УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
(УНИИМ)
ГОССТАНДАРТА РОССИИ

УТВЕРЖДАЮ
Зам. директора УНИИМ
И. Е. Добровинский
10 апреля 2001 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

АНАЛИЗАТОРЫ УГЛЕРОДА И ВЛАЖНОСТИ
RC-412, RC 612

Методика поверки
МП 23 - 221-01

1 р. 21210-06

Екатеринбург
2001

ПРЕДИСЛОВИЕ

РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

ИСПОЛНИТЕЛИ В.П.Ёлтышев, Казанцев Ю.А., Тетюрев А. С.

УТВЕРЖДЕНА ФГУП « УНИИМ» "16" апреля 2001 г.

Изменения № 1 от 11.09.06 г. Включена модель анализатора RC – 612.

СОДЕРЖАНИЕ

Введение 4
1 Нормативные ссылки 4
2 Операции поверки 4
3 Средства поверки 4
4 Требования безопасности 5
5 Условия поверки и подготовка к ней 5
6 Проведение поверки и обработка результатов измерений 5
7 Оформление результатов измерений 6

ГСИ
Анализаторы углерода и влажности
RC-412, RC - 612
Методика поверки **МП 23 -221-01**

Дата введения 16.04.2001 г.

Настоящая методика распространяется на анализаторы углерода и влажности RC-412 , RC – 612 (далее - анализаторы), которые применяют при анализе металлов, сплавов, различных неорганических материалов в соответствии с аттестованными методиками выполнения измерений, и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Рекомендуемый межповерочный интервал - 1 год.

1 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящей методике использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ПР 50.2.006-94 ГСИ. Порядок проведения поверки средств измерений.

МИ 2334-95 Рекомендация. ГСИ. Смеси аттестованные.

МИ 2531-99 Рекомендация. ГСИ. Анализаторы состава веществ и материалов универсальные. Общие требования к методикам поверки в условиях эксплуатации.

ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице.

Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр.	6.1	да	да
Опробование.	6.2	да	да
Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) результатов измерений.	6.3	да	да
Определение основной относительной погрешности измерений углерода и влажности	6.4	да	да

2.2. Если по одному из указанных пунктов будет получен отрицательный результат, поверку прекращают, анализатор бракуют.

3 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

3.1. При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- государственные стандартные образцы состава, аттестованные в массовых долях элементов, в том числе и углерод: ГСО 1220-93П (0,282 %), ГСО 5788-91П (4,16 %), ГСО 1302-91П (2,63%), (тип ГСО с массовой долей углерода подбирают согласно области применения поверяемого анализатора);
- аттестованные смеси (АС), приготовленные из порошков углерода и железа с массовой долей углерода 10,0 % и 19,0 %, и аттестованные смеси из оксалата кальция с кварцевым песком с влажностью 0,5 %, 1,5 %, 10 %. Методики приготовления аттестованных смесей в соответствии с требованиями приведены в приложениях А и Б.

3.2. Допускается применение других средств поверки, удовлетворяющих по точности требованиям настоящей методики. Допускается поверку анализаторов в условиях эксплуатации проводить в соответствии с МИ 2531-99 с использованием методик выполнения измерений.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1. При проведении поверки соблюдают требования "Правил эксплуатации электроустановок потребителем" (утверждены Госэнергонадзором от 27.02.83 г.), "Правил техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителем" (утверждены Госэнергонадзором от 31.03.92 г.).

5 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

5.1. Анализатор предъявляют на поверку с руководством по эксплуатации и свидетельством о предыдущей поверке.

5.2. При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха (20±5) °С;
- относительная влажность не более 70 %;
- напряжение питающей сети переменного тока (220±22) В;
- частота питающей сети переменного тока 50/60 Гц.

5.3. Анализатор подготавливают к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ И ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

6.1.1 Соответствие комплектности (без запасных частей) указанной в эксплуатационной документации (руководстве по эксплуатации). Весы, поставленные в комплекте с анализатором, которые связаны электрически и программно с анализатором, допускается не поверять отдельно. В этом случае поверка осуществляется комплексно всех систем анализатора – от корректора массы (весов) до компьютера. В свидетельстве о поверке на анализатор должен быть указан номер весов, их тип.

6.1.2 Отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность и метрологические характеристики анализатора.

6.1.3 Наличие на анализаторе:

- обозначения типа;
- заводского номера и товарного знака фирмы-изготовителя;
- обозначений переключателей, соединительных разъемов.

6.2. Опробование

Опробование осуществляют в соответствии с порядком, установленным в руководстве по эксплуатации.

6.3. Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) результатов измерений

Применяют стандартные образцы или АС, указанные в п. 3.1 настоящей рекомендации. Готовят не менее пяти навесок образца одного типа.

Измеряют массовую долю углерода или влажность на анализаторе согласно методике, изложенной в руководстве по эксплуатации.

По результатам измерений для применяемого образца рассчитывают: среднее арифметическое ($C_{ср}$) и относительное СКО (S_{jo}) по формулам

$$C_{ср} = \frac{\sum_{i=1}^{n} C_{ij}}{n}, \qquad (1)$$

$$S_{jo} = \frac{100}{C_{ср}} \sqrt{\frac{\Sigma(C_{ij} - C_{ср})^2}{n-1}} \%, \qquad (2)$$

где C_{ij} - результат i-го измерения в j-ом образце, % масс. ;

n - количество измерений.

Полученные значения относительного СКО не должны превышать:

для анализатора модели RC-412

при измерении массовой доли углерода:

5,0 % в диапазоне измерений от 0,02 % до 1,0 % вкл.;

2,5 % в диапазоне измерений св. 1,0 % до 20 % вкл..

при измерении влажности:

5,0 % в диапазоне измерений 0,02 % до 2,0 % вкл.

3,0 % в диапазоне измерений св. 2,0 % до 20,0 % вкл.

Для анализатора модели RC- 612 относительное СКО должно быть не более 5 %.

6.4. Определение основной относительной погрешности измерений

Основную относительную погрешность измерения массовой доли углерода определяют по стандартным образцам состава ГСО и АС в двух точках диапазона измерений поверяемого анализатора. Готовят не менее трех навесок образцов. Определяют содержание углерода в образцах в соответствии с методикой измерений (или руководством по эксплуатации), рассчитывают среднее арифметическое по формуле (1) и относительную погрешность (δ_j) по формуле

$$\delta_j = \frac{|A - C_{cpj}|}{C_{cpj}} * 100, \% \qquad (4),$$

где А- аттестованное значение массовой доли углерода в образце, %;

C_j - среднее арифметическое значение результатов измерений массовой доли углерода (индекс j обозначает номер образца, 1,2 и т.д.), % .

Полученные значения относительной погрешности измерения массовой доли углерода должны быть не более:

для анализатора модели RC-412:

10,0 % в диапазоне измерений от 0,02 % до 1,0 % вкл.;

4,0 % в диапазоне измерений св. 1,0 % до 20,0 % вкл.

для анализатора модели RC -612:

10,0 % в диапазоне измерений от 0,02 до 1,0 % вкл.;

3,0 % в диапазоне свыше 1,0 до 20,0 % вкл.

Проверку относительной погрешности измерений влажности проводят по АС с влажностью 0,5 % , 1,5 % и 10 %. Готовят не менее трех образцов для каждого указанного значения влажности. Проводят измерения влажности образцов в соответствии с методикой, изложенной в руководстве по эксплуатации. Расчет относительной погрешности проводят по формуле (4).

Полученные значения погрешностей измерения влажности не должны превышать для анализаторов моделей RC-412 и RC -612:

10,0 % в диапазоне измерений от 0,01 % до 2,0 % вкл.;.

5,0 % в диапазоне измерений св. 0,5 % до 20,0 % вкл.;

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Результаты поверки заносят в протокол произвольной формы, который хранят в организации, проводившей поверку.

7.2 Анализатор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признают годным к применению и на него выдают свидетельство в соответствии с ПР 50.2.006-94.

7.3 При отрицательных результатах поверки выдают извещение о непригодности согласно ПР 50.2.006-94 с указанием причин. Анализатор к применению не допускают.

Исполнители:
Старший научный сотрудник
ФГУП «УНИИМ» Ёлтышев В. П.

Ведущий инженер ФГУП «УНИИМ» Казанцев Ю. А,

Ведущий инженер ФГУП «УНИИМ» Тетюрев А. С.

Приложение А

МЕТОДИКА

приготовления аттестованных смесей "Дисперсные материалы. Массовая доля углерода в железе"

1. Назначение. Аттестованные смеси массовой доли углерода в железе предназна-чены для определения метрологических характеристик анализаторов углерода и влажности типа RC-412 при их испытаниях и поверке.

Аттестованная смесь (АС) представляют собой порошок железа с введенной в него добавкой порошка углерода. Состав каждой АС определяют с учетом диапазона измерений испытуемого анализатора и общей массы навески 250 мг.

2. Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Для приготовления АС и их аттестации применяют:

весы аналитические с пределом взвешивания до 50 г, предел допускаемой погрешности определения массы не более ± 0,1 мг для навесок от 10 мг до 10 г;

шкаф сушильный, обеспечивающий температуру сушки 120 ^{0}C ± 5 ^{0}C;

кюветы (лодочки) кварцевые (из комплекта анализатора);

железо порошок марки ПЖВ1 по ГОСТ 9849;

углерод порошок, содержание примесей не более 0,1 %;

бюксы.

3. Подготовка к аттестации

Перед аттестацией проводят подготовку:

- берут по 5 –10 г каждого порошка и сушат раздельно в шкафу до постоянной массы. После высушивания порошки помещают в бюксы;

- проводят термическую обработку кювет в печи анализатора в соответствии с разделом руководства по эксплуатации анализатора. Кюветы после обработки устанавливают в бюкс;

- рассчитывают массы навесок углерода и железа, необходимые для получения заданной массовой доли углерода в приготовляемой АС. Расчет ведут по формулам:

массовая доля углерода W_c в АС равна

$$W_{ac} = \frac{m_c}{M_{ов}} 100\% \qquad (1)$$

где m_c – масса углерода, мг;

$M_{ов}$ – общая масса АС ($M_{ов} = m_c + m_{fe}$), мг,

масса навески углерода, мг

$$m_c = \frac{W_{ac} M_{ob}}{100} \qquad (2).$$

масса навески железа, мг, при рекомендуемой массе образца 250 мг равна

$$m_{fe} = 250 - m_c \qquad (3).$$

4. Изготовление и аттестация АС

Взвешивают кварцевую кювету. Насыпают в неё навеску порошка углерода m_c ± 10 % рассчитанного значения массы.

Определяют массу углерода m_c.

В кювету с углеродом насыпают равномерно порошок железа до общей массы 250 мг ± 10 % рассчитанного значения массы.

Определяют массу полученной смеси $M_{ов}$, мг.

Рассчитывают аттестованное значение по формуле (1).

Рассчитывают относительную погрешность δ_{ac} аттестованного значения по формуле

$$\delta_{ac} = \sqrt{\delta_c^{\,2} + \delta_{ов}^2 + \delta_{пр.с}^2 + \delta_{пр.ж}^2} \qquad (4)$$

где δ_c ,$\delta_{ов}$,$\delta_{пр.с}$,$\delta_{пр.ж}$ – относительные погрешности измерений массы углерода, массы смеси, погрешности, обусловленные присутствием примесей в углероде и железе, соответственно.

Относительные погрешности измерения массы рассчитывают по формулам

$$\delta_c = \frac{\Delta_м}{m_c} 100\% \qquad (5)$$

$$\delta_{ов} = \frac{\Delta_м}{M_{ов}} 100\% \qquad (6)$$

где $\Delta_м$ – погрешность взвешивания, мг.

Значения $\delta_{пр.с}$,$\delta_{пр.ж}$ принять равными 0,1 %.

Пример расчета $АС_1$: массовая доля углерода в АС должна быть 10 %.

Масса навески углерода по (2) должна составлять 25 мг при общей массе образца $M_{ов}$ = 250 мг. Масса железа 375 мг. Погрешность весов составляет 0,1 мг.

Относительная погрешность аттестованного значения $АС_1$ равна

$$\delta = \sqrt{(\frac{0,1}{25}100)^2 + (\frac{0,1}{250}100)^2 + 0,1^2 + 0,1^2} = 0,4\ \% \quad (7)$$

Пример расчета $АС_2$: массовая доля углерода в АС должна быть 19 %.

Масса навески углерода по (2) составляет 47,5 мг при массе всего образца 250 мг. Масса железа в АС должна быть 353,5 мг. Погрешность взвешивания 0,3 мг.

Относительная погрешность аттестованного значения $АС_2$ равна

$$\delta = \sqrt{(\frac{0,3}{47,5}100)^2 + (\frac{0,3}{250}100)^2 + 0,1^2 + 0,1^2} = 0,65\ \%$$

5. Оформление результатов аттестации

Результаты приготовления АС и аттестации оформляются протоколом, в котором указывают:

наименование АС;

материалы для приготовления

погрешность взвешивания;

результаты определения масс навесок;

результаты расчетов аттестованных значений и погрешности.

АС не хранят, применяют сразу после приготовления. В связи с этим свидетельства и этикетки не оформляются.

УНИИМ, лаборатория 224

Ст.н.с. Ёлтышев В.П.

Ведущий инженер Казанцев Ю.А.

Инженер Тетюрев А.С.

Приложение Б

МЕТОДИКА
приготовления аттестованных смесей "Влажность дисперсных неорганических материалов"

1. Назначение. Аттестованные смеси влажности дисперсных неорганических материалов предназначены для определения метрологических характеристик анализаторов углерода и влажности типа RC-412 при их испытаниях и поверке.

Аттестованная смесь (АС) представляют собой порошок оксида кремния SiO_2 с введенным в него порошком оксалата кальция $CaC_2O_4H_2O$ или водой. Состав каждой АС определяют с учетом диапазона измерений испытуемого анализатора и общей массы навески 500 мг, которая используется для анализа влажности.

2. Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Для приготовления АС и их аттестации применяют:

весы аналитические с пределом взвешивания до 20 г, предел допускаемой погрешности определения массы ± 0,1 мг для навесок массой от 1 до 50 мг и ± 0,2 мг для измерения массы свыше 50 мг;

шкаф сушильный, обеспечивающий температуру сушки 105 ^{0}C ± 3 ^{0}C;

кюветы (лодочки) кварцевые (из комплекта анализатора);

оксалат кальция по ТУ 6-09-1180-76 $CaC_2O_4H_2O$;

оксид кремния порошок химической чистоты не менее 99,9 %;

бюксы.

3. Подготовка к аттестации

Перед аттестацией проводят подготовку:

- берут по 2 –3 г каждого порошка и сушат раздельно в шкафу при t=105 ^{0}C до постоянной массы. После высушивания порошки устанавливают в бюксы;
- проводят термическую обработку кювет в печи анализатора в соответствии с разделом руководства по эксплуатации анализатора. Кюветы после обработки устанавливают в бюкс;
- рассчитывают массы навесок оксида кремния и оксалата кальция, необходимые для получения заданной влажности в приготовляемой АС:

масса навески оксалата кальция (при массовой доле воды 12,21 % в $CaC_2O_4H_2O$ исходя из стехиометрического соотношения) равна:

$$m_в = \frac{W_{ав} M_{об}}{0{,}1221} \qquad (1).$$

где $m_в$ – масса оксалата кальция, мг;

$W_{ав}$ – заданное значение влажности АС, относительная величина;

$M_{об}$ – общая масса АС ($M_{об} = m_в + m_{ок}$), мг;

$m_{ок}$ – масса оксида кремния;

0,1221 – массовая доля воды в оксалате кальция,

расчетные значения навесок для нормированных значений влажности АС приведены в таблице

Влажность, %	Масса оксалата, мг
0,1	4,09
0,5	20,47
1	40,55
1,5	60,83
2	81,10
10	409,5
20	50 (воды, на 250 мг SiO_2)

масса оксида кремния, мг, при рекомендуемой массе образца 500 мг равна

$$m_{ок} = 500 - m_в \qquad (2).$$

4. Изготовление и аттестация АС

Взвешивают навеску оксалата кальция в кювете. Доводят массу с помощью SiO_2 до 500 мг ± 5%. Определяют массу АС ($M_{об}$)

Рассчитывают значение влажности для полученной АС по формуле

$$W_{ас} = \frac{0{,}1221 m_в}{M_{об}} 100\% \qquad (3)$$

Рассчитывают относительную погрешность в АС по формуле:

$$\delta = \sqrt{(\frac{\Delta_в}{m_в}100)^2 + (\frac{\Delta_в}{m_{об}}100)^2 + \delta_п^2} \qquad (4)$$

где $\Delta_в$ – погрешность взвешивания, мг.

$\delta_п$ – погрешность, обусловленная наличием примеси в оксалате кальция ($\delta_п$=0,1%)

Пример расчета $АС_1$: Влажность АС должна быть 0,1 %.

Масса навески оксалата кальция по (1) должна составлять 4,06 мг при общей массе образца $M_{об}$= 500 мг. Масса оксида кремния по (2) 495,94 мг. Погрешность весов составляет 0,1 мг. Общая массовая доля примесей 0,1 %.

Относительная погрешность аттестованного значения $АС_1$ равна

$$\delta = \sqrt{(\frac{0{,}1}{4{,}06}100)^2 + (\frac{0{,}2}{500}100)^2 + 0{,}1^2} = 2{,}5\%$$

Пример расчета $АС_2$: влажность в АС должна быть 1,5 %.

Масса навески оксалата по (1) составляет 60,83 мг при массе всего образца 500 мг. Масса оксида кремния по (2) должна быть 439,17 мг. Погрешность весов 0,2 мг. Общая массовая доля примесей 0,1 %.

Относительная погрешность аттестованного значения $АС_2$ равна

$$\delta = \sqrt{(\frac{0{,}2}{60{,}83}100)^2 + (\frac{0{,}2}{500}100)^2 + 0{,}1^2} = 0{,}46\%$$

5. Оформление результатов аттестации

Результаты приготовления АС и аттестации оформляются протоколом, в котором указывают:

наименование АС;

материалы для приготовления

погрешность взвешивания;

результаты определения масс навесок;

результаты расчетов погрешности.

АС не хранят, применяют сразу после приготовления. В связи с этим свидетельства и этикетки не оформляются.

Разработчики:
УНИИМ, лаборатория 224

Ст.н.с. Ёлтышев В.П.

Ведущий инженер Казанцев Ю.А.

Инженер Тетюрев А.С.