

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ»
(ФГУП «УНИИМ»)**

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»



С.В. Медведевских

" 1 / 2019 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы углерода, серы и воды LECO CS844, SC832 и RC-612

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 104-241-2019

Екатеринбург

2019

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Зеньков Е.О.
- 3 УТВЕРЖДЕНА директором ФГУП «УНИИМ» в ноябре 2019 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....	6
6	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКИ К НЕЙ.....	6
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....	6
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	7
8.1	ВНЕШНИЙ ОСМОТР.....	7
8.2	ОПРОБОВАНИЕ.....	7
8.3	ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК.....	7
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	8
	ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	10
	ПРИЛОЖЕНИЕ Б	12

Государственная система обеспечения единства измерений Анализаторы углерода, серы и воды LECO CS844, SC832 и RC-612 Методика поверки	МП 104-241-2019
--	-----------------

Дата введения: ноябрь 2019 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы углерода, серы и воды LECO CS844, SC832 и RC-612 (далее - анализаторы) производства фирмы «LECO Corporation», США и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Настоящая методика поверки распространяется на следующие модели анализаторов: RC-612, SC832, S832, C832, SC832DR, S832DR, SC832HT, S832HT, C832HT, CS844ES, S844ES.

Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России N 1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минтруда России №328н от 24.07.2013 «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

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

ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

3 Операции поверки

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3		
3.1 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли углерода, серы и воды	8.3.1	да	да
3.2 Проверка диапазонов измерений массовой доли углерода, серы и воды	8.3.2	да	нет

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- ГСО 10441-2014 (массовая доля серы 0,00033 %, абс. погрешность $\pm 0,00005$ %);
- ГСО 966-91П (массовая доля серы 0,0069 %, абс. погрешность $\pm 0,0003$ %);
- ГСО 890-92П (массовая доля серы 0,0028 %, абс. погрешность $\pm 0,00024$ %);
- ГСО 4463-92П (массовая доля углерода 0,0023 %, абс погрешность $\pm 0,00027$ %, массовая доля серы 0,0057 %, абс погрешность $\pm 0,0004$ %);
- ГСО 6139-91 (массовая доля углерода 4,33 %, абс погрешность $\pm 0,005$ %, массовая доля серы 0,0101 %, абс погрешность $\pm 0,0012$ %);
- ГСО 1424-89П (массовая доля углерода 0,136 %, абс погрешность $\pm 0,0024$ %, массовая доля серы 0,193 %, абс погрешность $\pm 0,003$ %);
- ГСО 666-81П (массовая доля углерода 0,0036 %, абс. погрешность $\pm 0,0005$ %; массовая доля серы 0,0042 %, абс. погрешность $\pm 0,0002$ %);
- ГСО 1692-87П (массовая доля углерода 0,040 %, абс. погрешность $\pm 0,001$ %);
- ГСО 9683-2010 (массовая доля серы 38,6 %, абс. погрешность $\pm 0,3$ %);
- ГСО 1479-91П (массовая доля углерода 0,0097 %, абс. погрешность $\pm 0,0004$ %);
- ГСО 10876-2017/10878-2017 (массовая доля серы 3,0 %, абс. погрешность $\pm 0,05$ %; массовая доля углерода 90 %, абс. погрешность ± 1 %);
- ГСО 2739-83 СЗК-3 (массовая доля серы 26,0 %, абс. погрешность $\pm 0,2$ %);
- ГСО 1130-92П (массовая доля серы 0,0015 %, абс. погрешность $\pm 0,0001$ %);

- стандартный образец моногидрата оксалата кальция ГСО 10169-2012 (аттестованное значение – потеря массы при прокаливании 12,11 % (H₂O), 18,94 % (CO), 29,49 % (CO₂), относительная погрешность ± 0,25 %);

- ГЭТ 173-2017 Государственный первичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации воды в твердых веществах и материалах; диапазон измерений массовой доли воды от 0,001 до 100 %; неисключенная относительная систематическая погрешность $\theta_0 = (1,5 - 0,04) \%$ в диапазоне от 0,1 до 100 %, $\theta_0 = (4,0 - 1,2) \%$ в диапазоне от 0,001 до 0,1 %;

- весы неавтоматического действия I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1.

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и диапазоны измерений.

4.3 Допускается проведение периодической поверки анализаторов, используемых для измерений меньшего числа величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений, на основании письменного заявления владельца анализаторов, оформленного в произвольной форме.

5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №328н от 24 июля 2013 г., требования ГОСТ 12.2.007.0. Для выполнения измерений допускаются лица, прошедшие инструктаж и обученные работе с анализатором.

6 Условия поверки и подготовки к ней

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия, если иные не оговорены особо:

- | | |
|---------------------------------------|-------------|
| - температура окружающего воздуха, °C | от 15 до 25 |
| - относительная влажность воздуха, % | от 20 до 80 |

6.2 Анализаторы устанавливаются вдали от источников магнитных и электрических полей.

7 Подготовка к поверке

Анализаторы подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее - РЭ).

Стандартные образцы, используемые при поверке, подготовить к работе в соответствии с паспортом.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений анализаторов;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование

8.2.1 Включить анализатор и запустить пробную процедуру измерения одного из ГСО, указанных в разделе 4. Убедиться, что анализатор функционирует и результаты измерения выводятся на экран персонального компьютера с использованием программного обеспечения анализатора.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение для модификаций	
	CS844ES, S844ES SC832, SC832DR, SC832HT, S832, S832DR, S832HT, C832	RC612
Идентификационное наименование ПО	Cornerstone™	LECO Eclipse lecoRC.leco
Номер версии ПО	не ниже 2.84	не ниже 1.3
Цифровой идентификатор ПО	-	-

8.3 Проверка метрологических характеристик

8.3.1 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли углерода, серы и воды

Проверку относительной погрешности измерений массовой доли углерода и серы провести с использованием ГСО, указанных в разделе 4 и навесок ГСО, приготовленных по приложению А (Для модели RC612 используют ГСО 10169-2012 с различной массой навески по приложению А).

Проверку относительной погрешности измерений массовой доли воды провести с использованием рабочих проб, в которых массовая доля воды определена с помощью ГЭТ 173-2017.

Провести не менее пяти измерений массовой доли компонента в не менее, чем двух точках каждого поддиапазона измерений в соответствии с РЭ каждого ГСО (рабочей пробы). Для каждого ГСО (рабочей пробы) рассчитать среднее арифметическое значение ($\bar{X}_j$), СКО (S_j) и относительную погрешность (δ_j) измерений массовой доли компонента по формулам:

$$\bar{X}_j = \frac{\sum_{i=1}^n X_{ij}}{n}, \quad (1)$$

$$S_j = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_{ij} - \bar{X}_j)^2}{n-1}}, \quad (2)$$

$$\delta_j = \frac{100}{A_j} \cdot \frac{\frac{tS_j}{\sqrt{n}} + |\bar{X}_j - A_j| + |\Delta A_j|}{\left[\frac{S_j}{\sqrt{n}} + \frac{|\bar{X}_j - A_j| + |\Delta A_j|}{\sqrt{3}} \right]} \cdot \sqrt{\frac{\left(|\bar{X}_j - A_j| + |\Delta A_j| \right)^2}{3} + \frac{S_j^2}{n}}, \quad (3)$$

где X_{ij} – результат i -го измерения массовой доли компонента в j -м ГСО (рабочей пробе), %;

A_j и ΔA_j – аттестованные значения массовой доли компонента в j -ом ГСО (рабочей пробе) и их погрешность соответственно, %;

t – коэффициент Стьюдента, который зависит от доверительной вероятности P и числа результатов наблюдений n , равен 2,78 для $n = 5$ при $P = 0,95$;

n – количество измерений.

Полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли углерода, серы и воды должны удовлетворять требованиям таблиц Б.1-Б.2.

8.3.2 Проверка диапазонов измерений массовой доли углерода, серы и воды

Проверку диапазонов измерений массовой доли углерода, серы и воды провести одновременно с проверкой относительной погрешности по 8.3.1 (провести измерения массовой доли углерода, серы и воды в начале и в конце каждого поддиапазона измерений).

Полученные значения диапазонов измерений массовой доли углерода, серы и воды должны удовлетворять требованиям таблиц Б.1-Б.2.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформить протокол проведения поверки в свободной форме.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815. Знак поверки в виде оттиска поверительного клейма наносится на свидетельство о поверке.

9.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815.

Разработчик:

Инженер I кат. лаб.241 ФГУП «УНИИМ»



Зеньков Е.О.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

А.1 Подготовка проб ГСО 10169-2012 к проведению измерений

А.1.1. Для подготовки проб ГСО 10169-2012 к измерениям массы углерода используют:

- ГСО 10169-2012;
- весы лабораторные электронные I (специального) класса точности.

А.1.2 Приготовить пробы на основе ГСО 10169-2012 путем взвешивания навески исходного ГСО согласно таблице А.1.

Расчетные значения массовой доли углерода в пробах и их абсолютные погрешности приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 – Расчетные значения массовой доли углерода в ГСО 10169-2012

Аттестованное значение массовой доли CO ₂ в ГСО, %	Массовая доля углерода в ГСО, %	Масса навески ГСО, мг	Расчетное значение массовой доли углерода в ГСО, %	Относительная погрешность расчетного значения массовой доли углерода в пробе, %
18,94	8,05	1	0,0322	0,5
		10	0,3220	0,5
		100	3,2201	0,6
		500	16,101	1,0

А.2 Процедура приготовления навесок ГСО

А.2.1 Приготовление навесок ГСО с известными значениями массовой доли провести путем отбора навесок в предварительно взвешенный тигель с помощью весов неавтоматического действия I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

А.2.2 Рассчитать моделируемое значение (A') массовой доли элемента в подготовленной навеске по формуле

$$A' = A \cdot \frac{m_1}{m_2}, \quad (A.1)$$

где A - аттестованное значение массовой доли углерода в ГСО, %;

m_1 - масса навески ГСО, измеренная на весах, г;

m_2 - масса навески, которая устанавливается вручную в ПО анализатора, г.

Таблица А.2 – Примеры расчета моделируемых значений массовой доли элементов в навеске ГСО*

ГСО	Элемент	Аттестованное значение массовой доли элемента в ГСО	Масса навески ГСО m_1 , г	Масса навески ГСО m_2 , г	Моделируемое значение массовой доли элемента, %
ГСО 666-81П	Углерод	0,0036	0,25	1	0,0009
ГСО 4463-92П	Углерод	0,0023	0,30	1	0,00069

*Примечание – расчеты приведены для примера. Значения навесок ГСО следует выбирать исходя из аттестованного значения ГСО и требуемого моделируемого значения массовой доли элемента.

Приложение Б
(обязательное)
Метрологические характеристики анализаторов

Таблица Б.1 - Метрологические характеристики анализаторов модификаций CS844ES, S844ES и RC-612

Наименование характеристики	Значение для модели		RC612
	CS844ES	S844ES	
Диапазон измерений массовой доли*, % (массы, мг)			
- углерода	от $0,6 \cdot 10^{-4}$ до 6 (от 0,00006 до 60)	-	от $5 \cdot 10^{-3}$ до 20
- серы	от $0,11 \cdot 10^{-4}$ до 6 (от 0,00001 до 60)		-
- воды	-	-	от $1 \cdot 10^{-2}$ до 20
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли углерода, % в поддиапазонах измерений: - от $0,6 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-3}$ % включ. - св. $1 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-3}$ % включ. - св. $5 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2}$ % включ. - св. $5 \cdot 10^{-2}$ до 20 % включ.	± 40 ± 25 ± 15 $\pm 4,5$	-	$\pm 4,5$ $\pm 4,5$
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли серы, %, в поддиапазонах измерений: - от $0,1 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-3}$ % включ. - св. $2 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-3}$ % включ. - св. $5 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2}$ % включ. - св. $5 \cdot 10^{-2}$ до 6 % включ.	± 40 ± 25 ± 15 $\pm 4,5$		
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли воды, %	-	-	$\pm 4,5$
* Диапазоны измерений массовой доли углерода и серы анализаторов модификаций CS844ES, S844ES приведены для массы навески 1 г			

Диапазоны измерений массовой доли углерода и воды анализаторов модификации RC612 приведены для массы навески 0,25 г

Таблица Б.2 - Метрологические характеристики анализаторов модификаций SC832, S832, C832, SC832DR, S832DR, SC832HT, S832HT

Наименование характеристики	Значение для модификаций							
	SC832	S832	C832	SC832DR	S832DR	SC832HT	S832HT	C832HT
Диапазон измерений массовой доли*, % (массы, мг):								
- углерода	от $8,75 \cdot 10^{-3}$ до 100 (от 0,008 до 30)	-	от $8,75 \cdot 10^{-3}$ до 100 (от 0,008 до 30)		-	от $8,75 \cdot 10^{-3}$ до 100 (от 0,008 до 30)	-	от $8,75 \cdot 10^{-3}$ до 100 (от 0,008 до 30)
- серы	от $4 \cdot 10^{-3}$ до 15 (от 0,008 до 30)		-	от $1,75 \cdot 10^{-3}$ до 49				-
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли углерода, %, в поддиапазонах измерений:		-			-		-	
- от $8,75 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2}$ % включ.	± 15		± 15	± 15		± 15		± 15
- св. $5 \cdot 10^{-2}$ до 100 % включ.	$\pm 4,5$		$\pm 4,5$	$\pm 4,5$		$\pm 4,5$		$\pm 4,5$
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли серы, %, в поддиапазонах измерений:			-					-
- от $1,75 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-3}$ % включ.	± 25	± 25		± 25	± 25	± 25	± 25	
- св. $5 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2}$ % включ.	± 15	± 15		± 15	± 15	± 15	± 15	
- св. $5 \cdot 10^{-2}$ до 49 % включ.	$\pm 4,5$	$\pm 4,5$		$\pm 4,5$	$\pm 4,5$	$\pm 4,5$	$\pm 4,5$	

* Диапазоны измерений массовой доли углерода и серы приведены для массы навески 200 мг