

**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 серы и углерода CS.
Методика поверки»**

МП 75-241-2024

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 ноябре 2024 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения	4
2	Нормативные ссылки	4
3	Перечень операций поверки	5
4	Требования к условиям проведения поверки	5
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку	6
6	Метрологические и технические требования к средствам поверки	6
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	6
8	Внешний осмотр средства измерений	6
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений.....	7
10	Проверка программного обеспечения средства измерений.....	7
11	Определение метрологических характеристик средства измерений	8
12	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям.....	10
13	Оформление результатов поверки.....	11

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на Анализаторы серы и углерода CS (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 молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019 согласно государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31.12.2020 года № 2315.

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 относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала ¹⁾ , %	5
Чувствительность ¹⁾ , у.е./мг, не менее: - углерода - серы	$5 \cdot 10^4$ $1 \cdot 10^6$
Предел обнаружения ²⁾ , млн ⁻¹ : - углерода - серы	5 5

¹⁾ Установлено для матричного стандартного образца с массовой долей элементов от 0,005 до 0,05 %

²⁾ Установлено при номинальной массе навески 1 г

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 31.12.2020 г. № 2315 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах»

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; - определение предела обнаружения.	да	да	11.1
	да	да	11.2
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 Проведение поверки в сокращенном объеме не допускается.

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 60

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 ± 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 76-1-2011	Весы неавтоматического действия MCA225S-2ORU-I, рег.№ 79348-20
	Матричные стандартные образцы массовой доли элементов, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли элементов от 0,005 до 0,05 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности от $\pm 0,002$ до $\pm 0,005$ % при $P=0,95$.	Стандартные образцы состава стали (набор Ст-1 СО УНИИМ) ГСО 11699-2021 / ГСО 11701-2021

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 в окне ПО анализатора при обращении к подпункту меню в описании свойств исполнимого файла ПО HWCS.exe (рис. 1).

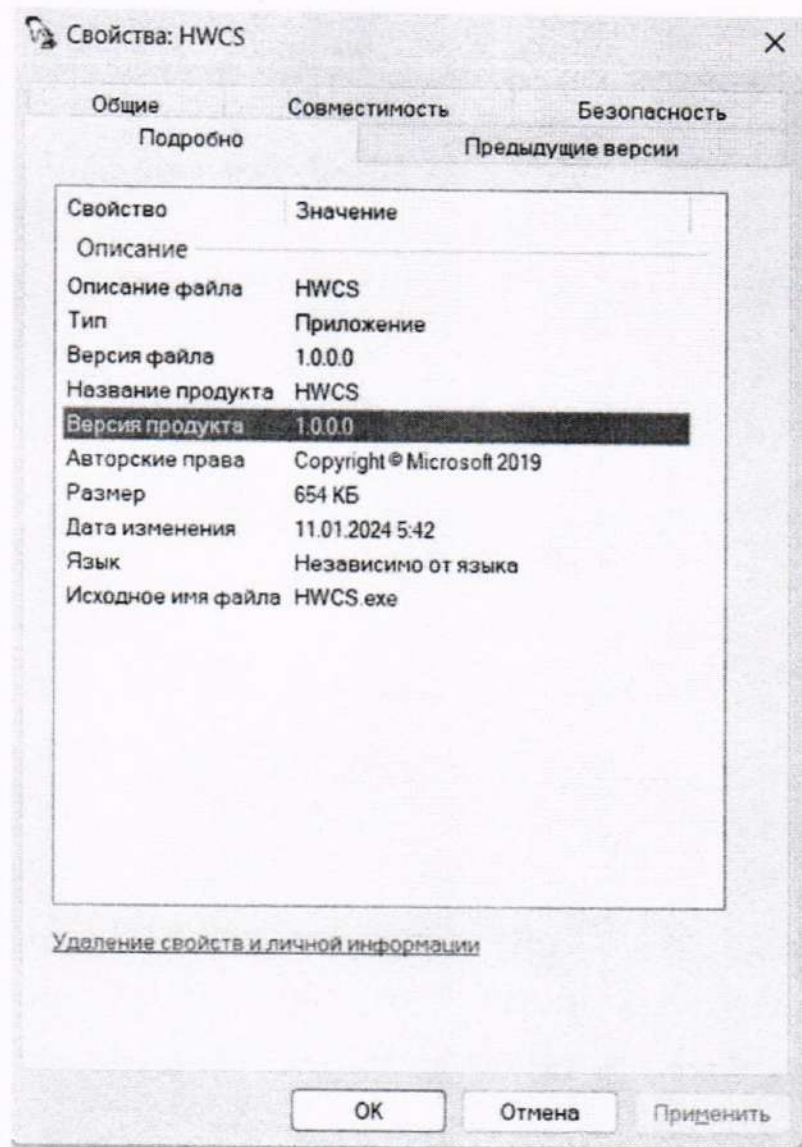


Рисунок 1 – Информация о версии ПО

Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	HWCS
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.X ¹⁾
Цифровой идентификатор ПО	–

¹⁾ X относится к метрологически незначимой части ПО и принимает значения от 0 до 999. 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

11.1.1 Определение чувствительности и относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала провести с использованием стандартных образцов, указанных в таблице 3. Выбрать один СО, содержащий оба определяемых элемента, или два СО,

содержащих по одному определяемому элементу. Аттестованное значение массовой доли углерода и серы в СО должно находиться в диапазоне от 0,005 до 0,05 %.

11.1.2 Взять навески ГСО в следующем порядке:

- поместить предварительно прокаленный керамический тигль (время выдерживания не менее 2 часов при температуре 900 °С) на чашу весов по таблице 3 и выполнить тарирование (установить весы на «ноль»);

- с помощью шпателя, входящего в комплект поставки, взять навески СО массой 0,9 – 2,1 г, добавить 1,0 – 2,0 г катализатора сжигания (плавень вольфрамовый). Дополнительно, для увеличения точности результатов, рекомендуется добавление 1,3 – 1,5 г ускорителя (железа чистотой не менее 99,99 %). При этом навеску СО нужно расположить на дне тигля, по центру. Сначала слоем вокруг навески СО добавить частицы чистого железа, а затем вольфрама;

- 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; «Analysis time» («Время анализа») – указать время 35 с, Sample No. – номер или название образца. В верхней части экрана нажать на кнопку запуска анализа «Start(A)» («Приступить к проведению анализа»). По окончании анализа считать результаты в базе данных.

11.1.4 Провести не менее пяти измерений интенсивности выходного сигнала для углерода и серы.

11.2 Определение предела обнаружения

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

11.2.2 С помощью шпателя, входящего в комплект поставки, взять навеску катализатора сжигания (плавень вольфрамовый) массой 1 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(A)» («Приступить к проведению анализа»). По окончании анализа считать результаты в базе данных.

11.2.3 Провести не менее 5 измерений выходного фонового сигнала каждого определяемого элемента. Результаты измерений занести в протокол.

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 ($\sigma_{\text{вых}i}$, %) по формулам

$$N_{ij} = \frac{Y_{ij} \cdot 100}{C_i \cdot m_{ij}}, \quad (1)$$

$$N_i = \frac{\sum_{j=1}^n N_{ij}}{n} \quad (2)$$

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

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

где Y_{ij} – j -ый результат измерений выходного сигнала i -ого элемента в ГСО, у.е.;
 C_i – аттестованное значение массовой доли i -ого элемента в ГСО, %;
 m_{ij} – j -ая масса пробы для измерений массовой доли i -ого элемента в ГСО, мг;
 n – количество измерений.

Полученные значения чувствительности и относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 1.

12.2 Для результатов измерений, полученных по 11.2, рассчитать среднее арифметическое значение выходного фонового сигнала для каждого элемента ($\bar{Y}_{\phi i}$, у.е.), среднее квадратическое отклонение полученных значений выходного фонового сигнала ($S_{\phi i}$, у.е.) и предел обнаружения (C_{α} , млн⁻¹) каждого проверяемого элемента по формулам:

$$\bar{Y}_{\phi i} = \frac{\sum_{j=1}^n Y_{\phi ij}}{n} \quad (5)$$

$$S_{\phi i} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (Y_{\phi ij} - \bar{Y}_{\phi i})^2}{n-1}} \quad (6)$$

$$C_{oi} = \frac{3 \cdot S_{\phi i}}{N_i} \cdot 1000 \quad (7)$$

где $Y_{\phi ij}$ – результат j -го измерения выходного фоновых сигнала i -го элемента, у.е.;
 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.

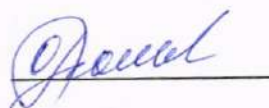
13.3 Нанесение знака поверки и пломбирование анализатора не предусмотрено.

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.

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