

**УТВЕРЖДАЮ**  
Руководитель ГЦИ СИ ФГУП  
"ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"



Н.И.Ханов  
2011 г.

Анализаторы общего углерода и общей серы

**multi EA 4000**


**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

МП 242-1209-2011

Руководитель отдела  
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

  
Л.А. Конопелько

Ст.научный сотрудник  
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

  
М.А. Мешалкин

С.-Петербург  
2011

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы общего углерода и общей серы **multi EA 4000** фирмы "Analytik Jena AG", Германия и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввоза в РФ и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Межповерочный интервал - 1 год.

## 1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции при	
			первичной поверке	периодической поверке
1.	Внешний осмотр.	п.6.1	да	да
2.	Опробование.	п. 6.2	да	да
3.	Проверка подлинности и целостности ПО « MultiWin »	п.6.2.2		
4.	Определение метрологических характеристик	п. 6.3	да	да

1.2. Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

## 2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2.

№ п/п	Номер пункта МП	Наименование, тип, марка эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки.	ГОСТ, ТУ или основные технические и (или) метрологические характеристики
1.	6.3	СО состава стали легированной 110Г13Л	ГСО 2011-90П (индекс С51г).
2.		Меди оксид порошкообразный кв. «ч.д.а.»	ГОСТ 16539-79
3.		Ванадия пятиокись кв. «х.ч.»	ТУ 6-09-02-466-88
4.	6.3	Весы лабораторные не ниже 2 кл. точности с пределом взвешивания 20 или 200 г	ГОСТ 24104-2001
5.	4.1	Барометр-анероид М-110	ТУ 25.04-1799-75 (№3745-73 по Госреестру СИ РФ)
6.	4.1	Психрометр аспирационный МВ-4-М или МВ-4-2М	ТУ 25-1607.054-85 (№10069-01 по Госреестру СИ РФ)
7.	4.1	Термометр лабораторный ТЛ4-Б2	ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (0 - 50)° С, цена деления 0,1° С.

2.2. Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице, но допущенных к применению в РФ в установленном порядке, класс точности и характеристики которых не хуже указанных.

2.3. Все средства измерений, указанные в таблице, должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства, а стандартный образец должен иметь действующий паспорт.

### 3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.

3.1. При проведении поверки должны соблюдаться требования безопасности, изложенные в Руководстве по эксплуатации (далее в тексте –РЭ) анализаторов.

### 4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ.

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

диапазон температуры окружающей среды	$(20 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$ ;
диапазон атмосферного давления	от 84 до 106,7 кПа;
диапазон относительной влажности воздуха	от 45 до 80 %;
напряжение питания	$(220^{+22}_{-33})\text{В}$ ;
частота питания переменного тока	$(50 \pm 1) \text{ Гц}$ .

Напряжение линии должно быть устойчивым и свободным от скачков.

### 5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

5.1.1. Прогреть анализатор не менее двух часов.

### 6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.

#### 6.1. Внешний осмотр

6.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие маркировки и комплектности анализаторов технической документации, входящей в комплект анализатора;
- отсутствие внешних повреждений и загрязнений, влияющих на работоспособность анализаторов;
- четкость всех надписей на приборах;
- исправность органов управления, настройки и коррекции (кнопки, переключатели, тумблеры).

6.1.2. Анализатор считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

#### 6.2. Опробование

6.2.1 Анализатор считается прошедшим опробование, если после включения питания и запуска программы на дисплее появляется стартовое окно программы управления прибором.

6.2.2 Проверка подлинности и целостности ПО « MultiWin ».

6.2.2.1. Проверка подлинности и целостности ПО « MultiWin » проводится путем расчета цифрового идентификатора программного обеспечения (контрольной суммы метрологически значимой части ПО) с помощью программы HashTab версии 4.0.0 или выше.

6.2.2.2. Порядок действий при расчете контрольной суммы:

- в папке MultiWin, в которой находятся файлы программы, найти файл MultiWin.exe и установить на него курсор;
- нажать правую кнопку мыши и выбрать пункт «свойства»;

-в открывшемся окне выбрать закладку «Хеш-сумма файлов», в которой выбрать строку MD5;

-из указанной строки считать значение хеш-суммы (цифрового идентификатора ПО).

6.2.2.3. Система считается выдержавшей проверку по п.6.2.2, если полученный цифровой идентификатор ПО имеет следующий вид:

B7FB40D82E4F59D520F3A8D275DE5A1B.

### 6.3. Определение метрологических характеристик.

#### 6.3.1. Определение чувствительности

##### 6.3.1.1. Установить следующие условия измерений:

-температура печи - 1400 °С;

- определяемые параметры – углерод и сера.

6.3.1.2. Используя лабораторные весы подготовить одну навеску 0,2±0,005 г стандартного образца и две навески 0,1±0,01 г плавня. В качестве плавня используется оксид меди или пятиокись ванадия.

6.3.1.3. Провести процедуру измерения холостой пробы, для чего первую навеску плавня поместить в лодочку и установить лодочку с плавнем в слот анализатора.

6.3.1.4. Запустить выполнение команду «Холостая проба лодочки». Полученные интенсивности выходного сигнала для углерода и серы использовать для расчета по формуле (1) в качестве параметра «Интенсивность холостого сигнала» ( $I_{хол}$ ).

6.3.1.5. Поместить в лодочку навеску стандартного образца и присыпать её навеской плавня.

6.3.1.6. Провести процедуру измерения рабочей пробы, используя команду «START Calibration». Полученные интенсивности выходного сигнала для углерода и серы использовать для расчета по формуле (1) в качестве параметра «Интенсивность рабочего сигнала» ( $I_{рб}$ ).

6.3.1.7. Рассчитать чувствительность  $N$ , выраженную в условных единицах интенсивности на мг углерода/серы, по формуле:

$$N = \frac{I_{рб} - I_{хол}}{m} \quad (1)$$

где:  $m_B$ -масса углерода/серы в навеске, мг.

$m_B = C \times m$ .

где:  $m$ - навеска серы/углерода, мг

$C$ - массовая доля серы/углерода в стандартном образце.

6.3.1.8. Анализатор считается выдержавшим проверку по п.6.3.1, если полученные значения чувствительности не менее 80000 у.е./мг для углерода и не менее 30000 у.е./мг.

#### 6.3.2. Определение относительного СКО выходного сигнала.

6.3.2.1. Используя лабораторные весы, подготовить пять навесок стандартного образца массой 0,2±0,005 г и пять навесок плавня массой 0,1±0,01 г.

6.3.2.2. Поочередно для всех пяти навесок провести процедуру измерения рабочей пробы, используя команду «START Measurement». Перед измерением поместить в лодочку навеску стандартного образца и присыпать её навеской плавня.

6.3.2.3. Зафиксировать результаты определения содержания серы и углерода в пробе (в мкг/г).

6.3.2.4. Рассчитать относительное СКО выходного сигнала, выраженное в %, по формуле:

$$S_r = \frac{100}{N} \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (N - Ni)^2}{n-1}}, \% \quad (1)$$

где:  $N$  – среднее арифметическое результатов  $n$  измерений содержания серы/углерода;

$N_i$  –  $i$ -ое значение результата измерений;

$n$  – число измерений ( $n=5$ ).

6.3.2.5. Анализатор считается выдержавшим поверку по пункту 6.3.2 если значение относительного СКО выходного сигнала (для серы/углерода) не превышает 5 %.

## 7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений. Форма протокола приведена в Приложении 1.

7.2. Анализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными.

7.3. При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке установленной формы.

7.4. Анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускаются и на них выдается извещение о непригодности.

**ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ  
анализатора multi EA 4000**

Зав.№ \_\_\_\_\_  
Дата выпуска \_\_\_\_\_  
Дата поверки \_\_\_\_\_  
Принадлежит \_\_\_\_\_  
ИНН Владельца \_\_\_\_\_

Условия поверки:

температура окружающего воздуха \_\_\_\_\_ °С;  
атмосферное давление \_\_\_\_\_ кПа;  
относительная влажность \_\_\_\_\_ %.

Наименование документа по которому проведена поверка \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

Средства поверки \_\_\_\_\_

**РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ**

1. Результаты внешнего осмотра \_\_\_\_\_
2. Результаты опробования \_\_\_\_\_
3. Результаты измерений :

3.1. Чувствительность \_\_\_\_\_

4.2. Относительное СКО выходного сигнала \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

Заключение \_\_\_\_\_

Поверитель \_\_\_\_\_ (подпись)