состава чугуна легированного типа ЧХ2 (Ч13) ГСО 5788-91
	Весы неавтоматического действия, I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1.	Стандартный образец стали (ИСО УС8) ГСО 10808-2016
		Весы неавтоматического действия MCA225S-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.

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 выведен в верхней строке окна программного обеспечения анализатора.

Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Elements
Номер версии (идентификационный номер) ПО ¹⁾	1.X ¹⁾
Цифровой идентификатор ПО	–
¹⁾ 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 чувствительности и относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала

Определение чувствительности и относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала анализатора может быть осуществлено с использованием стандартных образцов (далее – СО) в виде стехиометрических соединений, содержащих углерод, серу и/или водород, или с использованием матричных СО, указанных в таблице 3.

11.1.1 Определение чувствительности и относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала с использованием СО в виде стехиометрических соединений, содержащих углерод, серу и/или водород

Если в паспорте СО указано аттестованное значение массовой доли основного компонента (соединения), то аттестованное значение массовой доли углерода, водорода и серы в СО (ω_{amik} , %) определить по формуле.

$$\omega_{amik} = \frac{z_i \cdot Ar_i}{M_k} \cdot A_k, \quad (1)$$

где Ar_i – относительная атомная масса i -ого элемента в СО – $Ar(C)=12,011$, $Ar(H)=1,008$, $Ar(S)=32,06$;

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

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

¹⁾ 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>]

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

Максимальные массы навесок (m_{ik} , мг) k -го СО рассчитать по формуле

$$m_{ik} = m_{\Sigma i} \frac{100}{\omega_{\text{анал.к}}}, \quad (2)$$

где $m_{\Sigma i}$ – предельная масса i -ого элемента, мг.

Навески СО массой, не превышающей рассчитанной по формуле 2, вместе с ускоряющей добавкой поместить в керамические тигли и провести измерения выходного сигнала анализатора. Провести не менее пяти измерений выходного сигнала для каждого элемента.

11.1.2 Определение чувствительности и относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала с использованием матричных СО, содержащих углерод, серу и/или водород

Выбрать один СО, содержащий все определяемые элементы, или несколько СО, содержащих по одному определяемому элементу. Аттестованное значение массовой доли углерода, серы и водорода в СО должно находиться в диапазоне от 0,001 до 1 %. Рекомендуется выбрать СО таким образом, чтобы аттестованное значение углерода, серы и водорода в СО было в 10 раз больше начала диапазона показаний массовой доли элементов, указанного в паспорте на анализатор.

Навески СО массой от 200 до 500 мг вместе с ускоряющей добавкой поместить в керамические тигли и провести измерения выходного сигнала анализатора. Провести не менее пяти измерений выходного сигнала для каждого элемента.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Для результатов измерений, полученных по 11.1, рассчитать чувствительность для каждого j -ого результата измерений выходного сигнала i -ого элемента (N_{ij} , у.е./мг), среднее арифметическое значение чувствительности к i -ому элементу (N_i , у.е./мг), среднее арифметическое результатов измерений выходного сигнала i -ого элемента ($\bar{Y}_i$, у.е./мг) и относительное среднее квадратическое отклонение результата измерений выходного сигнала i -ого элемента ($\sigma_{\text{вых.и}}$, %) по формулам

$$N_{ij} = \frac{Y_{ij} \cdot 100}{C_i \cdot m_{ij}}, \quad (3)$$

$$N_i = \frac{\sum_{j=1}^n N_{ij}}{n} \quad (4)$$

$$\bar{Y}_i = \frac{\sum_{j=1}^n \left(\frac{Y_{ij}}{m_{ij}} \right)}{n} \quad (5)$$

$$\sigma_{\text{вых}} = \frac{100}{\bar{Y}_i} \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n \left(\frac{Y_{ij}}{m_{ij}} - \bar{Y}_i \right)^2}{n-1}} \quad (6)$$

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 1), %;

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

n – количество измерений.

Полученные значения чувствительности и относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала должны соответствовать требованиям, приведенным 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