

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

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»



С.В. Медведевских

" 11 " 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

<b>1</b>	<b>ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ .....</b>	<b>4</b>
<b>2</b>	<b>НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....</b>	<b>4</b>
<b>3</b>	<b>ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ .....</b>	<b>4</b>
<b>4</b>	<b>СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....</b>	<b>5</b>
<b>5</b>	<b>ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....</b>	<b>6</b>
<b>6</b>	<b>УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКИ К НЕЙ.....</b>	<b>6</b>
<b>7</b>	<b>ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....</b>	<b>6</b>
<b>8</b>	<b>ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....</b>	<b>7</b>
	8.1 Внешний осмотр.....	7
	8.2 Опробование.....	7
	8.3 Проверка метрологических характеристик.....	7
<b>9</b>	<b>ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ .....</b>	<b>8</b>
	<b>ПРИЛОЖЕНИЕ А.....</b>	<b>10</b>
	<b>ПРИЛОЖЕНИЕ Б.....</b>	<b>12</b>

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

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  $\pm 1$  %);
- 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 % (H<sub>2</sub>O), 18,94 % (CO), 29,49 % (CO<sub>2</sub>), 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, °С | 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 ( $\delta_j$ ) 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  $\Delta A_j$  – 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 – Расчётные значения массовой доли углерода в ГСО 10169-2012

Аттестованное значение массовой доли CO <sub>2</sub> 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		
	CS844ES	S844ES	RC612
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.	$\pm 40$ $\pm 25$ $\pm 15$ $\pm 4,5$	-	$\pm 4,5$ $\pm 4,5$
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.	$\pm 40$ $\pm 25$ $\pm 15$ $\pm 4,5$		
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 РС612 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)	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. - св. $5 \cdot 10^{-2}$ до 100 % включ.	$\pm 15$ $\pm 4,5$	-	$\pm 15$ $\pm 4,5$	$\pm 15$ $\pm 4,5$	$\pm 15$ $\pm 4,5$	$\pm 15$ $\pm 4,5$	$\pm 15$ $\pm 4,5$	$\pm 15$ $\pm 4,5$
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли серы, %, в поддиапазонах измерений: - от $1,75 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-3}$ % включ. - св. $5 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2}$ % включ. - св. $5 \cdot 10^{-2}$ до 49 % включ.	$\pm 25$ $\pm 15$ $\pm 4,5$	$\pm 25$ $\pm 15$ $\pm 4,5$	-	$\pm 25$ $\pm 15$ $\pm 4,5$	$\pm 25$ $\pm 15$ $\pm 4,5$	$\pm 25$ $\pm 15$ $\pm 4,5$	$\pm 25$ $\pm 15$ $\pm 4,5$	-

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