

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии**

**Уральский научно-исследовательский институт метрологии -  
филиал Федерального государственного унитарного предприятия  
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии  
им. Д.И. Менделеева»  
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)**

**Согласовано**

И.о. директора УНИИМ –  
филиала ФГУП «ВНИИМ  
им. Д.И. Менделеева»



Собина

"31" марта 2021 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА  
ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Анализаторы газообразующих элементов  
в неорганических материалах Bruker  
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

**МП 25-251-2020**

**г. Екатеринбург  
2021 г.**

## 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:** ст. инженер лаб. 251 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» А.С. Засухин.

3. **СОГЛАСОВАНА** и.о. директора УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в марте 2021 г.

## СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения.....	4
2	Нормативные ссылки .....	4
3	Перечень операций поверки .....	4
4	Требования к условиям проведения поверки .....	5
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку .....	5
6	Метрологические и технические требования к средствам поверки .....	5
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	7
8	Внешний осмотр средства измерений .....	7
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 .....	8
13	Оформление результатов поверки .....	10
	ПРИЛОЖЕНИЕ А .....	11

<b>Государственная система обеспечения единства измерений Анализаторы газообразующих элементов в неорганических материалах Bruker. Методика поверки</b>	<b>МП 25-251-2020</b>
---	-----------------------

Дата введения в действие: \_\_\_\_\_ 2021 г.

## 1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы газообразующих элементов в неорганических материалах Bruker (далее – анализаторы), выпускаемые фирмой «Bruker AXS GmbH», Германия, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость анализатора обеспечивается:

– к стандартным образцам утвержденного типа, аттестованным путем проведения межлабораторного эксперимента, согласно приказа Минпромторга РФ от 28.08.2020 г. № 2905, посредством применения поверенных средств измерений, прослеживаемых к соответствующим эталонам;

– к ГЭТ 154-2019 «Государственному первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 14.12.2018 г. № 2664 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах»;

## 2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

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

– Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2905 «Об утверждении порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, порядка утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений, внесения изменений в сведения о них, порядка выдачи сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, формы сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений и порядка их нанесения»;

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

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

## 3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при поверке	
		первичная	периодическая
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
Внешний осмотр	8	да	да
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	9	да	да
Проверка программного обеспечения	10	да	да
Определение метрологических характеристик	11		



Продолжение таблицы 1

1	2	3	4
Определение относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли элементов	11.1	да	да
Проверка диапазона измерений массовой доли элементов	11.2	да	нет
Определение чувствительности	11.3	да	да
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	12	да	да
Оформление результатов поверки	13	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций проводится настройка анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

3.3 На основании письменного заявления владельца допускается проводить периодическую поверку для меньшего числа измеряемых элементов и/или на меньшем числе поддиапазонов измерений, для которых предполагается использовать анализатор, с указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

#### 4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 20 ± 5
- относительная влажность воздуха, % от 20 до 80
- напряжение переменного тока, В от 210 до 230
- частота переменного тока, Гц от 49 до 51

#### 5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в порядке, установленном Росстандартом, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на анализатор.

#### 6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Наименование	Метрологические и технические требования
1	2
ГСО 9725-2010 Стандартный образец состава стали углеродистой типа 10кп	Аттестованное значение массовой доли азота 0,0043 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения ± 0,0001 % при P = 0,95; аттестованное значение массовой доли кислорода 0,0200 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения ± 0,0004 % при P = 0,95

Продолжение таблицы 2

1	2
ГСО 8725-2005 Стандартный образец массовой доли кислорода, водорода и азота в стали углеродистой (СГ-18)	Аттестованное значение массовой доли азота 0,00384 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,00016$ % при $P = 0,95$ ; аттестованное значение массовой доли кислорода 0,00167 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,00016$ % при $P = 0,95$ ; аттестованное значение массовой доли водорода 0,00015 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,00003$ % при $P = 0,95$
ГСО 11012-2017 Стандартный образец состава титана Т-876 СО ЛЕКО	Интервал аттестованных значений массовой доли кислорода от 0,10 до 1,00 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,01$ % при $P = 0,95$ ; интервал аттестованных значений массовой доли азота от 0,0020 до 0,0050 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,002$ % при $P = 0,95$ ; интервал аттестованных значений массовой доли водорода от 0,0020 до 0,0050 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,0005$ % при $P = 0,95$
ГСО 11575-2020 Стандартный образец состава титана (Ti NON СО УНИИМ)	Интервал аттестованных значений массовой доли азота от 0,001 до 0,02 %, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения от $\pm 10$ до $\pm 20$ % при $P = 0,95$ ; интервал аттестованных значений массовой доли кислорода от 0,01 до 0,2 %, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 7$ % при $P = 0,95$ ; интервал аттестованных значений массовой доли водорода от 0,0005 до 0,025 %, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения от $\pm 10$ до 20 % при $P = 0,95$
ГСО 10700-2015 Стандартный образец состава искусственной газовой смеси инертных, постоянных и углеводородных газов (ИПУ-Л-1)	Интервал аттестованных значений объемной доли водорода от 5 до 70 %, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения от $\pm 0,2$ до $\pm 1,5$ % при $P = 0,95$
Весы неавтоматического действия I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1	Наибольший предел взвешивания 120 г, дискретность 0,01 мг
Термогигрометр	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п. 4
Мультиметр	Диапазоны измерений напряжения и частоты переменного тока не менее требуемых по п. 4

6.2 Стандартные образцы, применяемые для поверки, должны иметь действующий паспорт, средства измерений должны быть поверены.

6.3 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и диапазон измерений.



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

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

## 8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре необходимо установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в руководстве по эксплуатации (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, поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

## 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Подготовить анализатор в соответствии с руководством по эксплуатации, при необходимости провести градуировку.

9.2 При включении анализатора осуществляется автоматическое тестирование электроники и аппаратных средств анализатора.

## 10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора.

10.2 В случае ПО GA Client провести проверку наименования и номера версии ПО в панели инструментов операционной системы WINDOWS, выбрав пункт «Программы и компоненты». В открывшемся окне найти сток GA Client и убедиться в корректности номера версии. Копия экрана с окном с номером версии ПО приведена на рисунке 1.

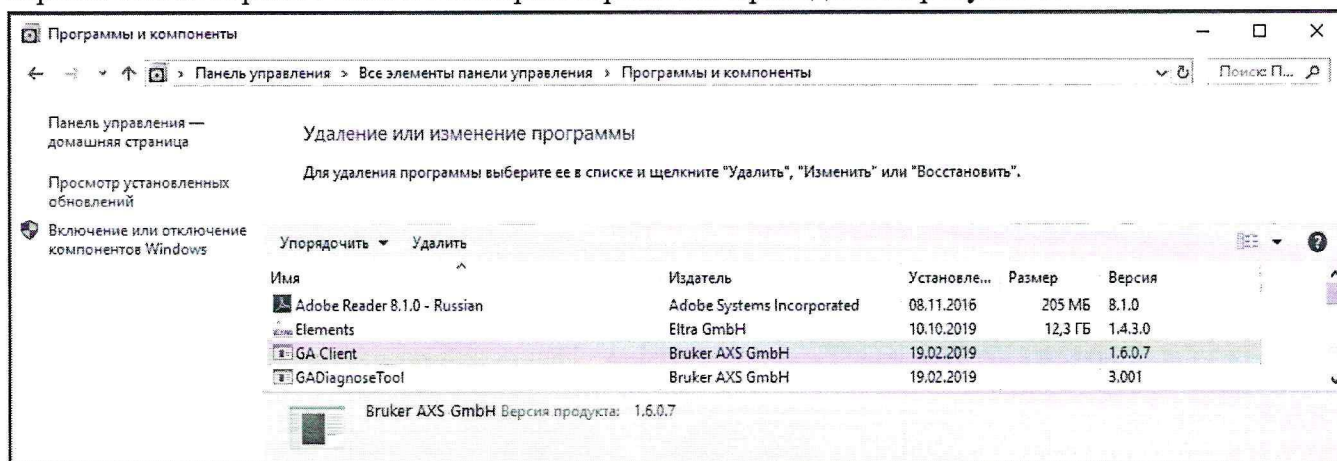


Рисунок 1 – Окно с названием и номером версии ПО

10.3 В случае ПО Fusion.Elements провести проверку наименования и номера версии ПО путем запуска ПО и дальнейшего вывода из ПО на экран монитора номера версии ПО и его идентификационного наименования.

10.4 В том или другом случае номер версии ПО и идентификационное наименование ПО должны соответствовать данным, приведенным в таблице 3

Таблица 3 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	Идентификационное наименование ПО	GA Client <sup>1)</sup>
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.0.0	не ниже 7.0.0
Цифровой идентификатор ПО	-	
<sup>1)</sup> Анализаторы поставляются с одним из указанных ПО		

## 11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли элементов

11.1.1 Определение относительного СКО результата измерений массовой доли элементов для анализаторов моделей G8 GALILEO и G6 LEONARDO провести при помощи твердых ГСО по п. 6.1, подготовленных в соответствии с пп. А1-А2 приложения А настоящей методики поверки.

11.1.2 Определение относительного СКО результата измерений массовой доли водорода для анализатора модели G4 PHOENIX провести при помощи ГСО-ПГС по п. 6.1 и набора встроенных в анализатор газовых доз, подготовку проб провести в соответствии с пп. А3-А4 приложения А настоящей методики поверки.

11.1.3 Провести не менее пяти измерений массовой доли элементов на анализаторе:

– при поверке во всем диапазоне измерений – не менее одной точки в каждом поддиапазоне измерений;

– при поверке на меньшем числе поддиапазонов измерений – не менее двух точек в каждом поддиапазоне измерений (в начале и конце поддиапазона).

Результаты измерений массовой доли элементов занести в протокол.

11.2 Проверку диапазона измерений массовой доли элементов провести одновременно с определением относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли элементов по п. 11.1.

11.3 Определение чувствительности

11.3.1 Определение чувствительности анализаторов моделей G8 GALILEO и G6 LEONARDO провести путем измерений площадей пиков элементов с использованием твердых ГСО по п. 6.1 настоящей методики поверки, аттестованные значения массовой доли элементов в которых находятся в диапазоне от 0,001 до 0,01 %. Провести не менее 5 измерений площади пика элемента, результаты измерений занести в протокол.

11.3.2 Определение чувствительности анализатора модели G4 PHOENIX проводят путем измерения ГСО-ПГС по п. 6.1 настоящей методики поверки с использованием одной из встроенных в анализатор газовых доз. Провести не менее 5 измерений площади пика элемента, результаты измерений занести в протокол.

## 12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 По результатам измерений массовой доли элементов, полученных по п. 11.1 настоящей методики поверки рассчитать относительное СКО результата измерений массовой доли элементов  $\sigma_i$ , %, по формуле

$$\sigma_i = \frac{100}{\bar{C}_i} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (C_{ij} - \bar{C}_i)^2}{n - 1}}, \quad (1)$$

где  $n$  – количество измерений;

$C_{ij}$  –  $j$ -й результат измерений массовой доли  $i$ -го элемента в ГСО, %;

$\bar{C}_i$  – среднеарифметическое результатов измерений массовой доли  $i$ -го элемента в ГСО, %;



$$\bar{c}_i = \frac{\sum_{i=1}^n C_{ij}}{n} \quad (2)$$

Значения относительного СКО результатов измерений массовой доли элементов, полученных по формуле (1), не должны превышать допускаемых значений относительного СКО, приведенных в таблице 4.

12.2 За диапазоны измерений анализатора принимаются диапазоны измерений массовой доли элементов, приведенные в таблице 4, если полученные значения относительного СКО результата измерений массовой доли элементов по п. 12.1 настоящей методики поверки удовлетворяют требованиям таблицы 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значения для модели		
	G8 GALILEO	G6 LEONARDO	G4 PHOENIX
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
Диапазон измерений:			
- массовой доли кислорода, %	от 0,0001 до 1	от 0,0001 до 1	-
- массовой доли азота, %	от 0,0001 до 1	от 0,0001 до 1	-
- массовой доли водорода, %	от 0,00001 до 0,15	от 0,00001 до 0,15	от 0,00001 до 0,1
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли элементов, %, в поддиапазонах измерений:			
- от 0,00001 до 0,0001 % включ.		15	
- св 0,0001 до 0,001 % включ.		10	
- св. 0,001 до 0,1 % включ.		7	
- св. 0,1 до 1 %		3	
Чувствительность, (имп.·с)/(%·мг), не менее <sup>1)</sup> :			
- по кислороду	2 000	2 000	-
- по азоту	1 000	9	-
- по водороду	50 000	100	50 000

<sup>1)</sup> Для моделей G8 GALILEO и G6 LEONARDO при использовании ГСО, аттестованные значения массовой доли элементов в которых находятся в диапазоне от 0,001 до 0,01 %. Для модели G4 PHOENIX при использовании ГСО 10700-2015, аттестованные значения объемной доли водорода в котором находится в диапазоне от 5 до 70 %.

12.3 По результатам измерений площадей пиков элементов по п. 11.3 настоящей методики поверки рассчитать чувствительность анализатора для *i*-го элемента  $S_i$ , (имп.·с)/(%·мг), по формуле

$$S_i = \frac{\sum_{i=1}^n S_{ij}}{n}, \quad (3)$$

где

$$S_{ij} = \frac{I_{ij}}{C_i \cdot g_{ij}}, \quad (4)$$

где  $I_{ij}$  – *j*-й результат измерения площади пика *i*-го элемента ГСО, имп.·с;

$C_i$  – аттестованное (моделируемое) значение массовой доли  $i$ -го элемента в ГСО в соответствии с приложением А к настоящей программе испытаний, %;

$g_{ij}$  –  $j$ -ая масса пробы для измерений массовой доли  $i$ -го элемента ГСО, мг (для анализатора модели G4 PHOENIX  $g_{ij} = 1000$  мг).

Полученные значения чувствительности должны соответствовать данным, приведенным в таблице 4.

### **13 Оформление результатов поверки**

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 30.07.2020 № 2510 или действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений. Знак поверки наносится на боковую панель анализатора.

13.3 При отрицательных результатах поверки анализатор к применению не допускают и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 30.07.2020 г. № 2510 или действующими на момент проведения поверки нормативными правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

13.4 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 «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».

Ст. инженер лаб. 251 УНИИМ – филиала  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»



А.С. Засухин

## ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

### Процедура приготовления навесок стандартных образцов

А.1 Приготовление навесок стандартных образцов с известными значениями массовой доли элементов провести в соответствии с таблицей А.1 путем отбора навесок в предварительно взвешенный тигель с помощью весов лабораторных электронных I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

А.2 Рассчитать моделируемое значение массовой доли элемента в подготовленной навеске по формуле

$$C_i = A_i \cdot \frac{g_1}{g_2}, \quad (\text{A.1})$$

где  $A_i$  – аттестованное значение массовой доли элемента в соответствии с паспортом, %;  
 $C_i$  – моделируемое значение массовой доли элемента, %;  
 $g_1$  – масса отобранной навески ГСО с помощью весов, г;  
 $g_2$  – масса навески, заданная в анализаторе, которая устанавливается вручную в ПО анализатора, г.

Таблица А.1 – Моделирование массовой доли элементов с помощью навесок стандартных образцов твердых веществ

№ ГСО	Элемент	Аттестованное значение массовой доли элемента, %	Масса ГСО, $g_1$ , г	Масса ГСО, $g_2$ , г	Моделируемое значение массовой доли элемента, %
ГСО 8725-2005	Кислород	0,00167	0,5	1	0,00084
ГСО 8725-2005		0,00167	0,5	0,5	0,00167
ГСО 9725-2010		0,02	1	1	0,02
ГСО 11012-2017		0,311	0,5	0,5	0,311
ГСО 8725-2005	Азот	0,00384	0,1	1	0,000384
ГСО 9725-2010		0,0043	0,5	0,5	0,0043
ГСО 11575-2020		0,016	0,1	0,1	0,016
ГСО 10152-2012		0,0055	1	0,1	0,055
ГСО 11012-2017	Водород	0,00152	0,1	2	0,000076
ГСО 11012-2017		0,00152	0,1	0,2	0,0076
ГСО 11575-2020		0,0041	0,1	0,1	0,0041
ГСО 11575-2020		0,0041	0,3	0,1	0,0123

А.3 Модельные значения массовой доли водорода при определении метрологических характеристик анализаторов моделей G4 PNOENIX получают с использованием набора встроенных газовых доз и ПГС-ГСО. Объем газовых доз приведен в РЭ анализаторов.

А.4. Рассчитать моделируемое значение массовой доли водорода в газовой дозе по формуле

$$C_H = \frac{p \cdot A_H \cdot V \cdot M_H}{g_2 \cdot R \cdot (t + 273,15)} \cdot 10^{-3}, \quad (\text{A.2})$$

где  $A_H$  – аттестованное значение объемной (молярной) доли водорода ПГС-ГСО в соответствии с паспортом, %;

$C_H$  – моделируемое значение массовой доли водорода, %;



$g_2$  – масса навески задаваемая в анализатор,  $g_2 = 1000$  мг;  
 $t$  – температура окружающего воздуха, °С;  
 $p$  – давление окружающего воздуха, принимается равным 101 325 Па;  
 $M_H$  – молярная масса водорода, равная 2,015880 г/моль;  
 $R$  – универсальная газовая постоянная, Дж/(моль·К),  $R = 8,3144598$  Дж/(моль·К);  
 $V$  – действительный объём газовой дозы в соответствии с РЭ анализатора, см<sup>3</sup>.