

УТВЕРЖДЕНО
приказом Федерального агентства
по техническому регулированию
и метрологии
от «18» июня 2021 г. № 1059

Регистрационный № 82007-21

Лист № 1
Всего листов 8

ОПИСАНИЕ ТИПА СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы элементные LECO 828/928

Назначение средства измерений

Анализаторы элементные LECO 828/928 (далее – анализаторы) предназначены для измерения массовой доли углерода, водорода, азота и серы в органических материалах различного происхождения в соответствии с аттестованными (стандартизованными) методиками (методами) измерений (при использовании в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений).

Описание средства измерений

Принцип действия анализаторов основан на сжигании навески образца при высокой температуре в атмосфере чистого кислорода с последующим анализом образующихся газообразных продуктов горения.

В анализаторах 928 серии твердый или жидкий образец перед началом измерения взвешивают в керамической лодочке и помещают ее в автоматический загрузчик проб. При анализе жидких проб допускается использование никелевых вкладышей в лодочки или использование глазурированных лодочек. Загрузчик переносит лодочку с пробой в шлюз горизонтальной трубчатой печи анализатора, где удаляются атмосферные газы. После продувки лодочка автоматически проталкивается толкателем загрузчика в рабочую зону печи, где происходит сгорание пробы. Для обеспечения быстрого и полного сгорания пробы атмосфера печи состоит из чистого кислорода с дополнительным потоком кислорода из керамического кислородного копья, сопло которого расположено непосредственно над пробой в лодочке. Продукты горения через систему пылевых фильтров, железную вату для поглощения химически агрессивных продуктов горения и термоэлектрический охладитель для удаления влаги собираются из печи при помощи насоса в балластной емкости.

В анализаторах 928 серии, в которых происходит определение содержания серы, отсутствуют железная вата и термоэлектрический охладитель, вместо них используется только ангидрон для поглощения влаги. Также, в этих моделях перед балластной емкостью, после насоса устанавливается недисперсионная инфракрасная ячейка (NDIR) SO₂ для контроля хода процесса сжигания и полноты сгорания пробы.

По завершении заполнения балластной емкости, собранные газы перемешиваются и выдавливаются поршнем в одну из двух петель дозатора 3 см³ или 10 см³. Из петли газовая доза вымывается инертным газом-носителем гелием или аргоном в NDIR ячейки для определения серы (в виде SO₂), углерода (в виде CO₂) и в ячейку по теплопроводности (ТС) для определения азота (в виде N₂). В отличие от NDIR ячеек, ТС ячейка химически неспецифична, поэтому для обеспечения точного количественного обнаружения N₂ перед ячейкой используется комплект реагентов и скрубберов для удаления посторонних газов и восстановления оксидов азота. Для удаления диоксида углерода используется реактив на основе щелочи (Lecosorb), для удаления влаги – ангидрон, для удаления кислорода - горячая металлическая медь. При сжигании пробы часть азота переходит в форму оксидов вида (NO_x) которые необходимо восстановить до N₂. Для этого применяется нагреваемая восстановительная трубка, заполненная патентованным восстановительным реагентом (N-catalyst).

В анализаторах 828 серии, образец перед началом анализа взвешивают в оловянной капсуле или в чашечке из оловянной фольги и помещают в загрузчик карусельного типа, расположенный над вертикальной кварцевой печью анализатора. Также допускается использование желатиновых капсул при определении только азота. Анализатор сначала сбрасывает образец в герметичную камеру продувки, где удаляется атмосферный газ. После продувки проба автоматически сбрасывается далее в керамический пористый тигель внутри рабочей зоны печи. Возможен ручной ввод жидких проб при помощи шприца, непосредственно в печной тигель при использовании специальной загрузочной головки с септой. Для обеспечения полного и быстрого сгорания пробы атмосфера печи состоит из чистого кислорода с дополнительным потоком кислорода, направляемым к образцу в тигле через кварцевое кислородное копьё. Газообразные продукты сгорания удаляются из печи и собираются в балластном объеме. Газообразные продукты сгорания эвакуируются из печи через вторичную печь, заполненную окисью кальция для удаления галогенов, галидов и далее через систему пылевых фильтров собираются в балластной емкости. В моделях анализатора FP828/828P, измеряющих только азот, перед балластной емкостью дополнительно установлены трубка с железной ватой, для удаления химически агрессивных соединений и термоэлектрический охладитель для удаления влаги. По завершении заполнения балластной емкости, собранные газы перемешиваются и выдавливаются поршнем в одну из двух петель дозатора 3 см^3 или 10 см^3 , а также часть газов выдавливается непосредственно в NDIR ячейку H_2O для количественного определения водорода, в моделях анализатора предусматривающих измерение водорода. Из петли газовая доза вымывается инертным газом-носителем гелием или аргоном в NDIR ячейку для определения углерода (в виде CO_2) и в ячейку по теплопроводности (ТС) для определения азота (в виде N_2). В отличие от NDIR ячеек, ТС ячейка химически неспецифична, поэтому для обеспечения точного количественного обнаружения N_2 перед ячейкой используется комплект реагентов и скрубберов для удаления посторонних газов и восстановления оксидов азота. Для удаления диоксида углерода используется реактив на основе щелочи (Lecosorb), для удаления влаги – ангидрон, для удаления кислорода - горячая металлическая медь. При сжигании пробы часть азота переходит в форму оксидов вида (NO_x) которые необходимо восстановить до N_2 . Для этого применяется нагреваемая восстановительная трубка, заполненная патентованным восстановительным реагентом (N-catalyst). Для моделей, измеряющих содержание серы используется дополнительный печной модуль с горизонтальной керамической печью где происходит параллельное, независимое сжигание навески в керамической лодочке, а образовавшиеся газы при помощи насоса, через трубки с ангидроном для удаления влаги эвакуируются в NDIR ячейку для определения серы (в виде SO_2), расположенную в основном аналитическом блоке.

Конструктивно анализаторы состоят из основного аналитического блока, системного блока компьютера, сенсорного экрана, системы подачи газов, керамической горизонтальной и/или кварцевой U-образной печей для сжигания образцов, колонок для восстановления азота, поглощения воды, оксида углерода и химически агрессивных продуктов сжигания. Для проведения измерений на анализаторе используют следующие газы: кислород чистотой не менее 99,999 %, гелий чистотой не менее 99,999 % или аргон чистотой не менее 99,999 %, сжатый воздух или азот чистотой не менее 99,6 % (без примеси масла, паров воды или пыли). Гелий или аргон используются в качестве газ-носителя.

Анализ выполняется автоматически под управлением программного обеспечения, которое проводит все вычисления, контролирует параметры анализатора, отслеживает состояние основных узлов анализатора, их диагностику и т.д. Окончательный результат выдается в массе или массовой доле азота, углерода, водорода и серы. В результаты можно ввести поправку на содержание влаги в анализируемой пробе для автоматического расчета результатов на сухую основу. Имеется возможность в автоматическом режиме выводить результат измерения азота в пересчете на белок различной природы.

Анализаторы выпускаются 10 моделей, которые отличаются измеряемыми параметрами и техническими характеристиками: FP928, CN928, CNS928, NS928, FP828, FP828P, CN828, CN828S, CHN828, а также модели CHN828+ S832, CN828+ S832, где S832 – отдельный блок для определения серы. Блок S832 подключается к основному блоку CN828 или CHN828 и может работать только в паре с основным.

Общий вид анализаторов приведен на рисунках 1-4.



Рисунок 1 – Общий вид анализатора CHN828+S832



Рисунок 2 - Общий вид анализаторов CNS928



Рисунок 3 – Общий вид анализаторов FP828



Рисунок 4 – Общий вид анализаторов FP928

Пломбирование анализаторов не предусмотрено. Знак поверки в виде оттиска поверительного клейма наносится на свидетельство о поверке.

Программное обеспечение

Анализаторы оснащены программным обеспечением, позволяющим осуществлять настройку параметров анализа, контроль и сбор данных во время процесса измерений, обрабатывать и сохранять полученные результаты измерений, проводить их статистическую обработку и архивирование, передавать результаты измерений на принтер, экспортировать результаты измерений во внешние автоматические системы сбора и хранения данных. Так же программное обеспечение позволяет осуществлять удалённый мониторинг работы анализаторов через Интернет.

Таблица 1 – Идентификационные данные программного обеспечения (в таблице – ПО)

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	Cornerstone
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 2.9.4
Цифровой идентификатор ПО	отсутствует

Уровень защиты программного обеспечения «высокий» в соответствии с Р 50.2.077-2014.

Метрологические и технические характеристики

Таблица 2 – Метрологические характеристики анализаторов 928 серии

Наименование характеристики	Значение характеристики для модели			
	FP928	CN928	CNS928	NS928
Диапазоны измерений массовой доли* (массы), % (мг):				
- азота	от 0,01 до 100 (от 0,02 до 300)	от 0,01 до 100 (от 0,02 до 300)	от 0,01 до 100 (от 0,02 до 300)	от 0,01 до 100 (от 0,02 до 300)
- углерода	-	от 0,01 до 100 (от 0,02 до 200)	от 0,01 до 100 (от 0,02 до 200)	-
- водорода	-	-	-	-
- серы	-	-	от 0,01 до 25 (от 0,02 до 50)	от 0,01 до 25 (от 0,02 до 50)
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли элемента**, %:				
- азота	± 8	± 8	± 8	± 8
- углерода	-	± 8	± 8	-
- водорода	-	-	-	-
- серы	-	-	± 8	± 8

* Диапазон измерений массовой доли азота, углерода, водорода и серы приведен для массы навески 200 мг.

** Значения погрешности нормированы для ГСО 11337-2019 и ГСО 10825-2016

Таблица 3 – Метрологические характеристики анализаторов 828 серии

Наименование характеристики	Значение характеристики для модели					
	FP828	FP828P	CHN828	CHN828+ S832	CN828	CN828+ S832
<p>Диапазоны измерений массовой доли* (массы), % (мг):</p> <p>- азота</p> <p>- углерода</p> <p>- водорода</p> <p>- серы</p>	<p>от 0,02 до 100 (от 0,04 до 300)</p> <p>-</p> <p>-</p> <p>-</p>	<p>от 0,01 до 100 (от 0,02 до 300)</p> <p>-</p> <p>-</p> <p>-</p>	<p>от 0,01 до 100 (от 0,02 до 300)</p> <p>от 0,01 до 87,5 (от 0,02 до 175)</p> <p>от 0,01 до 8,5 (от 0,02 до 17)</p> <p>-</p>	<p>от 0,01 до 100 (от 0,02 до 300)</p> <p>от 0,01 до 87,5 (от 0,02 до 175)</p> <p>от 0,01 до 8,5 (от 0,02 до 17)</p> <p>от $4 \cdot 10^{-3}$ до 15 (от 0,008 до 30)</p>	<p>от 0,01 до 100 (от 0,02 до 300)</p> <p>от 0,01 до 87,5 (от 0,02 до 175)</p> <p>-</p> <p>-</p>	<p>от 0,01 до 100 (от 0,02 до 300)</p> <p>от 0,01 до 87,5 (от 0,02 до 175)</p> <p>-</p> <p>от $4 \cdot 10^{-3}$ до 15 (от 0,008 до 30)</p>
<p>Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли элемента**, %:</p> <p>- азота</p> <p>- углерода</p> <p>- водорода</p> <p>- серы</p>	<p>± 8</p> <p>-</p> <p>-</p> <p>-</p>	<p>± 8</p> <p>-</p> <p>-</p> <p>-</p>	<p>± 8</p> <p>± 8</p> <p>± 8</p> <p>-</p>	<p>± 8</p> <p>± 8</p> <p>± 8</p> <p>± 8</p>	<p>± 8</p> <p>± 8</p> <p>-</p> <p>-</p>	<p>± 8</p> <p>± 8</p> <p>-</p> <p>± 8</p>
<p>* Диапазон измерений массовой доли азота, углерода, водорода и серы приведен для массы навески 200 мг. ** Значения погрешности нормированы для ГСО 11337-2019 и ГСО 10825-2016</p>						

Таблица 4 - Основные технические характеристики анализаторов 828 серии

Наименование характеристики	Значение характеристики для модели					
	FP828	FP828P	CHN828	CHN828+S832	CN828	CN828+S832
Параметры электрического питания: - напряжение переменного тока, В - частота переменного тока, Гц	230±23 50/60					
Потребляемая мощность, В·А, не более	2760	2760	2760	6210	2760	6210
Габаритные размеры, см, не более: - высота - ширина - длина	59 79 80	59 79 80	59 79 80	145 125 159	59 79 80	145 125 159
Масса, кг, не более	113	113	113	201	113	201
Условия эксплуатации: - температура окружающей среды, °С - относительная влажность воздуха, %	от 15 до 35 от 20 до 80					

Таблица 5 - Основные технические характеристики анализаторов 928 серии

Наименование характеристики	Значение характеристики для модели			
	FP928	CN928	CNS928	NS928
Параметры электрического питания: - напряжение переменного тока, В - частота переменного тока, Гц	230±23 50/60			
Потребляемая мощность, В·А, не более	2760			
Габаритные размеры, см, не более: - высота - ширина - длина	112 150 76	112 150 76	112 150 76	112 150 76
Масса, кг, не более	188	188	188	188
Условия эксплуатации: - температура окружающей среды, °С - относительная влажность воздуха, %	от 15 до 35 от 20 до 80			

Знак утверждения типа

наносится на титульный лист Руководства по эксплуатации типографским способом.

Комплектность средства измерений

Таблица 6 – Комплектность средства измерений

Наименование	Обозначение	Количество
Анализатор элементный	LECO 828/928	1 шт.
Программное обеспечение	-	1 шт.
Руководство по эксплуатации	-	1 экз.
Методика поверки	МП 108-241-2020	1 экз.

Сведения о методиках (методах) измерений

приведены в разделе 3 Руководства по эксплуатации.

Нормативные и технические документы, устанавливающие требования к анализаторам элементным LECO 828/928

Техническая документация фирмы «LECO Corporation», США

